

ECAP 法による単結晶銅の組織変化と変形双晶

同志社大学[院] ○木下雅人 宮本博之 御牧拓郎
 大阪市立大学 橋本敏 Alexei Vinogradov

Texture development and deformation twinning of copper single crystal Due to ECAP

Masato KINOSHITA, Hiroyuki MIYAMOTO, Takuro MIMAKI,
 Satoshi HASHIMOTO, Alexei VINOGRADOV

1 緒 言

著者らは結晶方位の制御、測定が可能な純銅の単結晶試験片を用いることにより、ECAP加工に対する結晶粒微細化のメカニズムを明らかにする事を目的として研究が行われた。¹⁾そして、ある特定の初期方位を有する試験片において変形双晶が原因と考えられる方位の分散やせん断帯の形成が見られた。しかし変形双晶が生じたという確固たる証拠は得られていない。そこで今回はECAP加工において双晶変形がより生じやすい状況、つまり $[11\bar{2}]$ 方位と (111) すべり面をそれぞれECAP法のせん断方向とせん断面を一致させた試験片(A-試験片)を1パスだけECAP加工を行い、変形双晶が生じるか否かを明らかにすることを目的とする。また $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 方位($11\bar{2}$)方位をTD軸を中心に 180° 回転させた方位と $(11\bar{1})$ すべり面をそれぞれせん断面とせん断方向に一致させた試験片(B-試験片)を同様に1パスだけECAP加工を行い、組織が初期方位の違いによりどのように組織が変化するかについても明らかにする。

2 実験方法

ECAP加工の模式図をFig. 1に示す。

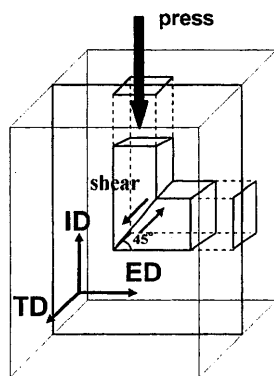


Fig.1 Schematic illustration of a cross-section through the ECAP dies showing the three orthogonal axes.

ECAP加工とは、Fig. 1に示すように入口と出口の形状及び断面積が同一の経路を有するダイスに試料をセットした後、上方からプレスすることで試料がその経路を通過するといった工程で行われる。そして経路の折れ曲が

った狭い領域でせん断変形が試料に与えられ、その強塑性変形によってひずみを導入する。²⁾本研究は、ECAP加工を常温で1パスのみ行った。

試験片には、工業用純銅C1020(純度99.95wt%)の初期方位が異なる2種類の単結晶銅を用いた。

A-試験片の初期方位は、 (111) すべり面方位と $[11\bar{2}]$ 方位を方位制御し、それらをそれぞれECAPの理論上のせん断面とせん断方向にそれぞれ平行にした。次にB-試験片の初期方位は、 $(11\bar{1})$ すべり面方位と $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 方位を方位制御し、それらをそれぞれECAPの理論上のせん断面とせん断方向にそれぞれ平行にした。(A-試験片はせん断方向が双晶方向と一致するのに対してB-試験片はせん断方向と双晶方向が反対となる。)そして放電加工機を用いてそれぞれ断面積を $4.1 \times 4.1(\text{mm}^2)$ 、長さを約25(mm)に加工した。

ECAP加工後の組織を観察するために希硝酸(30%)を用いて試験片表面のエッチングを行い、実体顕微鏡を用いて観察した。次にECAP加工前後での方位変化を調べるため電子後方散乱(EBSD)解析を行った。条件は 50×60 の3200点を $1.5 \mu\text{m}$ 間隔で測定した。そしてTEMを用いて内部組織をTD方向から観察した。

3 結果及び考察

3.1 1パス後の表面観察結果と結晶方位の変化

1パスECAP加工後マクロ組織と (111) 極点図をFig. 2に示す。Fig. 2(a)よりA-試験片の組織は、中央部付近にED軸に対して反時計回りに 20° 傾いた方向に伸びたせん断帯が観察されたが、試料全体では均質な組織であることがわかる。Fig. 2(b)よりB-試験片の組織は、試料の中央部付近にED軸に対して反時計回りに $20^\circ, 40^\circ$ 傾いた方向に伸びたせん断帯のはっきりと観察された。各試験片における1パスECAP加工後の結晶方位変化(極点図)をFig. 2下部に示し、それぞれ①～④の極点図は画像に示す位置の極点図である。A-試験片では、結晶組織がTD軸を中心に反時計回りに回転することにより初期方位である $\bar{A}$ ($11\bar{1}$) $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 方位がC (001) $[110]$ 方位に変化した。また 20° 傾いたせん断帯が $\bar{A}$ ($11\bar{1}$) $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 方位を有し、マトリックスがC (001) $[110]$ を有していることが分かった。(図省略)

B-試験片では,初期方位であるA (111) [11 $\bar{2}$]方位が $\bar{A}$ (11 $\bar{1}$) [$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$]方位とC (001) [110]方位に変化した. また20° 傾いたせん断帯がA (111) [11 $\bar{2}$]方位を有し,40° 傾いたせん断帯とマトリックスが $\bar{A}$ (11 $\bar{1}$) [$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$]方位を有していることが分かった. (図省略)

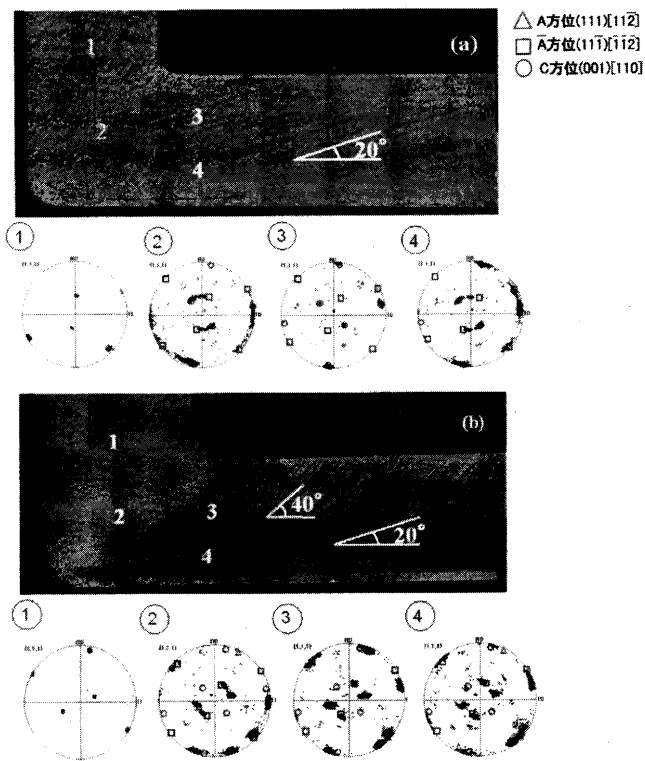


Fig.2 After pressing half-way through the ECAP die and pole figures associated with the points labeled 1-4 in the upper cross-section. (a)A and (b)B-specimen

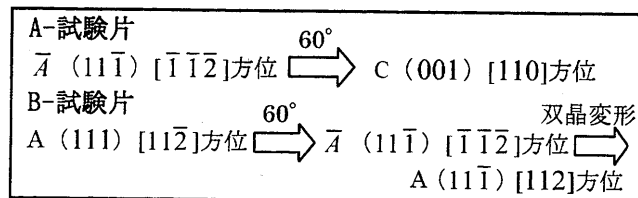


Fig3. The orientations of A and B-specimen after pressing.

3.2 1パス後の TEM 観察結果

各試験片の ECAP 加工 1 パス後の TEM 観察結果を Fig. 4 に示す.

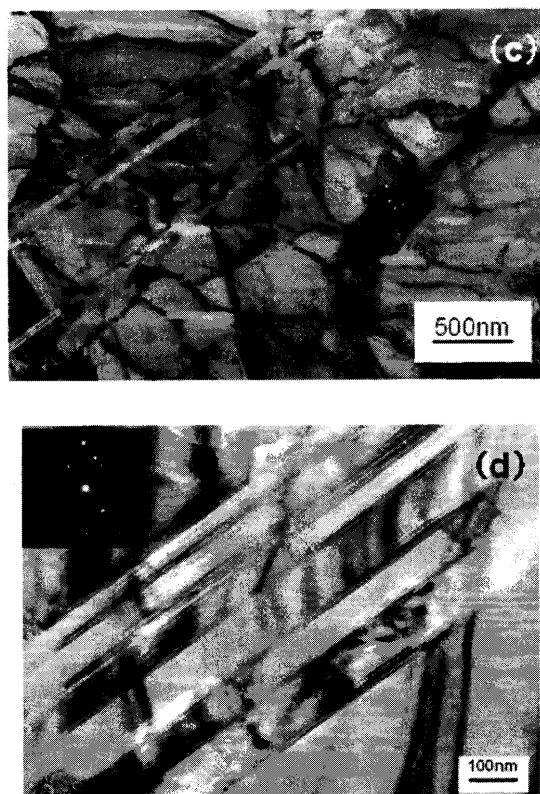
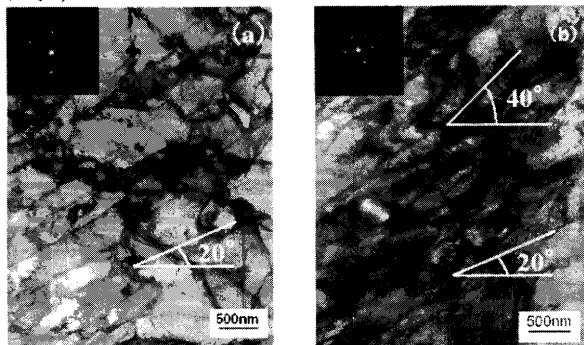


Fig.4TEM micrographs of A-specimens and B-specimens. (a) the microstructure of A-specimens, (b), (c) and (d) the microstructure of B-specimens. The inset SAD pattern with a zone axis [110].

Fig. 4(a) より A-試験片の結晶組織の一部が ED 軸に対して反時計回りに約 20° 傾いた方向に伸びていた. その構造はマイクロバンドが約 500nm の間隔で並んでいる. このマイクロバンドは, 実体顕微鏡で観察されたせん断帯と対応している. Fig. 4(b) より B-試験片の結晶組織の一部が ED 軸に対して反時計回りに約 20° と 40° に傾いた方向に伸びていた. その構造はマイクロバンドが 50-150nm の間隔で並び, 房状の構造を有している. この 2 種類のマイクロバンドは, 実体顕微鏡で観察された 2 種類のせん断帯とそれぞれ対応している. 次に Fig. 4(c), (d) に示すように B-試験片の 40° 傾いたせん断帯内部のマトリックス部分において, 双晶が観察された. そして双晶は, 厚さが約 40nm から 100nm であり薄層状の構造を有している. 双晶と 40° 傾いたせん断帯との関係は, A (111) [11 $\bar{2}$]方位が結晶組織の回転によりせん断方向と双晶方向が一致した $\bar{A}$ (11 $\bar{1}$) [$\bar{1}\bar{1}\bar{2}$]方位に変化する. そして双晶変形が生じることにより, すべり系が限定され不均一変形が発生し局部的に非常に高いせん断ひずみが導入される. その結果せん断帯が生じたと考えられる.

参考文献
省略