

236 純銅単結晶の塑性変形によぼす亜粒界の影響

熊本工業大学

正 三浦 精

1. はじめに

金属結晶の主要な変形機構である転位の活動は結晶内に存在する不純物、林転位、結晶粒界や亜粒界等によって大きな影響をうける。このため現在までに、すべり線観察、エッチピット法や電顕法によって、その様々な影響を解明する試みがなされてきた。これらの手段のうち、結晶内部を直接観察するのに適しているのは透過電顕法であるが、それには薄膜内の転位挙動がバルク材中の挙動と必ずしも一致しない等の問題がある。一方エッチピット法は、結晶内部の転位を直接観察出来ないが、広範囲にわたり転位の挙動を微視的に観察することが出来る。

Livingston[1]とYoung[2]が銅についての腐食液を見出して以来、北島ら[3]が銅単結晶の降伏応力と転位についての挙動を詳細にエッチピット法を用いて検討した報告など、銅単結晶の転位挙動には数多くの報告がある。彼らの研究により、亜粒界の存在が降伏現象等についても多大の影響を与えることが明らかになったが、その主目的は個々の転位の運動や増殖の機構を明らかにすることであったため、巨視的な降伏応力と結晶の平均亜粒界の広範囲での関係はあまり明らかにされていない。

本研究においては引張軸方位〔253〕を有する単結晶を引張変形エッチピット法を用い平均亜粒界径を測定し、降伏応力および変形応力との関係をもとめ、Hall-Petch式との比較検討をおこなった。

2. 実験方法

供試材として99.998%の純度のCuを真空中で溶解し、ブリッジマン法により14x14 mm² 横断面をもつ角柱単結晶を作成した。溶解温度は1473K 真空度は 4×10^{-4} mmHg以下であった。これを放電加工により1組の平行な(111)面を有する厚さ4 mmの単結晶板を切り出し、これより長軸方向方位が〔253〕の角柱単結晶(4 x 5 x 60 mm)を切り出し、種結晶とし、この種結晶の転位密度を減ずるために1103—1304 Kに温度を周期的に変化させる繰り返し焼鈍を真空中で約200 hr行った後カーボンモールドに設置し種付けを行い、単結晶板をブリッジマン法によって作製した。これらの単結晶板よりFig. 1に示すような寸法形状の

単結晶板を放電加工により切り出した。放電加工による表面層を除去する為にエメリー湿式研磨紙で#1200まで機械研磨しその加工層を除去する為H₃PO₄ 80% C₂H₅OH 20%溶液中で8—10 hr 電解研磨を行った。この様にして作製した試片は転位密度が高くエッチピット観察には不相当であったので転位密度をさげる為、種結晶で行ったと同様繰り返し焼鈍、電解研磨を行い実験に供した。試片の軸方位をFig. 2に示す。

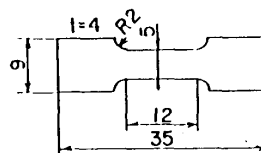


Fig. 1 Shape and dimensions of the single crystal.

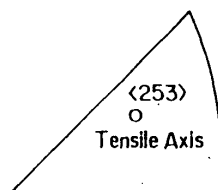


Fig. 2 The tensile axis of the single crystals.

同一試片を用いて数回の引張り試験を行い、変形の進行による転位密度をエッチピット法により測定した。腐食液はYoung液[2]を改良した丸川B液[4] (HCl 140cc, HBr 3cc, FeCl₂ 27gr, H₂O 150cc) の希釈液である。

3 実験結果と考察

以上のようにして得られた単結晶試片S1—S5施した熱処理及びその結果得られた各試片の亜粒界内の平均転位密度及び平均亜粒界径をTable 1に示した。これらはエッチピット法を用いて測定したものである。

Table 1.

The mean diameter and the initial dislocation density of the single crystal specimens annealed for various times.

Specimen Number	Annealing		Dislocation Density cm ³ /cm	Diameter of Sub-grain μm
	Constant (hr)	Cyclic (hr)		
S 1	40	200	1.86×10^5	75
S 2	40	50	2.01×10^5	67
S 3	40	25	2.31×10^5	52
S 4	40	200	9.31×10^4	105
S 5	40	120	4.20×10^4	164

実験に用いた5個の単結晶試片S1—S5の応力—ひずみ曲線を求め、これより各試片の伸び0.1%, 0.5%, 1.0%における公称応力 σ 0.1, σ 0.5, σ 1.0 また各試片の臨界せん断応力 τ_0 および主すべり系のせん断応力 τ 0.5, τ 2.0をもとめた。(Table 2)

Table 2

Specimen Number	σ_0 (MPa)	$\sigma_{0.5}$	σ_{10}	Yield Stress τ_0 (MPa)	Flow Stress		Diameter of Sub-grain (μ m)	$d^{-1/2}$
					$\tau_{0.5}$	τ_{10}		
S3	3.1	3.9	5.1	116	135	176	50	0.141
S2	2.5	3.4	4.2	102	120	148	65	0.124
S1	17	3.0	4.4	0.83	0.89	140	75	0.115
S4	17	3.0	5.2	0.70	0.85	154	105	0.098
S5	13	2.3	3.3	0.54	0.66	111	165	0.078

Table 2 より求められた結果を Hall-Petch の関係式

$$\tau_y = \tau_1 + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

に従って整理すると Fig. 3 となる。ここで τ_y は降伏応力、 τ_1 および k_y は定数、 d は平均亜粒界である。 τ_0 および $\tau_{0.5}$ については直線関係が得られるが、 $\tau_{2.0}$ についてはその関係はえられない。 τ_0 および $\tau_{0.5}$ と平均亜粒界直径、 d (μ) の関係は

$$\tau_0 = -0.27 + 10.04 d^{-1/2} \quad (\text{MPa}) \quad (2)$$

$$\tau_{0.5} = -0.23 + 10.98 d^{-1/2} \quad (\text{MPa}) \quad (3)$$

となる。Mecking と Bullian[5] は 5N の Cu の方

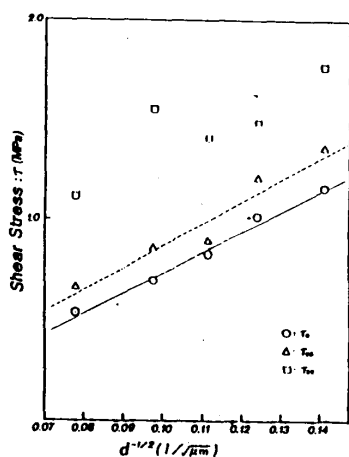


Fig. 3 Inverse square root of sub-grain size against shear stress at 297°K

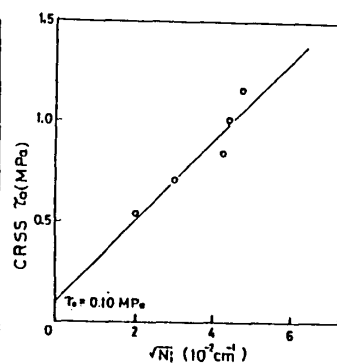


Fig. 6 Square root of initial density Ni against CRSS

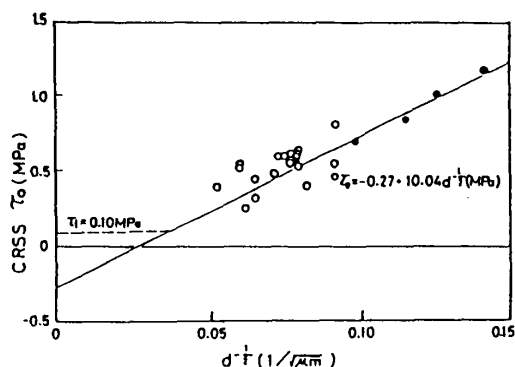


Fig. 5 Inverse square root of sub-grain size against CRSS in Cu at 297°K

位の異なる 19 本の単結晶、平均亜粒界 120—370 μ の τ_0 は 0.80—0.39 MPa であったと報告しているが 2 式で 120—370 μ の範囲では 0.65—0.26 MPa であり数 10 μ から数 100 μ の範囲では妥当な値を示す一方亜粒界を全く含まぬ $d = \infty$ 結晶では τ_0 の値は負となり無意味なものになる。Cu 単結晶の Stage I における転位の移動距離は 500 μ 前後と考えられるのでこの大きさ以上では亜粒界は Fig. 4 に示す様な移動の障害になる以前に転位は停止すると考えられる。また $\tau_{2.0}$ で Hall-Petch 関係が成立しなくなるのは主すべり系以外のすべりが活動し、これらの相互作用が変形応力に対して影響を及ぼし始めることに起因するものと考えられる。Mecking らは亜粒界径と τ_0 の関係について述べてないが彼等のデータを Fig. 5 のようプロットして見ると 2 式の線上にばらついており興味深い。彼等はまた初期転位密度 (亜粒界内) を N_i とし $\sqrt{N_i}$ と τ_0 の関係が直線で示され $N_i = 0$ の外挿点の値の τ_0 が 0.12 MPa と報告している。同様のプロットをしたのが Fig. 6 でありその外挿点の値は 0.10 MPa となり太田ら [6] の高純度低転位密度単結晶の τ_0 とほぼ一致する。Fig. 5 で $\tau_1 = 0.10$ MPa として平行線をひくとそれに対応する亜粒界径は 770 μ となり北島ら [6] の求めた転位の平均移動距離のデータと矛盾しない。

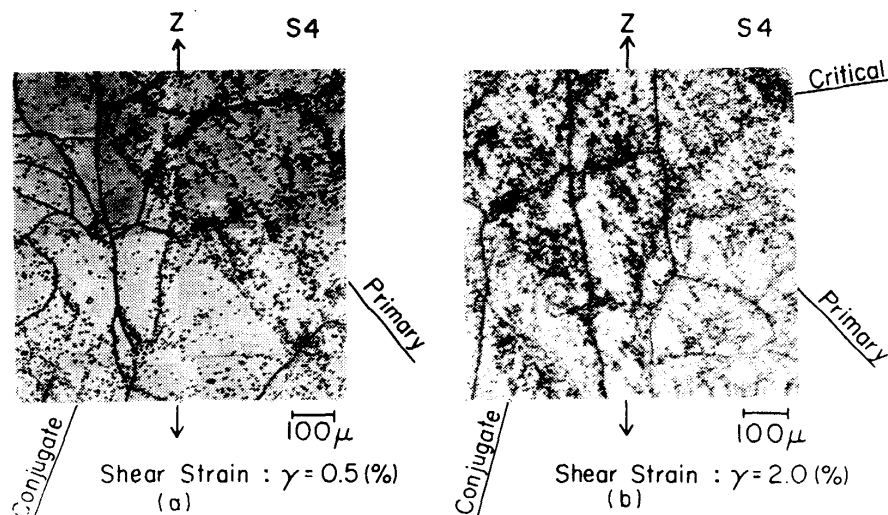


Fig. 4 Dislocation etch-pits distribution in S4

文献

- [1] J.D. Livingston: J. Appl. Phys., 31 (1960), 1072.
- [2] F.W. Young Jr.: J. Appl. Phys., 32 (1961), 1815.
- [3] 北島貞吉: 日本金属学会誌: B (1974), 105.
- [4] K. Murakawa: J. Phys. Soc. Japan, 22 (1962), 449.
- [5] H. Mecking and G. Bullian: Acta Met., 24 (1976), 249.
- [6] 太田道雄, 北島貞吉, 海田弘也: 日本金属学会誌: 36 (1972), 617.