

金沢大学[院] 学○丸山 武士  
金沢大学 正 兼子 佳久

金沢大学 正 門前 亮一  
金沢大学 正 北川 和夫

## 1. 緒言

材料の変形特性はそれに含まれる粒界の性格に依存する。単一すべり方向を有する結晶において、Austら<sup>[1]</sup>は双結晶の引張降伏応力および加工硬化率は方位差とともに大きくなることを報告した。また、Limら<sup>[2]</sup>はNi双結晶の引張において、互いに隣接する結晶のすべり方向が共通でそれが粒界面に含まれる場合、すべり方向が共通でない場合に比べて粒界でのすべりが連続する頻度が高いことを示した。

一方、粒界に集積した転位は逆変形時に降伏を助けるので、一方向変形では見られなかった粒界の影響が繰返し変形では期待される。

ところで、構造材料は様々な加工によるひずみを導入された状態で使用されることが一般的である。このような予ひずみを受けた材料の繰返し変形挙動を調査することは工学的に重要である。

本研究では、銅双結晶の繰返し変形において応力振幅、バウシinger効果に着目し、粒界と予ひずみの関連性について調査した。

## 2. 実験方法

純度99.997%の無酸素銅を用いてBridgman法により銅双結晶を作製した後、それらを放電加工機により試験片形状に切り出した。表面は機械研磨および電解研磨によって鏡面状態に仕上げた。その後、1073K、2hrの焼鈍を行い加工ひずみを除去した。

図1に双結晶試験片の方位関係の模式図を示す。Bicrystal Sでは、粒界をはさんで隣接する両結晶の主すべり方向が共通であり、それらが粒界面内に位置している。このような双結晶における変形ではらせん転位が容易に粒界面を通過すると考えられる。一方、Bicrystal Eでは両結晶ですべり方向が共通でないために、刃状転位が粒界に堆積することが期待される。次に予ひずみが繰返し変形特性に与える影響を調べるために、上記の試験片に引張による40%の予ひずみを導入した。繰返し変形試験は引張-圧縮の定塑性ひずみ振幅下( $\gamma_{pl} = 0.2\%$ )で $10^4$ サイクルまで行った。繰返し変形中のヒステリシスループの形状を評価するために、式(1)で与えられるバウシingerエネルギーパラメータを計算した。

$$\beta_E = \left( 4\sigma_p \epsilon_{pl} - \oint \sigma d\epsilon \right) / \oint \sigma d\epsilon \quad (1)$$

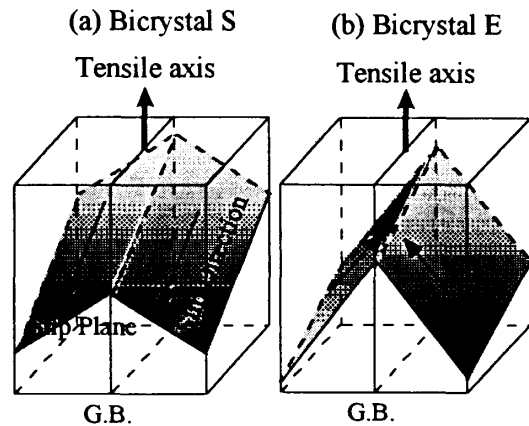


図1 双結晶の主すべり系の模式図

## 3. 実験結果

### 3.1 繰返し硬化および軟化曲線

図2に各試験片の繰返し硬化および軟化曲線を示す。焼きなまし材では、応力振幅は繰返し数とともに増加した後、一定値に飽和した。飽和せん断応力はBicrystal SおよびBicrystal Eそれぞれ28MPaおよび29MPaと見積もられた。実験方法で述べた転位の粒界の通過・堆積を考慮することでこの違いは理解できる。

一方、予ひずみ材は繰返し軟化挙動を示した。最初のサイクルにおける応力振幅は引張予ひずみ試験終了時の応力とほぼ一致していた。Bicrystal Eの最初のサイクルの応力値はBicrystal Sのそれより大きく、その応力値の差は繰返し数が増加するにつれて減少し、約 $10^3$ サイクルから応力振幅はほぼ同じになった。軟化率は繰返し変形とともに徐々に低下したが、 $10^4$ サイクルを終えても試験片は軟化しつづけ、応力振幅は飽和しなかった。試験終了時の応力振幅は26MPaであり、焼きなまし材のそれに比べ低かった。

### 3.2 ヒステリシスループ

図3にヒステリシスループ形状の繰返し数の増加にもなう変化を式(1)より計算した $\beta_E$ を用いて示す。この値が大きいことは、ヒステリシスループが先の鋭い形状であることを意味している。

焼きなまし材において、特徴的な $\beta_E$ の変化が確認

できた。 $\beta_E$  は繰返し数とともに増加し、いったん極大値に達した後、再び減少・飽和するという変化が共通に見られた。これは Abel<sup>[3]</sup>が銅単結晶の繰返し変形を行い得た結果と同様の変化であった。また、Bicrystal E の  $\beta_E$  値は Bicrystal S のそれよりも実験を通して大きく、飽和時の値は Bicrystal S および Bicrystal E でそれぞれ約 0.15 および 0.28 であった。このことも応力振幅と同様に、Bicrystal S では転位が粒界を通過しやすいことと一致する。予ひずみ材では、焼きなまし材に見られた特徴的な変化は見られずに、繰返し数とともに実験終了まで緩やかに増加を続けた。Bicrystal E の  $\beta_E$  値は Bicrystal S のそれよりいくぶん大きい、それらの差は焼きなまし材のそれと比べ小さかった。このことより、予ひずみの導入は、繰返し変形挙動に対する結晶粒界の影響を少なくすることが判明した。

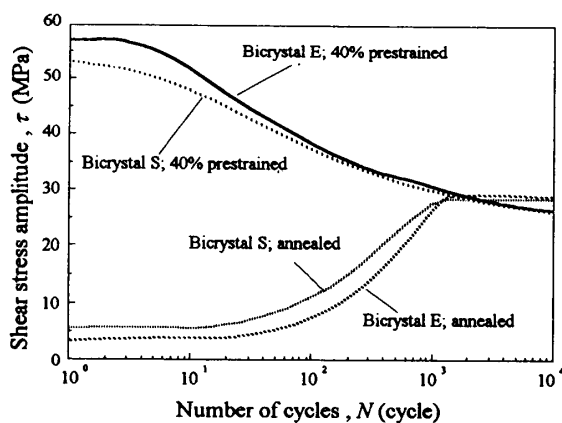


図2 繰返し硬化および軟化曲線

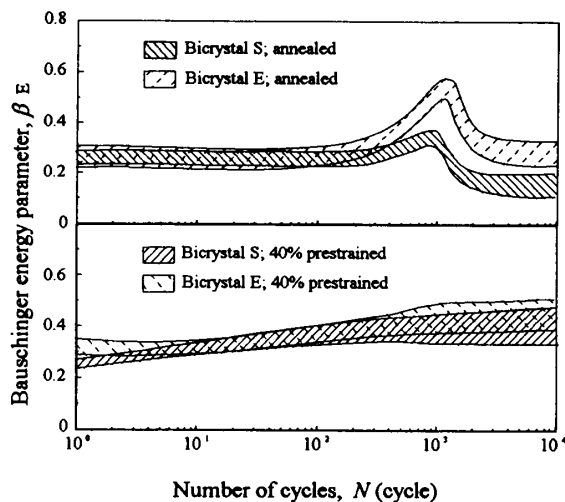


図3 繰返し変形にともなう  $\beta_E$  の変化

### 3.3 PSBs の分布形態

図4に  $10^4$  サイクル終了後の Bicrystal S の表面の SEM 写真を示す。焼きなまし材、予ひずみ材ともによく発達した固執すべり帯(persistent slip bands; PSBs)がみられる。両試験片ともに左右結晶の PSBs が結晶粒界でよく連続しているのが確認できたが、その分布形態には違いが見られた。焼きなまし材では、幅広の PSBs が不均一に分布している。これに対し予ひずみ材では、細く短い PSBs が比較的均一に分布していた。

## 4. 結言

引張の予ひずみを導入した銅双結晶を用いて繰返し変形を行った結果、以下のことが判明した。

- (1)予ひずみの導入によって、いずれの双結晶も繰返し軟化挙動を示した。また、すべり系間の幾何学的関係に帰因したひずみ硬化の差によってもたらされた初期の応力振幅の差は繰返し変形にともない減少していった。
- (2)予ひずみの導入によって、 $\beta_E$  値の極大値は見られなくなった。また  $\beta_E$  の大きさに対する粒界の影響は低くなった。
- (3)予ひずみの導入によって、PSBs は細く、均一に分布した。

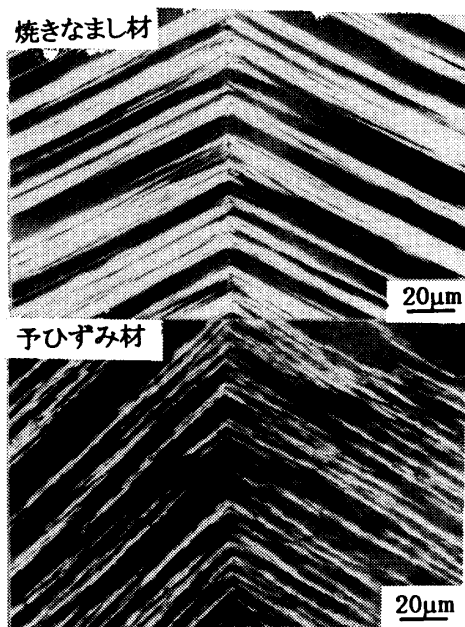


図4 Bicrystal S の表面の SEM 写真 (N=10000)

### 参考文献

- [1]K.T.Aust and N.Kchen:Acta Met.,2,(1654),632.
- [2]L.C.Lim and R.Raj:Acta Met.,33,(1985),1577.
- [3]A.Abel:Mat.Sci.Eng.,36(1978),117.