

## 二つの平行な粒界を有する銅三重結晶の 繰返し硬化特性

金沢大学[院] 学○石川 信之  
金沢大学 正 門前 亮一

金沢大学 正 兼子 佳久  
金沢大学 正 北川 和夫

### 1. 緒言

多結晶材料のパウシンガ効果の原因として、二つの機構が主に挙げられている<sup>(1)</sup>；すなわち、降伏応力の異なる結晶間に生じる内部応力と転位間に働く長範囲の弾性的相互作用である。しかしながら実際の材料内では、それらの因子がそれぞれどの程度寄与しているのかは不明である。単結晶でみられるパウシンガ効果は上述の転位間の相互作用に起因すると考えられており、また内部応力の効果は多結晶だけで現れるので、多結晶内のパウシンガ効果の原因を理解するためには単結晶およびそれから構成され荷重軸に平行な粒界を有する双結晶の両方を用いた研究が有効であると思われる。ただし、構成結晶の流動応力が異なる場合、双結晶試験片に曲げモーメントが作用する可能性があるので、本研究では荷重軸に平行な2つの粒界に区切られ、両端の結晶粒の荷重軸方位が等しい銅三重結晶試験片を用いた。繰返し変形試験における硬化やヒステリシスループ形状の変化を単結晶試験片の結果と比較・検討することによって、三重結晶のパウシンガ効果の原因を解明することを試みた。

### 2. 実験方法

無酸素銅(純度 99.997%)素材から、Bridgman 法により銅三重結晶を作製し、放電加工により試験片(ゲージ部形状； $16 \times 6 \times 5\text{mm}^3$ )を切り出した。機械研磨および電解研磨により試験片表面を鏡面状態に仕上げた後、1083K, 2hr の真空焼鈍を行い加工ひずみを除去した。Figure 1 に三重結晶の結晶方位を示す。三重結晶は両端に引張軸<100>の結晶 A、中央に引張軸<123>の結晶 Bを平行に配置した。ゲージ部の各結晶の体積の比は A:B:A=約 1:2:1とした。また、結晶 A,B と同じ方位を有する単結晶試験片(単結晶 A および B)も用意した。本研究では全ひずみ振幅制御下で室温、大気中で $10^4$ サイクルまで疲労試験を行った。またひずみ振幅は  $\epsilon_t = 0.1\%, 0.2\%$  の2種類を用いた。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1. 繰返し硬化曲線

Figure 2 に各ひずみ振幅下における繰返し硬化曲線を示す。すべての試験片で硬化曲線は硬化段階と飽和段階から構成された。両ひずみ振幅下において単結晶

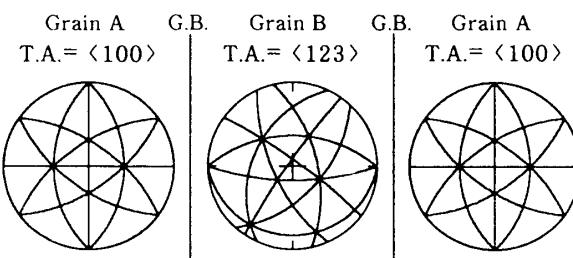


Fig.1 Stereographic projections of orientations of tricrystal.

晶 A は単結晶 B よりも早く飽和応力に達した。これは、引張軸<100>の多重すべり方位では形成される単位内部構造が单一すべりの場合と異なり、硬化率も高くなるという銅単結晶の結果<sup>(2)</sup>とも一致している。一方、飽和時の応力は  $\epsilon_t = 0.1\%$  では、単結晶 A が高かつたが、 $\epsilon_t = 0.2\%$  では単結晶 B のほうが高くなつた。これは単結晶 B は単一すべり方位なので、両ひずみ振幅が plateau 領域に属しており、飽和応力が増加しなかつたことから理解できる。

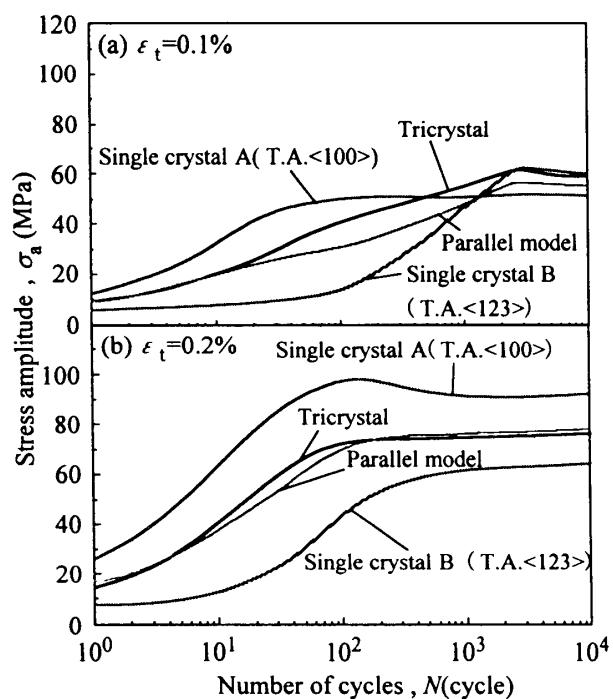


Fig.2 Cyclic hardening curves of single crystal, tricrystal and parallel model of tricrystal calculated using results of single crystals at (a)  $\epsilon_t = 0.1\%$  and (b)  $\epsilon_t = 0.2\%$ .

三重結晶の繰返し硬化曲線は、両ひずみ振幅下ともに単結晶AとBのそれらのほぼ中間に位置していた。また単結晶A,Bの結果から得られる三重結晶並列モデルの硬化曲線は、 $\varepsilon_t = 0.1\%$ においては実際の三重結晶が幾分大きかったが、ほぼ一致していた。したがって、粒界での不適合の影響は多少あると思われるが、三重結晶の応力振幅に関しては構成結晶の複合則がほぼ成立と言える。

### 3.2. ヒステリシスループ形状

ヒステリシスループの形状を定量的に評価するために(1)式で定義されているバウシンガエネルギーパラメータ $\beta_E$ <sup>(3)</sup>を計算した。

$$\beta_E = (4\sigma_p \varepsilon_{pl} - \oint_{loop} \sigma d\varepsilon) / \oint_{loop} \sigma d\varepsilon \quad (1)$$

ここで $\sigma_p$ は応力振幅、 $\varepsilon_{pl}$ は塑性ひずみ振幅である。Figure 3に $\varepsilon_t = 0.2\%$ における単結晶および三重結晶試験片の $\beta_E$ 値の変化を示す。単結晶Aはやや複雑な $\beta_E$ の変化を示したが、両単結晶試験片ともに $\beta_E$ 値は0.1~0.4程度であった。しかしながら、三重結晶の $\beta_E$ 値は0.6~1.0程度の単結晶に比べかなり大きな値となった。したがって多結晶化(三重結晶化)することによって結晶間の内部応力が発生したと考えられ、それによってバウシンガ効果は構成単結晶に比べて2倍程度大きくなることが $\varepsilon_t = 0.2\%$ では認められた。

Figure 4に各ひずみ振幅における三重結晶の $\beta_E$ 値の変化を示す。三重結晶における $\beta_E$ 値は構成単結晶とは傾向が全く異なる特徴的な変化を示した。三重結晶の $\beta_E$ 値やその変化は、単結晶の $\beta_E$ 値を単純に平均したものとは一致しないので(Fig.3), 本研究では単結晶試験片の個々のヒステリシスループを合成することによって三重結晶の並列モデルでの $\beta_E$ 値を計算した(Fig.4)。並列モデルの $\beta_E$ 値は、両ひずみ振幅下で実験を通して実際の三重結晶よりも少し大きくなつたが、その繰返し変形とともに変化は特徴的な三重結

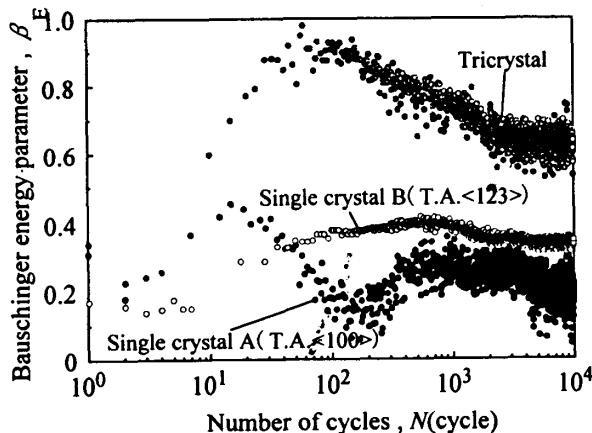


Fig.3 Variation in Bauschinger energy parameter at  $\varepsilon_t = 0.2\%$

晶の変化と定性的に類似していた。すなわち, Fig.4(a)に見られるように、100cycle付近で極大値となり、その後3000cycle付近において急激に減少するといった複雑な変化が、個々のループを合成することによって得られた。したがって本研究の三重結晶におけるバウシンガ効果の特徴的な変化は、粒界の影響ではなく構成単結晶の繰返し硬化過程の違いに起因していると考えられる。また、実際の三重結晶と並列モデルとの $\beta_E$ 値の大きさに差があったことから、粒界のバウシンガ効果に対する影響は認められるが、粒界が存在することによって $\beta_E$ 値が低下する機構については現在のところ不明である。

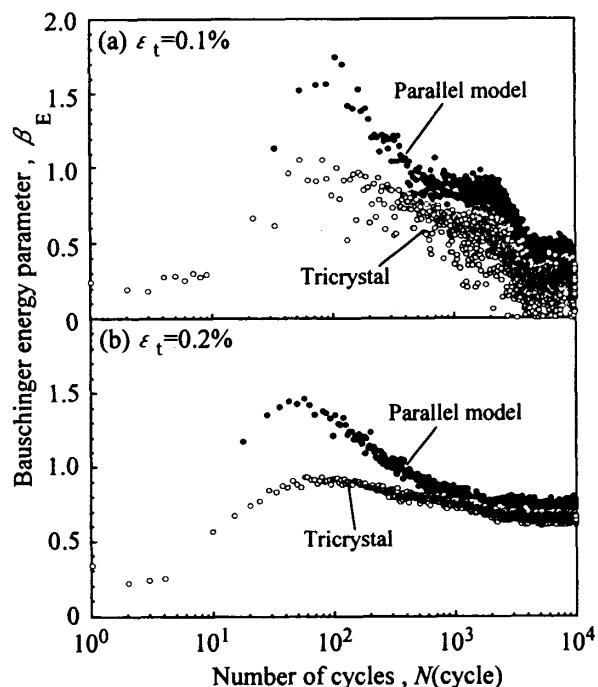


Fig.4 Comparison between Bauschinger energy parameters of tricrystal and parallel model at (a)  $\varepsilon_t = 0.1\%$  and (b)  $\varepsilon_t = 0.2\%$ .

### 4. 結言

(1)  $\varepsilon_t = 0.2\%$ のひずみ振幅下では、バウシンガ効果は三重結晶化することで構成単結晶のそれに比べかなり大きくなつた。

(2) 構成単結晶から得られた個々のヒステリシスループを合成することによって実際の三重結晶と類似したバウシンガエネルギー・パラメータの特徴的な変化を得ることができた。

### 参考文献

- 1) A. Abel, Materials Forum., **10**, 11, (1987).
- 2) N. Y. JIN and A. T. Winter, Acta Metall., **32**, 1173, (1984).
- 3) A. Abel, Mater. Sci. Eng., **36**, 117, (1978).