409 レーザ顕微鏡による多結晶銅の繰返し塑性変形の観察

Observation of Cyclic Plastic Deformation of Polycrystalline Copper
by Laser Scanning Microscope

○学 神崎紀久 (岡山大院) 正 阿部武治 (岡大自然科学, 地域共同研究センター)
正 多田直哉 (岡大工) 正 清水一郎 (岡大自然科学)

Norihisa KANZAKI, Takeji ABE, Naoya TADA and Ichiro SHIMIZU

Graduate School of Natural Science and Technology, Okayama University, Tushima-naka3-1-1, Okayama

Key words: Plasticity, Surface Roughness, Bending, Cyclic Deformation, Polycrystalline Copper, Laser Scanning Microscope

1. 緒言

多結晶金属材料を塑性変形させると自由表面に表面あれが発生する。この表面あれは、結晶粒の異方性および介在物の存在などが大きな影響を与えることが、塑性変形の進行に伴う微細な変化を調べた多くの研究から知られている。しかし、それらの研究は主に一方変形によるもので、繰返し塑性変形の例は極めて少ない。また、その変形挙動には微視的な表面形状が繰返しに伴ってどのように変形するかなど、未だ不明な点も多い。そこで先に、四点曲げ試験による繰返し塑性変形を与えた純鉄と工業用純銅の自由表面を触針式表面粗さ計で測定した。しかし、純鉄に比べ結晶粒径の小さかった純銅に対しては、広い測定領域による表面あれ形状を調べたものだけで、局所的な観察はされていない。そこで本研究では、より微細で高精度な変形挙動を調べるために、共焦点画像および3次元表面あれ形状が容易に観察できる走査型共焦点レーザ顕微鏡を用いて、繰返し負荷を与えた多結晶銅の自由表面における3次元表面あらしや微視的凹凸の変化、および結晶粒形状の変化などを追跡することを目的とした実験および考察を行う。

2. 実験方法

供試材には工業用純銅 (純度 99.95%) を用い、試験片は Fig.1 で示す形状である。試験片は両表面を手研摩により鏡面に仕上げた後、真空焼鈍炉で 600℃、1 時間保持して残留応力を除去する。その後、電解研磨、化学腐食により結晶粒界を確認できるようにした。その後、ひずみ測定用および観察領域の目印として両表面中央部に圧痕をつけた。

Fig.1 Specimen (Unit:mm)

繰返し曲げには、試験片の両端に治具を取り付け、圧縮試験機 (東京衡機製) を用いて、支点間距離 120mm、196mm の四点曲げ試験を行う。ひずみ負荷毎に試験片治具より試験片を取り外し、レーザ顕微鏡による観察を繰返す。負荷反転の基準は除荷時における試験片の曲げ角度を用い、最初の 1 サイクルにおける試験片表面の残留塑性ひずみ $\pm 2\%$ に相当する曲げ角度 161° を採用した。実際のひずみ値は圧痕の距離を測定して求める。

観察には走査型共焦点レーザ顕微鏡 (オリンパス光学工業 (株) 製: OLS1100) を使用し、試料台には治具を作製し、微動 x・y ステージを取り付けた。OLS1100 での観察より結晶粒形状や表面状態の変化、また、微視的な凹凸の変化を観察する。観察領域は $256 \times 192 \mu\text{m}$ で、この領域を 9 枚に分けて観察した。

3. 実験結果と考察

繰返し負荷に伴う試験片表面の真ひずみ ϵ の推移を Fig.2 に示す。ひずみの推移は最初の 2 サイクル程度までは目的の 2% になったが、次第に引張の方に傾いている。これは先の実験と同様に残留塑性曲げ角度を負荷反転の基準としたためである。

Fig.2 Change in true strain on surface

観察を繰返した結果、2 サイクル目を越えるあたりから結晶粒内部に徐々に増加するすべり線が確認できた。一度確認されたすべり線はひずみを除去しても像が消えることはなかったが、個々の段差は減少していた。Fig. 4 には Fig. 3 における領域の3次元表面あれ形状の変化を示す。この図では白い部分が高く、黒い部分は低いことを示している。Fig. 4 を見ると、繰返しの初期における表面の凹凸は、数個の粒が連結して傾斜を成している (Fig. 4(a) と (b))。しかしサイクル数が増えるにつれ、すべり線が現れた結晶粒に関しては粒内で大きな傾斜をもち、また、その他の結晶粒に対しても個々の粒での段差が顕著に現れてくる (Fig. 4(c))。さらに負荷ひずみが反転することにより隣り合う粒の相対的な上下が反転する箇所も認められた (図のほぼ中央の粒など)。このことから、引張、圧縮の変形方向によって優先的に上下移動する結晶粒が存在することが分かった。その他の詳細な結果は、講演当日に発表する。

終わりに、試料台ステージの作製に協力された岡山大学工学部佐藤哲也技官に謝意を表します。

Fig. 3 Photograph of initial surface of copper by laser scanning microscope (128×96 μm area)

(a) 1/4 cycle ($\epsilon = -0.021$)

(b) 3/4 cycle ($\epsilon = 0.018$)

(c) 4-1/4 cycle ($\epsilon = -0.015$)

(d) 4-3/4 cycle ($\epsilon = 0.028$)

Fig. 4 Change in three-dimensional shape of roughened surface during cyclic bending