718 EBSD 法による多結晶銅の引張りにおける

結晶粒の3次元的塑性変形の評価

北見工大 〇近藤了嗣 岡山大 多田直哉 津山高専 阿部武治

1. 緒 言

一般に、金属多結晶の塑性変形を評価するためには、 構成要素である個々の結晶粒に関して、応力一ひずみ関係、結晶方位、力学的境界条件を明らかにする必要があると考えられるが、実験的に力学的境界条件を評価することは極めて困難である。そこで、著者等は代表的な面心立方金属である銅多結晶体の塑性変形に関して、後方散乱電子線回折(EBSD)法および画像処理を用い、試験片表面に存在する結晶粒に関して、力学的境界条件が不明な場合でも塑性ひずみを3次元的に評価する方法を提案した(1)。本報告では、結晶粒の塑性変形をさらに正確に記述するため、変形によって生じた各結晶粒の回転成分の評価方法を提案する。なお、評価方法および得られた結果の妥当性に関しては、ひずみと回転から予想される結晶粒の表面傾斜角度と、別途、表面形状測定顕微鏡を用いて実測した結果を比較することにより検討した.

2. 実験方法

工業用純銅圧延板(純度 99.5%, 板厚 1.0mm)を供試材として、図1に示すように圧延方向を長手方向に平板試験片を作製した.これの表面を機械研摩により鏡面状態に仕上げた後、真空焼鈍(焼鈍温度 873K, 保持時間 1h, 炉冷)および電解研磨を行った.さらに、結晶粒界を判別できるように化学腐食を行った.

引張り試験は日立製 200kg 試料引張り試験装置を用いて行い、試験片の巨視的ひずみをが 0.03、0.07 の段階で引張り試験を中断し、除荷後に各種の測定を試験片中央部 500 μm×500 μm の正方形領域について行った. なお、試験片の巨視的ひずみは変形前にアカシ製微小硬さ試験機 MVK-H0を用いて長手方向に沿って 500 μm 間隔で 6点の圧痕を打ち、この圧痕間距離の変化から評価した.

結晶方位の測定は日立製 S-3500N 型走査型電子顕微 鏡内に設置した Oxford 製 Link Opal システムを用いて EBSD 法により行った. なお, 菊池線図からの結晶方位 の解析精度は 0.1deg である.

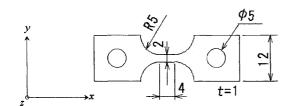


Fig. 1 Shape and dimensions of specimen for tensile test (mm).

結晶粒の画像取得は KEYENCE 製表面形状測定顕微鏡 VF-7500 を用いて行った. なお, 倍率は 2500 倍, 解像度は 28.364 pixel/cm とし, ひずみが精度良く測定できる画素数が 10000 以上の結晶粒を評価の対象とした.

表面傾斜角度の測定は,先に述べた表面形状測定顕微鏡を用いて,試験片のx軸およびy軸方向に $10\mu m$ 間隔で行った.同一結晶粒内におけるz軸方向の相対変位から最小二乗法により結晶粒表面の近似平面を求め,この近似平面のx軸およびy軸方向の傾斜角度 θ_x および θ_y を求めた.

3. 結晶粒の塑性変形

一般に、塑性変形は変位勾配テンソル $\nabla_j u_i = \varepsilon_{ij} + \omega_{ij}$ で表されている。ここで、ひずみテンソル ε_{ij} は独立な 6成分、回転テンソル ω_{ij} は独立な 3成分で表現され、これら 9成分が全て求められれば、結晶粒の塑性変形が 3次元的に完全に記述される。ここでは、既報告の塑性ひずみの評価方法(こついては省略し、回転の評価方法についてのみ述べる。なお、本研究で定義する回転には、従来、結晶塑性学において提案されている塑性スピンと、その他の力学的要因により生じた剛体的な回転成分の両方を含んだものとして定義している。

変形前後における結晶座標系 x'y'z'および x''y''z''と 結晶粒の回転の関係を図 2 に示す.まず,図 2(a)を参考 に z'' 軸方向の単位ベクトル $e_{z''}$ の角度について考える.図中のy は $e_{z''}$ が z'軸となす角度, p_i は $e_{z''}$ の z'x'平面への正射影が z'軸となす角度, p_i は $e_{z''}$ の y'z'平面への正射影が z'軸となす角度である.微小変形下では p_i p_i および p_i が微小となるため,変位の勾配 $\partial u_{x'}/\partial z'$, $\partial u_{y'}/\partial z'$ および $\partial u_{z'}/\partial z'$ は次式で表される.

$$\frac{\partial u_{x'}}{\partial z'} = \cos \gamma \tan \gamma_1 \cong \gamma_1
\frac{\partial u_{y'}}{\partial z'} = \cos \gamma \tan \gamma_2 \cong \gamma_2
\frac{\partial u_{z'}}{\partial z'} \cong 0$$
(1)

同様にして e_r および e_v の変位勾配は次式で表される.

$$\frac{\partial u_{x'}}{\partial x'} \cong 0$$

$$\frac{\partial u_{y'}}{\partial x'} = \cos \alpha \tan \alpha_{2} \cong \alpha_{2}$$

$$\frac{\partial u_{z'}}{\partial x'} = \cos \alpha \tan \alpha_{1} \cong \alpha_{1}$$
(2)

$$\frac{\partial u_{x'}}{\partial y'} = \cos \beta \tan \beta_2 \cong \beta_2$$

$$\frac{\partial u_{y'}}{\partial y'} \cong 0$$

$$\frac{\partial u_{z'}}{\partial y'} = \cos \beta \tan \beta_1 \cong \beta_1$$
(3)

したがって、定義した角度 γ_1 、 γ_2 、 α_1 、 α_2 、 β_1 、 β_2 を 用いると、x'y'z'座標系における回転 ($\omega_{x'}$, $\omega_{v'}$, $\omega_{z'}$) は 次式で求められる.

$$\omega_{x'} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_{z'}}{\partial y'} - \frac{\partial u_{y'}}{\partial z'} \right) = \frac{1}{2} (\beta_1 - \gamma_2)$$

$$\omega_{y'} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_{x'}}{\partial z'} - \frac{\partial u_{z'}}{\partial x'} \right) = \frac{1}{2} (\gamma_1 - \alpha_1)$$

$$\omega_{z'} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_{y'}}{\partial x'} - \frac{\partial u_{x'}}{\partial y'} \right) = \frac{1}{2} (\alpha_2 - \beta_2)$$
(4)

本研究では、さらに、この結晶座標系を基準とする回転 $(\omega_{r}, \omega_{r}, \omega_{r})$ を試験片座標系 xyz に関する回転 $(\omega_{r}, \omega_{r}, \omega_{r})$ ω_{ν} , ω_{z}) に変換した.

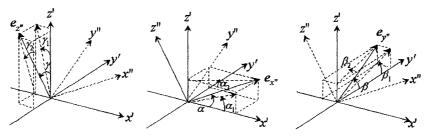
4. 実験結果と考察

各結晶粒表面の x 軸および y 軸方向の表面傾斜角度で ある θ_x および θ_t は評価したひずみおよび回転の成分を用 いて $\gamma_{zx}/2-\omega_y$ および $\gamma_{yz}/2+\omega_x$ として求めることができる. これら塑性ひずみおよび回転から求めた表面傾斜角度と, 別途、表面形状測定顕微鏡を用いて測定した表面傾斜角 度θ_x, θ_cとの関係を図 3, 図 4 に示す. 各結晶粒の表面 を一つの平面に近似しているため、相関が完全ではない が、 $\gamma_{zx}/2-\omega_{v}$ と θ_{x} および $\gamma_{vz}/2+\omega_{x}$ と θ_{v} は、いずれも良い 対応を示しており、本研究で用いた結晶粒の塑性ひずみ および回転の評価方法が妥当であることを示している.

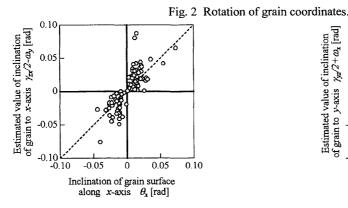
次に、評価の対象とした試験片表面に存在する結晶粒 に関して、提案した手法により3次元的に求めたせん断 ひずみ γ_i と回転 ω_k の関係を図 5 に示す. 図から、引張り に伴う各結晶粒の γ_i と ω_k の間には明確な相関が見られ ないことがわかる.

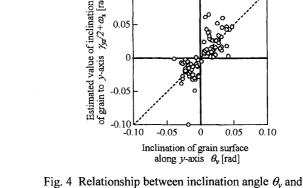
参考文献

近藤了嗣, 阿部武治, 多田直哉, 機論, A 編, Vol. 69, No. 682, (2003), pp. 972-979.



(a) Angles between z" and z'-axes. (b) Angles between x" and x'-axes. (c) Angles between y" and y'-axes.





Tag La

0.05

Fig. 3 Relationship between inclination angle θ_x and $\gamma_{zx}/2 - \omega_{v}$ at macroscopic applied strain $\varepsilon = 0.03$.

0.1

0

Shear strain %

0.2

0.15

0.10

0.05

-0.05 -0.10

Spin around z-axis @z

 $\gamma_{vz}/2 + \omega_x$ at macroscopic applied strain $\varepsilon = 0.03$ 0.15 Spin around y-axis $\omega_{\rm s}$ 0.10 0.05 -0.050.2 -0.10.2 0.1Shear strain 1/2x

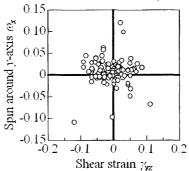


Fig. 5 Relationship between shear strain γ_{ii} and spin ω_k at macroscopic applied strain $\varepsilon = 0.03$.