

高分解能観察を利用した銅合金凝固時の
デンドライト溶断現象のその場観察
**In-situ Observation of Dendrite Fragmentation of Copper Alloys
Using High Resolution Observation**

小森 康平, 浦川 裕翔, 西村 友宏
Kohei Komori, Yutaka Urakawa, Tomohiro Nishimura

(株)神戸製鋼所
Kobe Steel, Ltd.

銅合金の凝固過程におけるデンドライト溶断への合金成分および冷却速度の影響を明らかにすることを目的として、時間分解 X 線イメージングによって所定の条件で銅合金の凝固をその場観察した。実験は BL20B2 の高輝度単色光を用い、毎秒 1 枚の時間分解でせん断変形の過程を撮影した。今回、Cu - 0.1 mass% Fe - 0.03 mass% P において一度生成したデンドライトが溶断し、その凝固組織が柱状晶から等軸晶に変化する様子が観察できたとともに、溶断発生に冷却速度依存性があることを明らかにした。

キーワード： 銅合金、デンドライト、溶断、凝固組織制御溶断、その場観察

背景と研究目的：

電子デバイスは、コンピューター、自動車、医療機器、ATM などで幅広く使用されており、現代社会に必須の材料である。電子デバイスが担う役割は IoT 普及や車両電動化、CO2 排出量削減への需要増加などに伴って大きくなるが、電子デバイスの性能には通電材料となる銅合金の特性向上が直接的に作用する。そのため、銅合金の特性向上のための成分設計や組織制御の技術を開発することは、電子デバイス産業分野における日本の競争力強化に繋がる。

銅合金の特性を最大限発現させるためには組織制御が重要であり、溶解・ casting 工程においては凝固組織微細化による偏析の低減や強度向上などが一般的に有効な手段となる。アルミ合金においては TiB₂ 添加などの異質核生成が挙げられるが、微細化剤の成分が不純物となり得るとともに他合金系では有効な微細化剤の報告例が少ない。そのため、凝固過程の理解を深めることで最適な casting 条件の提示および凝固組織制御が重要となる。

放射光を用いた時間分解 X 線イメージングによる凝固その場観察は凝固過程を実証的に把握する上で有益な手法として確立されている[1]。また、凝固過程においてデンドライトアームが溶断する特異的な現象の観察例[2]やそれによる等軸晶生成の報告例[3]もある。そこで、本研究では銅合金におけるデンドライト溶断に対する成分や冷却速度の影響を明らかにすることを目的として、種々の銅合金の凝固過程をその場観察した。

実験：

観察に用いた試料は Cu をベースに、Fe や P、Sn を微量添加元素として加えた銅合金である。試料形状は 8 mm x 8 mm x 0.1 mm の薄膜状とした。この形状にすることで、十分な透過強度を確保でき、凝固過程における固相と液相とのコントラスト差を検出することが可能となる。

実験は BL20B2 にて実施した。X 線の入射側から、1) 光源、2) モノクロメーター、3) X 線シャッター・スリット、4) 吸収板、5) 真空チャンバー(炉+試料)、6) 検出器(透過像)を配置した。

試料を一定速度で室温から加熱して熔融させ、所定の冷却速度における凝固過程を観察した。観察は毎秒 1 枚の時間分解で実施した。X 線のエネルギーは 28 keV とした。

試料を透過し十分な透過強度を確保できる高輝度で高平行度な単色光は SPring-8 以外では使用できないため、他の放射光施設での実施は行っていない。

結果および考察：

Cu - 0.1 mass% Fe - 0.03 mass% P 合金を 10 K/min で冷却したときの凝固過程を図 1 に、100 K/min で冷却したときの凝固過程を図 2 に示す。加熱度は 0 K とした。

図 1(a)は凝固前であり、試料全体が液相である。その 4 秒後(図 1(b))においてデンドライトが生成していることから凝固が開始していることが確認できる。しかし、その 6 秒後(図 1(c))において生成したデンドライトの一部が溶断し、さらに 10 秒後(図 1(d))において溶断したデンドライトが降り積もることで等軸晶のように凝固する様子が観察された。一方、冷却速度が大きい図 2 においては、生成するデンドライトが溶断せず、柱状晶を保ったまま凝固が完了する様子が観察できた。

この結果より、試料セル内における溶湯の対流や温度勾配がほとんどないことから、デンドライト溶断には凝固時の冷却速度が寄与することが明らかとなり、振動や超音波といった外力的要因がなくてもデンドライトの溶断が発生することが確認できた。今回の観察結果は、実操業において微細化剤や追加設備を用いずとも、適切に温度制御することで凝固組織の等軸晶化を実現できる可能性を示している。

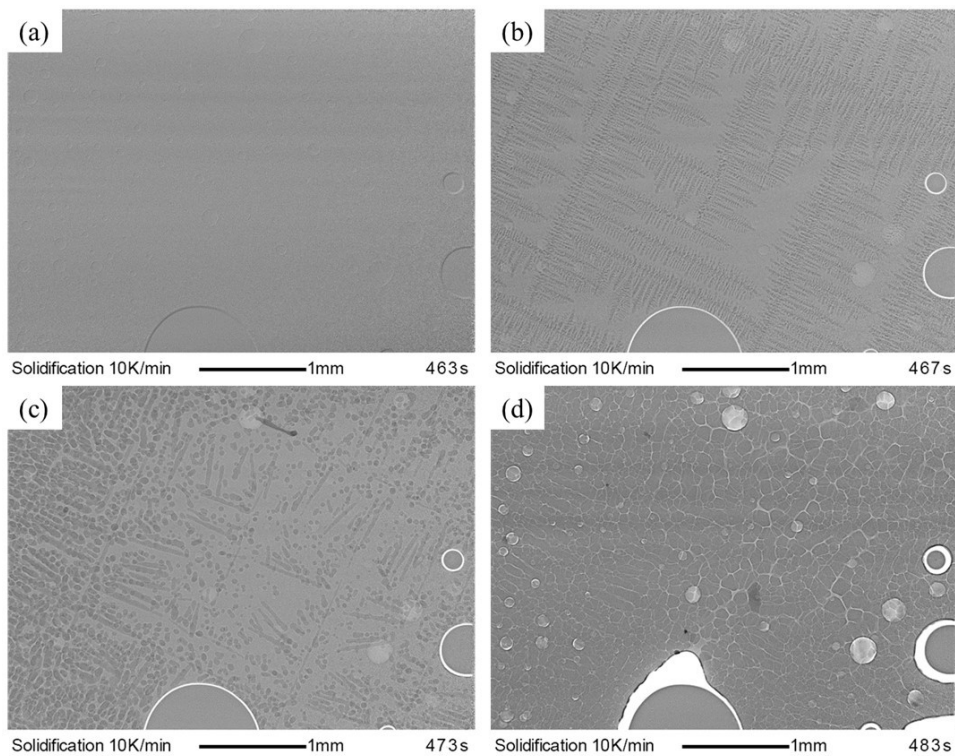


図 1. 冷却速度 10 K/min での凝固過程観察透過像

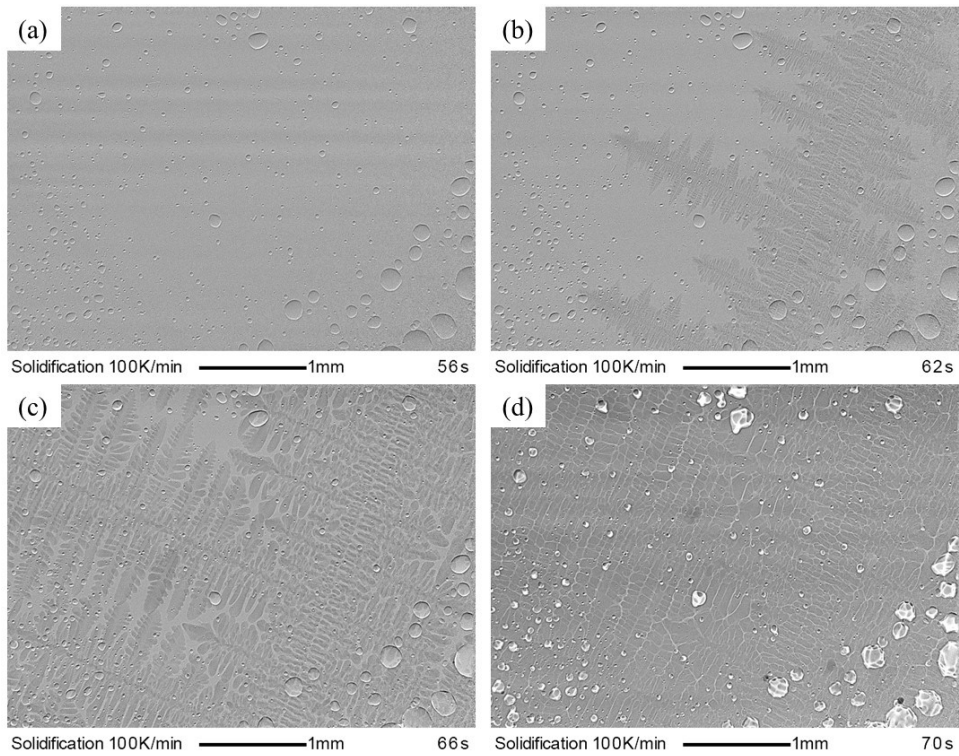


図 2. 冷却速度 100 K/min での凝固過程観察透過像

今後の課題：

今回添加しなかった元素による効果やより幅広い冷却速度による実験結果の解析も進め、実業への適用可否を調査していく予定とする。

参考文献：

- [1] H. Yasuda et al., *ISIJ Int.*, **51**, 402 (2011).
- [2] D. Ruvalcaba et al., *Acta Materialia*, **55**, 4287 (2007).
- [3] T. Okamoto et al., *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **25**, 42 (1986).