

摘要

本篇論文的目的是經由光學顯微鏡、掃描式電子顯微鏡及穿透式電子顯微鏡來觀察鐵-9 鋁-30 錳-1 碳合金經不同熱處理後的顯微結構，並探討不同顯微結構對機械性質和破斷機構的影響。合金在經過 1100°C 固溶熱處理之後可以得到完全的沃斯田鐵相顯微結構，擁有良好的強度和韌性。合金經過 550°C、6 小時的時效熱處理後，細小的 κ' -碳化物在沃斯田鐵晶粒內析出，造成了析出硬化的效果，且此條件下無析出物在晶界上析出，所以材料在沒有明顯損失韌性的情況下明顯的得到了最佳的強度。隨著時效溫度的上升，在經過 650°C、6 小時的時效熱處理後，不但在沃斯田鐵晶粒內有細小的 κ' -碳化物析出物，在晶界上也開始有一些粗大的 κ -碳化物異相析出，所以雖然材料因為析出硬化而在強度上達到最佳，但卻因為晶界上析出而造成材料韌性稍微下降。而在經過 850°C、6 小時的時效熱處理後，在晶粒內的 κ' -碳化物變的很少，而在晶界上析出了大量粗大的 κ -碳化物，因而造成材料的強度及韌性都大幅地下降。

本篇論文除了比較不同時效熱處理溫度下所得到的機械

性質外，也可以比較出鑄造試片及軋延試片的不同。鑄造試片經過各不同時效熱處理後，破斷模式是比較偏向脆性的穿晶、沿晶破斷。而軋延試片在經過各不同時效熱處理後，破斷行為以延性的酒窩狀凹洞為主，隨著時效溫度上升，輔以稍具脆性的穿晶破斷。



Abstract

The purpose of this study is to examine the microstructural development of the Fe-9Al-30Mn-1C alloy through different heat-treatments by means of optical microscopy, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. Besides, the effects of the microstructures on the mechanical properties and fracture mechanisms were also made. In the as-quenched condition, the microstructure of the alloy was single austenite phase. Therefore, the alloy possesses good strength and toughness. When the alloy was aged at 550°C for 6 hours, fine κ' -carbides were formed within the austenite matrix and no precipitates could be observed on the grain boundaries. It is thus that the alloy could get better strength without losing much toughness. When the alloy was aged at 650°C for 6 hours, not only the fine κ' -carbides formed within the austenite matrix but also a few of the coarse κ -carbides started to precipitate heterogeneously on the γ/γ boundaries. This leads the alloy to get the best strength and cause the toughness down slightly.

When the alloy was aged at 850°C for 6 hours, there was deficient κ' -carbides existing within the austenite matrix but much coarse κ -carbides occurred on the grain boundaries. Obviously, the strength and the toughness of the alloy would go down greatly.

In the present study, the comparison of the mechanical properties between the cast alloy and the rolled alloy was undertaken. Under the same heat-treatment condition, the cast alloy trended to be more brittle. The main fracture mechanism of the cast alloy was intergranular decohesion with a certain proportion of transgranular cleavage. The main fracture mechanism of the rolled alloy was ductile dimple fracture. With increasing the aging temperature, it would be accompanied with a certain proportion of transgranular cleavage.

內容目錄

摘要.....	1
Abstract.....	3
內容目錄.....	5
圖案目錄.....	6
表格目錄.....	9
前言.....	10
實驗步驟.....	14
結果與討論.....	17
結論.....	56
參考文獻.....	58



圖 案 目 錄

圖 1 鑄造試片經過在 1100°C、1.5 小時固溶熱處理之 OM 照片.....	18
圖 2 軋延試片經過在 1100°C 下固溶熱處理並水淬(a)OM (b)TEM 明視野照片.....	19
圖 3 軋延試片經過 1100°C 固溶熱處理後再經過 550°C、6 小時時效熱處理(a)OM (b)TEM 明視野照片.....	22
圖 4 軋延試片經過固溶熱處理後再經過 650°C、6 小時時效熱處理(a)OM (b)TEM 明視野照片.....	23
圖 5 軋延試片經固溶熱處理再經過 850°C、6 小時時效熱處理後(a)OM (b)TEM 照片拍自晶粒內 (c)TEM 照片拍自晶界.....	25
圖 6(a) 鑄造試片延伸率、面積縮減率與時效溫度關係圖...	29
圖 6(b) 鑄造試片抗拉強度、降伏強度與時效溫度關係圖...	29
圖 6(c) 熱軋試片延伸率、面積縮減率與時效溫度關係圖...	30
圖 6(d) 熱軋試片抗拉強度、降伏強度與時效溫度關係圖...	30
圖 7(a) 鑄造試片在 1100°C、1.5 小時固溶熱處理後水淬經拉伸試驗斷裂後試片之相片.....	33

- 圖 7(b) 鑄造試片在 1100°C、1.5 小時固溶熱處理再經過 850°C、6 小時時效熱處理後水淬經拉伸試驗斷裂後試片之相片.....33
- 圖 8(a) 熱軋試片在 1100°C、1.5 小時固溶熱處理後水淬經拉伸試驗斷裂後試片之相片.....34
- 圖 8(b) 熱軋試片在 1100°C、1.5 小時固溶熱處理再經過 850°C、6 小時時效熱處理後水淬經拉伸試驗斷裂後試片之相片.....34
- 圖 9 鑄造試片經固溶熱處理後橫截面之掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....39
- 圖 10 鑄造試片固溶熱處理後再經過 550°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....41
- 圖 11 鑄造試片固溶熱處理後再經過 650°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....43

- 圖 12 鑄造試片固溶熱處理後再經過 850°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....45
- 圖 13 軋延試片經固溶熱處理後橫截面之掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....49
- 圖 14 軋延試片固溶熱處理後再經過 550°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....51
- 圖 15 軋延試片固溶熱處理後再經過 650°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....53
- 圖 16 軋延試片固溶熱處理後再經過 850°C、6 小時時效熱處理之橫截面掃描式電子顯微鏡照片 (a)低倍率照片 (b)取自試片外部照片 (c)取自試片中部照片 (d)取自試片內部照片.....55

表格目錄

表一 鑄造試片經過不同熱處理的機械性質.....28

表二 熱軋試片經過不同熱處理的機械性質.....28



1. 前言

鐵鋁錳碳合金之相變化及機械性質已被廣泛研究^[1-64]。在此合金中，錳及碳是沃斯田鐵相的穩定元素，使得合金有較好的冷加工性及低溫延展性。而鋁的添加則扮演了使肥粒鐵相穩定的角色，並使得合金在高溫下擁有更好的抗氧化能力。另外，藉由提高鋁的添加有益於提高合金的強度，但是卻會使沃斯田鐵相的穩定度及合金的韌性降低。一般來說，可以藉由提高錳及碳的添加或是降低鋁的含量來穩定沃斯田鐵相。而由之前的文獻可知，經由適當比例的添加錳、碳及鋁可以得到一個完全的沃斯田鐵相的結構。

自從 1972 年，Alekseenko 研究 9G28YuMVB (Fe-28Mn-9Al-0.82C) 合金經不同熱處理後，發現了沃斯田鐵、肥粒鐵及 $(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{AlC}_x$ 的 κ 相碳化物可同時存在，並證實了 α 和 κ 相具有鐵磁性(ferromagnetic)^[23]。在鐵鋁錳合金中添加碳，若是經過適當的固溶處理、淬火及時效等熱處理後，可在沃斯田鐵基地內獲得均勻且微細的 κ' 相 $(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{AlC}$ 碳化物析出，其中 κ' 相具有規律化面心立方之 $L'1_2$ 結構 [7,13,15,30]。

根據前人的研究^[1,24,25,26,29]，對於成份範圍在鐵-(4.9-11)wt% 鋁-(28-35)wt% 錳-(0.5-1.3)wt% 碳的合金在經過固溶處理後，其微觀結構為單一相的沃斯田鐵相，但經過500°C到750°C時間不等的時效處理後，可以在晶粒中發現細小的 κ' -碳化物一致地沿著〈100〉的方向整合性 (coherent) 地析出，此 κ' -碳化物為擁有 $L'1_2$ 結構的 $(Fe,Mn)_3AlC_x$ 碳化物。因為在沃斯田鐵相的晶粒中 κ' -碳化物微小析出物的出現，使得合金在沒有明顯的韌性損失下使強度得到了顯著的改善。但是當時效的時間延長或提高時效的溫度時，不但會有 κ' -碳化物在晶粒內析出，更會有粗大的 κ -碳化物在晶界上異質析出，此種 κ -碳化物是經由 $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa$ 或 $\gamma \rightarrow \alpha + \kappa + \beta\text{-Mn}$ 反應產生， κ -碳化物為一具有 $L1_2$ 結構的析出物^[1-4,26]；而這個狀況會使得合金的脆性增加而降低了延性。在大部分的情況裡，晶界上充滿了脆性碳化物通常都會造成裂縫在此成核(nucleation)和傳播(propagation)，因為相對於沃斯田鐵晶粒內部有差排互鎖的效應，充滿脆性碳化物的晶界似乎更容易造成應力集中的趨勢；況且另一方面由於晶界 κ -碳化物的析出消耗了絕大部分鄰近晶界所存有的碳成分，因此晶粒內部 κ' -碳化物的含量又大大的減少了。無疑的，這

個現象將使合金的延性更加惡化。有關確切的機械性質，諸如降伏強度、抗拉強度伸長率、面積縮減率都將在後面章節一一陳述並配以掃描式電子顯微鏡照片作更進一步的闡釋。

由先前研究得知，鐵-8.0 鋁-31.5 錳-1.05 碳合金經 550°C 時效時，其晶界相分解反應為 $\gamma \rightarrow \gamma + \kappa$ ；而鐵-7.8 鋁-31.7 錳-0.54 碳合金在 550°C 時效時，其晶界相分解反應為 $\gamma \rightarrow \kappa + \beta\text{-Mn}$ ^[8,9,12,14,15,17-20,22]。同時，在研究鐵-9.0 鋁-30.5 錳-1.36 碳合金及鐵-9.0 鋁-30.0 錳-2.0 碳合金時發現^[66]：其合金在淬火狀態下，基體有 structural modulation 現象，且有 $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}_x$ 碳化物在淬火過程中以史賓諾多分解 (spinodal decomposition) 反應產生，而合金在 750°C 或低於 750°C 做時效處理時， κ -碳化物具有 L1_2 結構，當合金在 850°C 至 950°C 做較長時間的時效處理後，可以觀察到粗大的 κ -碳化物及細微的 κ' -碳化物同時在沃斯田鐵基體內形成，其中粗大的 κ -碳化物是在時效處理時析出成長而形成，而細微的 κ' -碳化物是在淬火過程中藉由史賓諾多分解反應形成。如果加入其他的元素，如矽或鉬，相變過程又更加不同了，如鐵-7.8 鋁-29.5 錳 1.5 矽-1.05 碳合金及鐵-9.8 鋁-28.6 錳 0.8 矽-1.0 碳合金在 500°C 到 850°C 的溫度範圍內作時效熱處理後，可以發現大量的 B2 和 D0_3

相出現並且共存^[19,66,67,68]。所以我們可以很明瞭的知道在這溫度範圍內原來的 γ 相全部轉變成 κ -碳化物還有 B2 和 DO_3 相，在作完這全系列溫度的時效處理後，可以看出一定量的矽添加會明顯地促進 κ -碳化物及 DO_3 相的析出。另外，在添加鉬的情況下會造成不易形成 κ -碳化物的反效果，最重要的原因在於鉬本身就是一個強力的碳化物形成元素。以鐵-8.8 鋁-30.0 錳-6.0 鉬-1.1 碳合金為例^[65]，在 600°C 、2 小時時效熱處理後，除了 κ' -碳化物在晶粒內析出，晶界上會出現 $\alpha+B2+M_2C+M_6C$ 的析出而沒有 κ -碳化物的析出。

不同的熱處理條件會改變合金的微觀結構，而微觀結構的改變更會直接影響到合金的機械性質，本篇論文的目的便是經由光學顯微鏡、掃描式電子顯微鏡及穿透式電子顯微鏡來觀察鐵-9wt% 鋁-30wt% 錳-1.0wt% 碳合金在經過不同的熱處理後的微觀結構，以及對於經過熱處理後合金的機械性質何以有所改變的原因進行深入的研究、探討及解釋。

2. 實驗步驟

2.1 試片製備

2.1.1 鑄造試片

本實驗所使用合金其化學成分為：鐵-9wt% 鋁-30wt% 錳-1.0wt% 碳，利用電解鐵(99.5%)、電解鋁(99.7%)、電解錳(99.9%)和碳粉在高周波爐中熔鍊鑄造成試棒。在真空爐管中進行 1100°C 均質化熱處理 1.5 小時後迅速淬火至水中。再依實驗設計作不同的時效熱處理條件，分別為 550°C、6 小時；650°C、6 小時；850°C、6 小時，此後進行材料微觀結構的觀察及分析。

2.1.2 軋延試片

先將熔鍊鑄造好的鋼胚(Ingot)(14mm x 14mm x 20mm)於 950°C 溫度下熱軋至 5 mm 試片。在真空爐管中進行 1100°C 固溶處理 1.5 小時後迅速淬火至水中。再依實驗設計作不同的時效熱處理條件，分別 550°C、6 小時；650°C、6 小時；850°C、6 小時，此後進行材料微觀結構的觀察及分析。

2.2 拉伸試驗

將試片歸類並標定好，進行拉伸試驗。以定位移拉伸模式，位移量為 0.2mm/sec，量測降伏強度、拉伸強度，另外計算面積縮減率與試片延伸率並作圖。

2.3 顯微結構觀察及分析試片

2.3.1 光學顯微鏡(OM)分析試片

首先先把試片切片，冷鑲埋後依序以 100~2000 號的砂紙研磨，然後進行氧化鋁粉拋光，最後以 5% 的硝醇(Nital)溶液蝕刻，即可在光學顯微鏡下做觀察及分析。



2.3.2 掃描式電子顯微鏡(SEM)分析試片

利用水冷式砂輪切割機將拉伸破斷面以橫切面切片，即可在掃描式電子顯微鏡（HITACHI S-2500，30KV）下觀察試片表面，觀察及分析其破斷機構。

2.3.3 穿透式電子顯微鏡(TEM)分析試片

穿透式電子顯微鏡的試片是以 double-jet 電子拋光機來製備，使用 30% 醋酸、10% 過氯酸及 60% 乙醇為溶液，拋

光時溫度控制在 -10°C 到 10°C 之間，電流強度大約在 1.5 到 $2.0 \times 10^4 \text{ A/m}^2$ 。試片製備完成後即可在 JEOL 2000FX 掃描及穿透式電子顯微鏡(STEM)下觀察及分析其微觀結構。

