

EBSD Analysis of Grain Size Effect on Strength and Deformation

Hidehiko KIMURA, Yoshiaki AKINIWA, Keisuke TANAKA, Takaaki ISHIDA and Kiyohito TSUJI

1 緒 言

金属材料は結晶粒の微細化により機械的・物理的特性を改善することができる。結晶粒をナノメートル・オーダーまで超微細化することで、既存材料の大幅な高強度化のみならず、低コスト化およびリサイクル性向上による環境負荷低減効果も期待される。強ひずみ加工法で作製されるナノ結晶材料の大半が材料の表層 10 μm 程度などの一部に限られるのに対し、ECAP (Equal Channel Angular Pressing) 法で作製される超細粒材料は、ナノ・オーダーの結晶粒を含有するバルク材として得ることが可能であり、実構造部材として広い利用が期待される。機械特性の粒径依存性は Hall-Petch の関係で知られるが、実構造部材で粒径がナノメートル・オーダーとなる領域まで粒径の効果を検討した例はまだ少なく不明な点が多い。また、ECAP 材に特有の微視構造や結晶粒界などの因子を考慮した検討が重要と考えられる。本研究では、平均結晶粒径が 300 nm 程度の ECAP 材料試料を作製した。これを熱処理することにより粒径が約 40 μm の比較材を作製し、粒径の違いによる変形機構の相違を EBSD 法により検討した。

2 実験方法

2.1 材料および ECAP 加工 純銅の圧延材を焼鈍し、経路角度 90°で ECAP 加工を行った。MoS₂ 潤滑にて最大押込み速度 10 mm/min とし、12 パスの Route B_C 加工を行った。ECAP 材の結晶粒径は約 300 nm であった。結晶粒径が約 40 μm の比較材を作製するため、ECAP 材料 (As-ECAP 材) を真空加熱炉において 600°C、1 時間の焼鈍を行った。

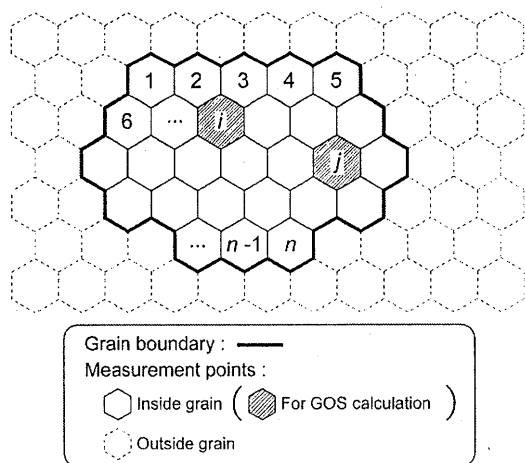


Fig. 1. Definition of grain orientation spread (GOS).

2.2 EBSD 測定 試料表面は機械研磨後、電解研磨により鏡面に仕上げた。EBSD 測定においては結晶粒は方位差 15°以上と定義し、走査間隔は 20 nm とした。塑性変形を表すパラメータとして Grain Orientation Spread (GOS) を計測した。GOS は Fig.1 に示すように、同一結晶粒内において、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る。測定点 i と j の方位差を α_{ij} とし、結晶粒内に n 個の測定点がある場合、この結晶粒の GOS 値は次式となる。

$$GOS = \frac{\sum_{i,j=1}^n \alpha_{ij(i \neq j)}}{n(n-1)} \quad (1)$$

2.3 引張試験 As-ECAP 材においては塑性ひずみ 2, 4, 8, および 16%を、A040 材においては 4, 8, 16, 32 および 42%を与えた。試験片を治具から取り外し、EBSD 測定を行い、再び負荷を行う操作を繰り返した。

3 実験結果および考察

As-ECAP 材および A040 材において、負荷前および各塑性ひずみにおいて GOS の値を求め、全測定結晶粒において平均したマクロ結果を Fig.2 に示す。黒印が A040 材、白印が As-ECAP 材である。双晶を粒内の一部とみなした場合の結果を ■ (□) で、双晶を別の結晶粒とみなして計算した結果を ● (○) で示した。A040 材の ■ では、塑性ひずみが増加しても GOS に顕著な変化が見られない。これは、双晶粒界が 60° と高角であるため、双晶境界を越えて計算される GOS の値が塑性ひずみの増加による GOS の変化量より非常に大きいためである。

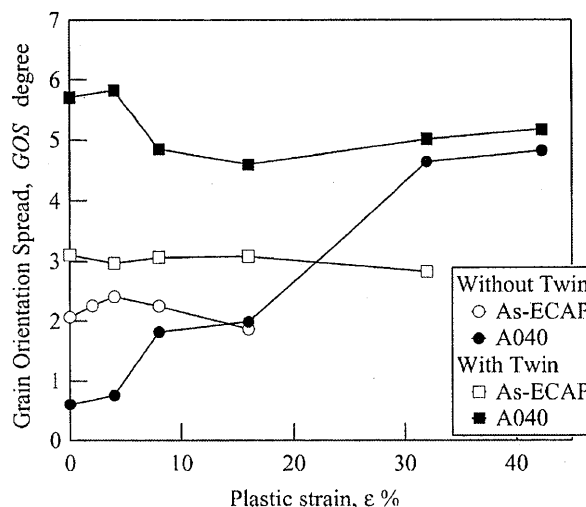


Fig.2 Relation between GOS and plastic strain.

つまり、本材料のように双晶が存在する試料において塑性ひずみを評価する GOS の計算を行う場合には、双晶を別の結晶粒と見なす必要がある。●が双晶を結晶粒として計算した結果である。塑性ひずみの増加と共にほぼ直線的に GOS が増加し、32%以上では約 5° に収束した。これは SUS 等で観察された傾向と同様である。

一方、白印で示した As-ECAP 材の結果では、双晶を結晶粒とみなした場合でもみなさない場合でも、塑性ひずみの増加に関わらずほぼ一定の値となった。これは塑性変形によって結晶粒内の方位差が増加しないことを表しており、粗粒材とは異なる特徴である。As-ECAP 材では、双晶境界は比較的粗大な $1\sim 2\mu\text{m}$ 程度の結晶粒の極一部で観察されるのみである。しかし、その境界における方位差は 60° と大きいため、As-ECAP 材においても双晶を結晶粒の一部とみなした GOS の値は、そうでない場合より 1° 程度大きくなっている。

次に個々の結晶粒におけるミクロな挙動を検討した。A040 材において、負荷前と塑性ひずみ 16% を負荷した後の結晶粒内の同一位置における方位の変化量 θ と、結晶粒径 d の関係を Fig. 3 に示す。A040 材においては θ は d に依存していない。Fig. 4 には負荷前と塑性ひずみ 16% を負荷した後の同一結晶粒における GOS の変化量 ΔGOS と d の関係を示す。 d が大きいほど ΔGOS は大きくなり、右上がりの傾向が顕著である。

同様の結果を As-ECAP 材について Fig. 5 および Fig. 6 に示す。Fig. 5 から明らかなように、 d が小さいほど θ が大きくなっている。これは、結晶粒内のすべり変形の増加により粒内方位差が増加したか、または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。Fig. 6 の結果では、ばらつきは見えられるが、 ΔGOS は d が大きくなるにつれて大きくなると言える。つまり、ナノメートル・オーダの結晶粒では、塑性変形と共に方位変化は増加しているが、粒内の方位差が増加していないため、方位変化は結晶粒の回転が要因であったと言える。このため、Fig. 2 に示したように、塑性ひずみが増加しても粒内の方位差、つまり塑性変形が顕著に増加しないと考えられる。

結言・参考文献省略

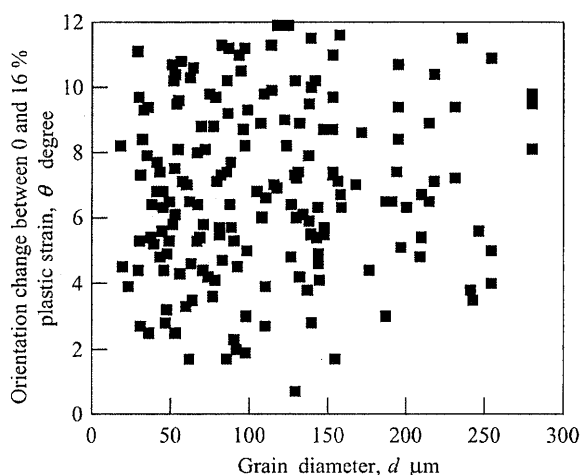


Fig. 3. Relation between orientation change and grain size for A040.

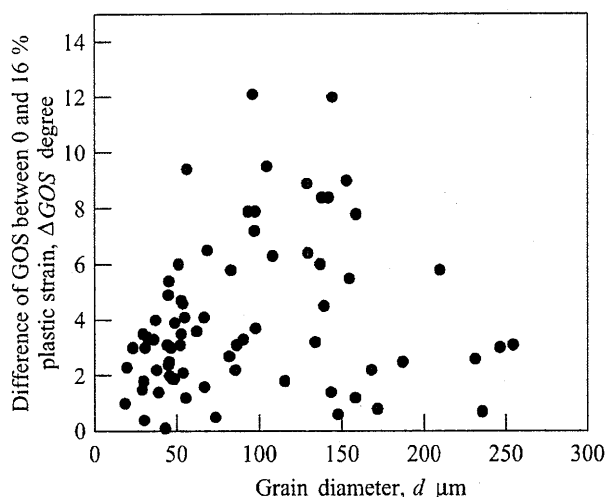


Fig. 4. Relation between ΔGOS and grain size for A040.

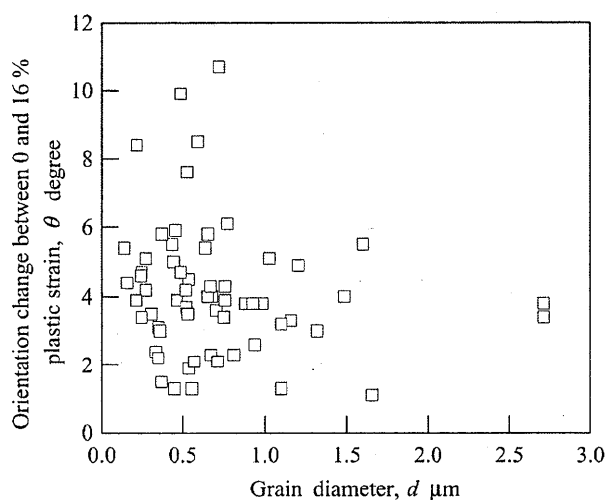


Fig. 5. Relation between orientation change and grain size for ECAP-processed specimen.

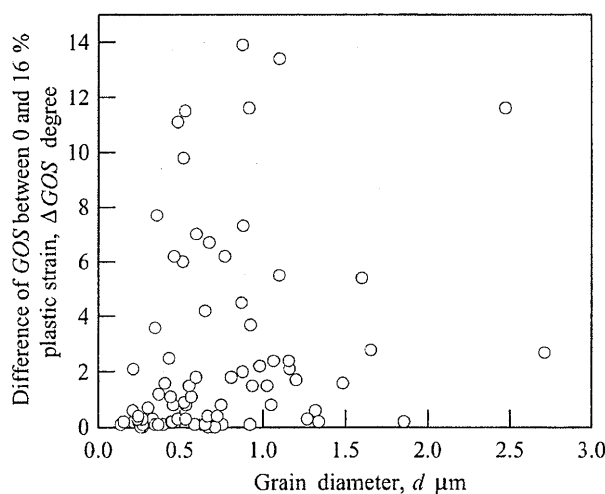


Fig. 6. Relation between ΔGOS and grain size for ECAP-processed specimen.