

固液共存体の銅合金の割れに与える固相率の影響 Effect of Solid Fraction on Cracking in Semi-Solid Cu Alloys

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

(株)神戸製鋼所
Kobe Steel, Ltd.

銅合金の割れ形成に対する固相率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せん断変形過程のその場観察を行った。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。Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金を固相率が 90%程度でせん断変形させた結果、試料の変形が生じるのみで、割れは形成しなかった。そのため、Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金においては、低い固相率にならないと割れは形成しないことが示唆された。

キーワード： 銅合金、せん断変形、割れ、固相率

背景と研究目的：

エネルギー価格高騰や地球温暖化問題の解決に向けて、省エネ技術の必要性が増している。省エネ技術の発展に対しては、半導体の性能向上が有効な手法の一つである。半導体は現代社会を支える基盤材料であるため、この性能向上は省エネ技術に限らず、幅広い産業の発展を通じて日本の産業競争力強化へと寄与できることが期待される。半導体向け電子デバイスのコネクタ材には、導電率が良好な銅合金が使用されている。そこで、半導体の性能向上には銅合金の特性向上が有効であり、そのためには銅合金の成分設計技術や組織制御技術が必要となる。

銅合金の多くは、溶解、鋳造、熱処理、圧延の工程を経て製品となる。製品特性を向上させるためには、各工程で発生する割れなどの欠陥を低減する必要がある。例えば鋳造工程で形成する割れは、熱処理や圧延での低減が困難である場合が多く、製品特性低下などの悪影響を与える。また、割れを可能な限り低減するために、熱処理や圧延に過剰に負荷が生じ、コストアップの一因となっている場合もある。そのため、鋳造工程における割れの低減は、製品特性向上や工程最適化によるコストダウンへと繋がるのが期待できる。割れ低減技術の開発には、割れ形成機構の解明が必要であり、割れが形成しやすい温度(固相率)や合金組成を理解することは、割れ低減技術確立には有益である。

割れ形成過程を理解する研究手法としては、室温の組織観察が基本となり、これまで多くの知見が獲得されてきた。しかし、割れ発生時の現象が室温に残されているとは限らないため、割れ形成過程には未だ不明な点が残されている。そこで、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が、高温での現象(凝固、偏析、割れなどの形成過程)を把握する上で有効な手法となっている[1]。これまで、鉄鋼材料やアルミ合金などで凝固過程の観察が行われており、多くの知見が蓄積されてきた。また、固液共存状態の試料(固液共存体)をせん断変形させた際の挙動をその場観察することで、割れの形成機構を解明する取組も行われている[2]。

銅合金においても固液共存体でのせん断変形によって、割れが形成することをこれまでの実験で明らかにしてきた(2021B1719)。その実験の結果、97%程度の高固相率においても固相粒子の再配列が割れの形成を担っていること、割れの形成には P 濃度依存性が存在することが確認された。固相粒子の再配列は、これまで鉄鋼材料で報告されている現象と同じであり、金属材料に共通の現象であることが示唆されている。その一方、固相率 97%程度というのは、鉄鋼材料での報告よりも高い状態である。そのため、高固相率においても固相粒子の再配列が割れを担うというのは学術的には有益な知見を得られたことになる。また、操業を考えると、鋳造時に外力が印加されるのは、97%よりも低固相率である場合もある。そのため、割れの形成と固相率の関係を調査することは、形成機構の解明や操業条件の改善(例えば、外力を印加しては駄目な固相率)に繋が

ると期待できる。

そこで本研究では、時間分解 X 線イメージングによる凝固その場観察技術を応用して、固液共存体をせん断変形させる実験を行い、銅合金の割れ形成に対する固相率の影響を明らかにすることを目的としている。

実験：

X 線の上流側から、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(透過像撮影用カメラ)を配置した。ビームラインは BL20B2 とした。

試料を一定速度で室温から加熱し、固液共存状態にて温度保持した。その後、試料下部からアルミナ棒を押し込み、試料をせん断変形させた。試料が割れなかった場合は、昇温を再度行い、アルミナ棒を押し込んでせん断変形させた。これを繰り返すことで、割れの形成過程を観察した。観察は毎秒 1 枚の時間分解で実施した。加熱炉内には温度勾配は殆ど付いていないため、試料内の温度はほぼ均一である。

試料形状は 2 mm x 4 mm x 0.2 mm とした。X 線エネルギーは 28 keV とした。透過像の空間分解能は 1 ピクセル 2.74 μm であった。

結果および考察：

Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金に対してせん断変形を行ったときの透過像を図 1 に示す。固液共存状態になった段階で、温度を保持して、試料の左下からアルミナ棒を挿入することで、せん断変形を行った。試料中には複数(10 数個程度)の結晶粒が形成しており、結晶粒界には液膜が存在していた。固相に比べて液相では、X 線の透過強度が強くなるため、透過像中では明るくなる。そのため、結晶粒界に形成している白い線は、液相であると判断できる。透過像から判断した 2 次元の固相率は 大凡 90 % 程度であった。

せん断変形している過程において、試料全体で変形が生じた。その一方、せん断変形を継続しても、試料の変形が生じるのみで、割れは形成しなかった。Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金においては、固相率が 97 % 程度の高固相率でのせん断変形で割れることをこれまでの観察で明らかにしている。また、同程度の固相率において P 濃度が 0.06 mass% 以下の組成においては割れが形成せず、割れ感受性が P 濃度に依存することもこれまで明らかにしている。今回、これまでの実験よりも若干低固相率（粒界での液膜が多い）であるにもかかわらず、割れが生じなかった。そのため、Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金においては、低い固相率にならないと割れは形成しないことが示唆された。

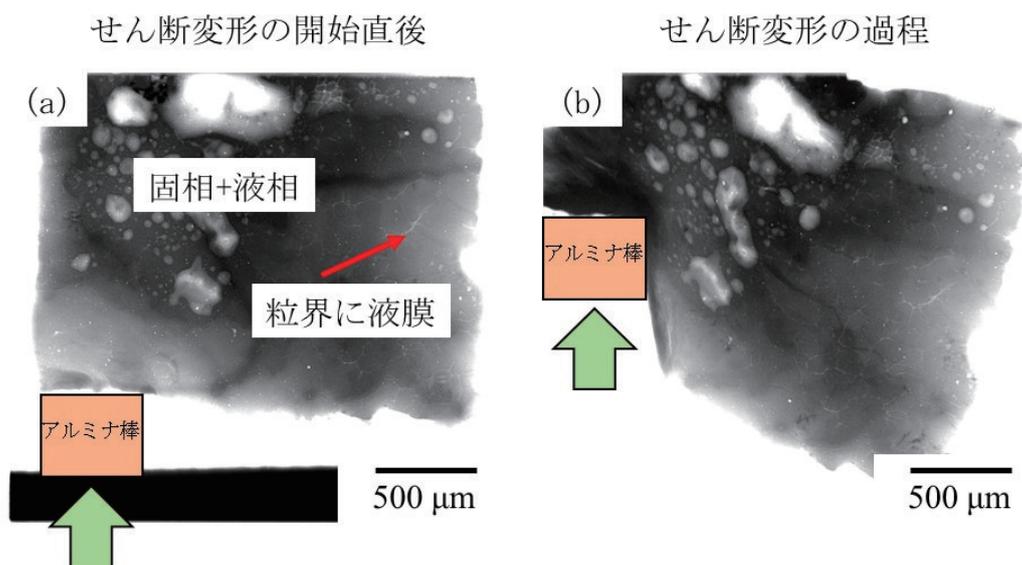


図 1 Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金のせん断変形の過程を撮影した透過像

今後の課題：

Cu - 0.1 mass% Fe - 0.06 mass% P 三元系合金において割れが形成する固相率、あるいはその他の P 濃度の合金において割れが形成する固相率の解明は今後の課題である。また、荷重の大きさ、結晶粒径などの条件も検討課題である。

参考文献：

- [1] H. Yasuda et al., *ISIJ Int.* 51 (2011), 402-408.
- [2] T. Nagira et al., *Scripta Mater.* 64 (2011), 1129-1132.