

時間分解 X 線イメージングによる  
銅合金の固液共存体のせん断変形その場観察  
Time-resolved and In-situ Observation of Shear Deformation in  
Semi-solid Cu Alloys

西村 友宏, 小森 康平, 浦川 裕翔, 堀口 元宏  
Tomohiro Nishimura, Kohei Komori, Yutaka Urakawa, Motohiro Horiguchi

(株)神戸製鋼所  
Kobe Steel, Ltd.

銅合金の割れが発生する組成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固液共存体の銅合金をせん断変形させた。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。今回、銅合金におけるせん断変形その場観察に成功し、P 濃度が 0.09 mass% であるとせん断変形直後に固液界面で割れることが明らかとなった。

キーワード： 銅合金、時間分解 X 線イメージング、せん断変形、割れ

背景と研究目的：

電子デバイスは、コンピューター、自動車、医療機器などで幅広く使用されており、現代社会を支える材料である。今後の社会では、電動化の促進、CO<sub>2</sub> 削減、IoT の普及、AI 技術の発展などが急速に進展し、それに伴って電子デバイスが担う役割はより大きくなる。これらの技術開発を加速させるためには、電子デバイスの小型化、省エネ化、高速化 (5G) などが必要となる。銅合金は金属材料の中でも導電率が良好であるため、電子デバイスのコネクタ材として使用されている。そこで、銅合金の特性が電子デバイスの性能に影響を与えることになる。そのため、銅合金の特性向上に繋がる成分設計技術や組織制御技術の開発は、電子デバイス産業分野の競争力強化に有益となる。

銅合金の特性を最大限発現させるためには、組織制御が必要となる。凝固過程では偏析や割れなどの casting defect が形成し、材料特性低下の一因となる。そこで、凝固過程における組織制御が必要となるが、そのためには casting defect 形成過程の実証的理解が不可欠である。

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が、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、炭素鋼[2]やアルミ合金[3]を対象として固液共存体をせん断変形することで割れの形成過程を観察することも行われている。そこで本研究では、銅合金における割れの形成過程を理解することを目的として、固液共存体をせん断変形させる実験を行った。

実験：

観察に用いた試料は P を 0.09 mass% 含む銅合金である。割れに影響を与える元素として、今回は P に着目した。試料形状は 2 mm x 4 mm x 0.2 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、固液界面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 にて行った。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、固液共存体となった状態で温度保持した。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て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。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：

固液共存体をせん断変形させた前後の透過像を図 1 に示す。試料の左下に厚さ 0.2 mm のアルミナ棒が設置されており、これを上昇させることで試料をせん断変形させた。温度がほぼ均一のヒーター内で実験を行ったため、試料中に温度勾配は殆ど生じていない。図 1(a)はせん断変形直後であり、試料全体で固相と液相が共存していた。試料中の白く丸い領域は気泡である。黒い領域は、入射 X 線がブラッグの条件を満たして回折し、透過 X 線強度が低下した箇所である。アルミナ棒近傍で黒い領域が見られることから、試料中に歪みが生じていたことが分かる。

図 1(b)は割れ発生直後の透過像(図 1(a)の 1 秒後)である。せん断変形とほぼ同時に、丸で囲った領域において、固相と液相の粒界に沿って割れた。アルミナ棒から離れた位置で割れが形成していたことから、固液共存体である試料中に歪みが伝播し、割れやすかった箇所(晶出物形成箇所など)で割れたと考えられる。P 濃度が 0.09 mass% であると固液共存体に応力を加えることで、割れが発生することが明らかとなった。

また、せん断変形位置から離れた箇所で割れが生じる結果は炭素鋼と類似しており[2]、固液共存体での割れの発生機構は合金系に共通の部分が存在する可能性が示差された。

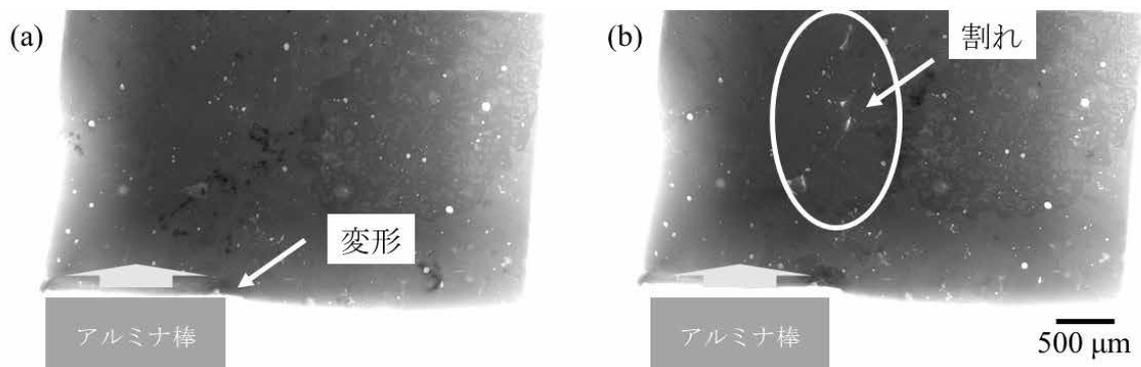


図 1. 銅合金におけるせん断変形の過程

### 今後の課題：

せん断変形の強さや試料組成、変形温度（固相率）を系統的に変化させて実験することで、割れの発生条件や割れに敏感な合金系の明確化などが期待できる。

### 参考文献：

- [1] H. Yasuda et al., *ISIJ Int.* **51**, 402 (2011).
- [2] T. Nagira et al., *Scr. Mater.* **64**, 1129 (2011).
- [3] T. Nagira et al., *Tetsu-to-Hagane*. **99**, 141 (2013).