

528 ECAP 加工 Cu におけるナノ結晶粒の変形および損傷機構の EBSD 観察

名古屋大学 ○木村英彦, 名古屋大 秋庭義明, 名古屋大学 田中啓介
 名古屋大学[院] 石田 崇昭, 名古屋大学[院] 服部 豊

EBSD Analysis on Deformation and Damage Mechanism of Nanocrystals in ECAPed Cu

Hidehiko KIMURA, Yoshiaki AKINIWA, Keisuke TANAKA
 Yutaka HATTORI, Takaaki ISHIDA

1 緒 言

結晶粒をナノメートル・オーダーに微細化する塑性加工法は、既存材料の高強度化を可能とし、高価な添加元素が不要なため低コスト化を実現でき、リサイクル性向上による環境負荷低減にも寄与すると期待される。更に、鉄鋼や銅等の汎用材料をナノ結晶化・超細粒化すれば、過去の膨大なデータを有効活用した材料開発および実用化が可能である。ECAP 法で作製される超細粒材料は結晶粒径がナノメートル・オーダーでありながらバルク材として作製が可能であり、実構造部材としての広い利用が期待される。ECAP 材では数 10 ～ 100nm 程度のナノ結晶粒で発生する粒界すべりおよび比較的粗大な結晶粒における粒内すべりの両機構が重畳すると見込まれ、粒界すべりの検討は今後のナノ結晶材料の開発・実用化に有用な知見を与えると考えられる。本研究では、加工回数を変化させてナノメートル・オーダーの平均結晶粒径を有する ECAP 材を作製した。また ECAP 材の塑性変形挙動を電子線後方散乱 (EBSD) 法により微視的に検討した。

2 試験方法

2.1 材料および引張試験 焼鈍した純 Cu (99.99%) を使用し、加工経路の角度を 90° として加工回数 4, 8 および 12 回の ECAP 加工を行った。加工パスは Rout B_C とし、ECAP 加工を行った素材から放電加工で平板試験片を採取した。表面を鏡面に仕上げた後、クロスヘッド速度 0.2 mm/min で引張試験を行った。塑性ひずみ $\varepsilon_p = 0, 4, 8$ および 16% において試料表面の EBSD 法による結晶方位解析を行った。

2.2 EBSD 観察 結晶粒の方位および粒径を測定するた

め、EBSD 法による結晶方位解析を行なった。走査間隔は 20 ～ 50nm とし、結晶粒は方位差 5° 以上と定義した。塑性変形パラメータとして Grain Orientation Spread (GOS), Grain Average Misorientation (GAM) および Kernel Average Misorientation (KAM) を検討した。GOS は結晶粒内のある測定点と残り全ての測定点間のミスオリエンテーションの平均値であり、粒内の広い範囲に渡るミスオリエンテーションを表す。GAM は結晶粒内における隣接測定点間のミスオリエンテーションの平均値であり、粒内の狭い範囲のミスオリエンテーションを表す。これらの値が大きい結晶粒ほど粒内の塑性変形が大きい。KAM は個々の測定点におけるミスオリエンテーションを表す。

3 実験結果および考察

3.1 ECAP 加工パスの影響 各加工パスにおける EBSD 測定の結果を図 1 に示す。(a) は加工前の焼鈍 Cu, (b) は 4 パス加工後、および (c) は 12 パス加工後の逆極点図のマップである。隣接データ点とのミスオリエンテーションが 5° 以上の場合を粒界と定義し、黒の実線で表した。(a) で顕著に見られる双晶は ECAP 後にはほとんど観察されない。(b) と (c) を比較すると、(b) の方が平均結晶粒径が大きいだけでなく、結晶粒内に方位の分布があり粒界が明確でない領域が多い。これに対し (c) は結晶粒が微細化されており粒界が明確である。また、粒内の方位差が少なく結晶方位が比較的ランダムである。結晶粒径と ECAP 加工回数の関係を図 2 に示す。ECAP 加工前の平均結晶粒径は $350 \mu\text{m}$ 程度であるが、4 パス加工では $1/700$ の 500nm 程度、12 パス加工後には更に 200nm 程度にまで微細化している。結晶粒径に関しては 12 パスが最良と

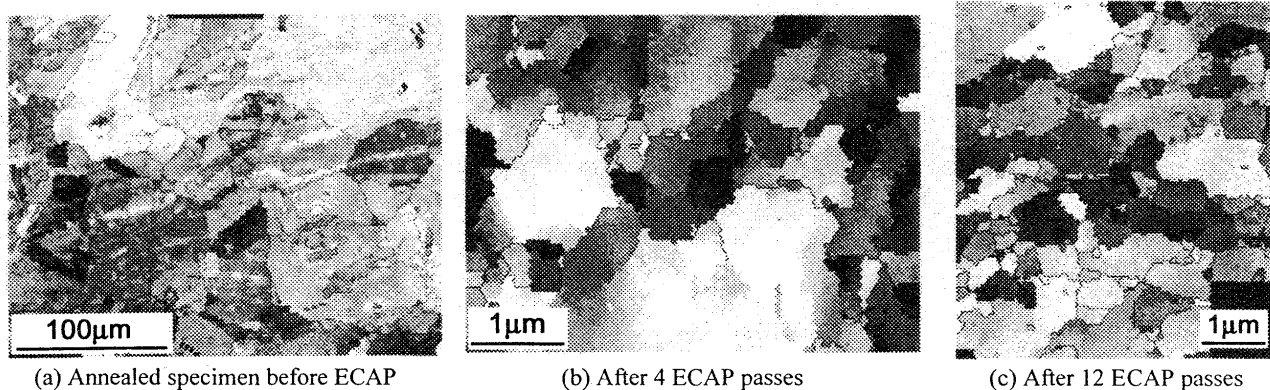


Fig. 1. Inverse pole figure map by EBSD.

いえる。図3に各加工パスにおけるミスオリエンテーションの変化を示す。GOS, GAMおよびKAMはECAPパスが多いほど小さくなった。従って、パス数が大きいほど結晶粒の中で方位差が少ない、つまり粒内ひずみが少ない材料を作製することが可能である。12パスECAP加工において最も結晶粒径が小さく、粒内のひずみが小さいため、以降の試験では12パス材について検討を行った。

3.2 EBSD法によるナノ・スケール観察 測定領域内の個々の結晶粒について、負荷前および各塑性ひずみ ε_p における結晶方位を求めて比較した。代表的な7個の結晶粒の結果を図4に示す。縦軸は同一測定点における負荷前の各 ε_p における結晶方位の差であり、横軸は ε_p である。粒径がナノオーダーの結晶粒の代表的点として測定点1, 2および3を、粒径が $1\mu\text{m}$ 以上の比較的粗大な結晶粒の代表として測定点4, 5, 6および7を示した。粒径が小さい黒マークの3点は、粒径が大きい白マークの4点よりもミスオリエンテーションが増加した。全ての結晶粒内の代表測定点における負荷前と $\varepsilon_p=16\%$ の方位変化を図5に示す。結晶粒径が小さいほど結晶方位の変化が大きい。これは粒内のすべり変形の増大により粒内ミスオリエンテーションが増加したか、粒界すべりによる結晶粒の回転により方位が変化した可能性が考えられる。各結晶粒における負荷前と $\varepsilon_p=16\%$ のGOSの変化

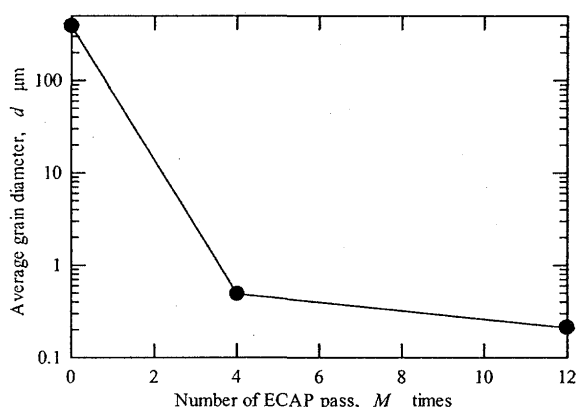


Fig. 2. Relation between average grain diameter and number of ECAP pass.

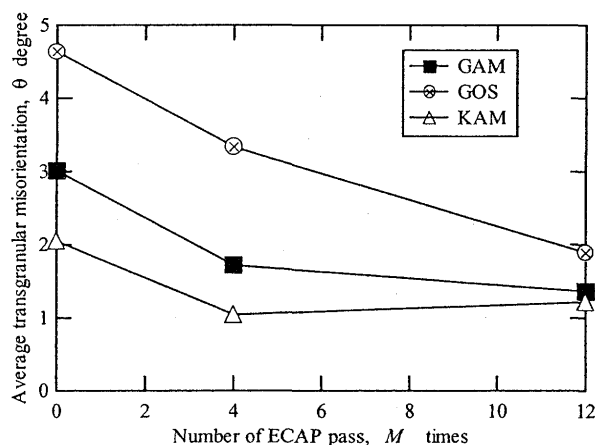


Fig. 3. Relation between average transgranular misorientation and number of ECAP pass.

量を図6に示す。GOSの変化量は結晶粒径が大きくなるにつれて若干上昇している。つまり、ナノオーダーの結晶粒では ε_p の増加と共に同一測定点のミスオリエンテーションは増加しているが、粒内のミスオリエンテーションは粗い結晶粒ほど増加していないため、結晶粒が回転したことが解る。ECAP材において粒界すべりが発生することがEBSDのナノ観察で明らかとなった。

結言・参考文献省略

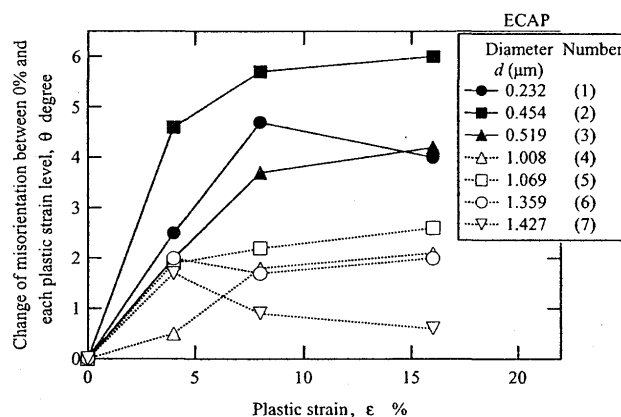


Fig. 4. Relation between misorientation change and plastic strain.

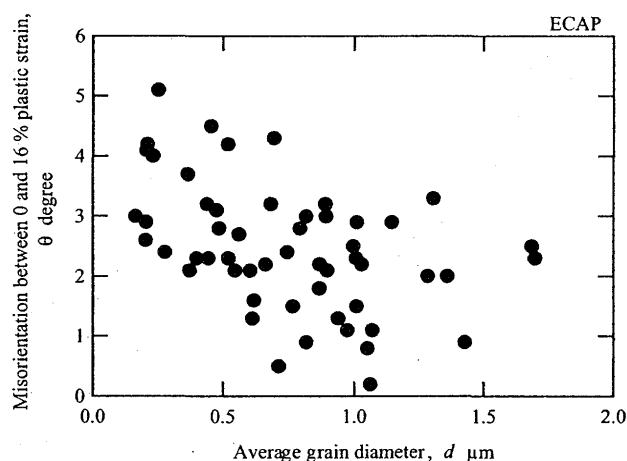


Fig. 5. Relation between change of misorientation and grain size.

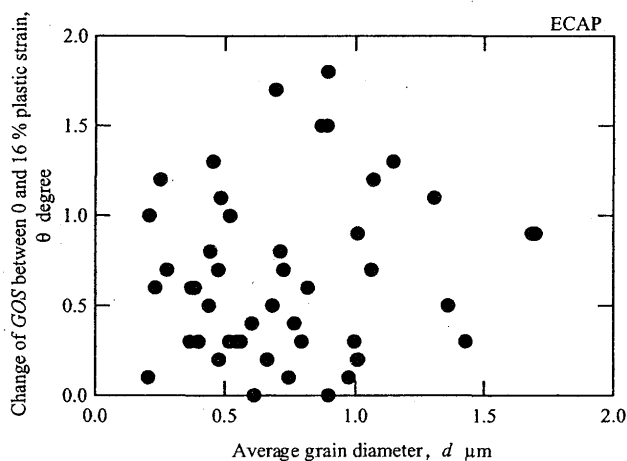


Fig. 6. Relation between change of GOS between 0 and 16% plastic strain and grain size.