

X線吸収分光を用いた銅合金の添加元素状態解析

後藤 和宏

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター

銅はコストと導電率のバランスに優れた金属であり、工業的に最も重要な材料の一つである。実用的には、純銅に他の元素を少量添加した銅合金が多く使われている。当社で製造する銅合金製品には板材や線材など多様な形状があり、必要な電気抵抗や機械的強度などの特性を実現するため、用途に応じて添加元素量や加工プロセスを最適化している。例えば、携帯機器の内部配線用では、機器の軽量小型化のために配線材の小径化に対するニーズが強いが、線径を細くしても電線としての機能を維持するため、高強度かつ高導電率の特性を実現させなければならない。銅合金の強度と導電率は一般にトレードオフの関係にあるため両特性を同時に向上させることは容易ではないが、特性を支配するとされる添加元素の存在状態（形状・化合物形成・相分離など）を精密に制御すれば実現可能と考えられる。このような材料設計を実現するには、元素の状態を正確に識別できる分析技術が必要不可欠となる。

当社では 2016 年に運用開始した BL16/17 を用いて放射光を日常的な材料分析ツールとして活用しており、今回、放射光特有の X 線吸収分光により銅合金中の添加元素の状態を調べた。特に固溶と析出の各状態を識別し定量化する解析技術の検討を行った。この技術を用いて、鉄を添加した銅合金の加工と熱処理に伴う添加元素の状態変化を明らかにし、高強度&高導電率実現への指針を得たので、その内容を紹介する。

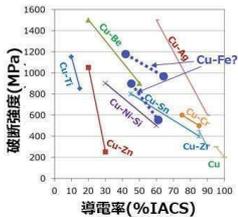
X線吸収分光を用いた銅合金の添加元素状態解析

住友電気工業株式会社 後藤 和宏

SUMITOMO
ELECTRIC
GROUP

背景・課題

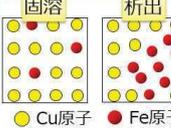
銅合金の代表特性^[1,2,3,4]



材料開発の期待・用途例

- ・安価元素の活用(Fe)
- ・高強度→小型機器用途
- ・高強度&高導電率 板/線 →端子接点や電気配線

合金中のFeの状態



主な線材製造フロー



加工に伴う銅合金の特性変化

- ✓ 加工によって強度は向上
- ✓ 加工によって導電率は低下
- ↓
- Cu-Fe二元合金では他の系に比べ導電率低下が特に顕著^[4,5]

課題

- ・導電率がFeの固溶量に影響される可能性^[4,5]
- ・既存手法の制約：“固溶”の識別困難
 - ①磁気測定（析出Feの磁化率を測定）
 - ②電子顕微鏡観察（析出Feの観察、狭視野）
- ↓
- 固溶と析出を直接捉える解析手法構築に着手

研究目的・実験内容

目的 Cu合金中のFe状態解析技術を構築 → 特性との相関解明

先行研究

Fe中のCuの状態
→析出Cuと固溶Cuを識別^[6,7]

本研究のアプローチ

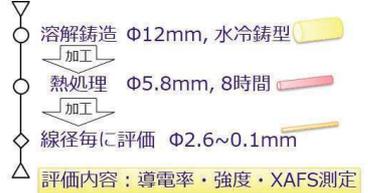
Cu中のFeの状態(固溶/析出)
→ X線吸収微細構造(XAFS)に着目

実験内容

原料

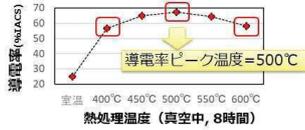
元素	Fe	P, S, C	Cu
成分 (wt%)	0.6	<0.1	Bal.

試作評価フロー

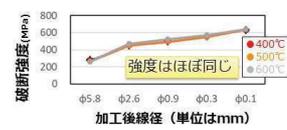


試作材の特性・XAFS測定

熱処理温度と特性（導電率）



加工後の線径と特性（強度）



XAFS測定

佐賀LS BL11^[*]およびBL16(住友電気ビームライン)で実施

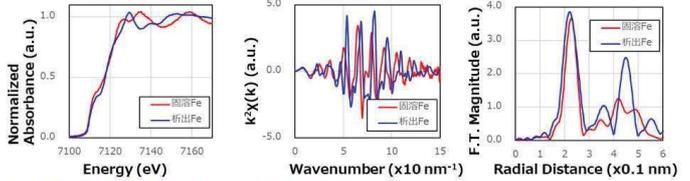
光学系条件 (BL16利用時)

- ✓ 二結晶分光器 Si111 によるX線単色化
- ✓ ミラー Pt:2.5 mrad, Rh:5 mrad による集光および高次光除去
- 検出装置条件 (BL16利用時)
- ✓ 透過法XAFS: イオンチャンバー(入射I0側17cm/透過I1側31cm)
- ✓ 蛍光法XAFS: イオンチャンバー(入射)、TechnoAP製4素子SDD(蛍光X線)

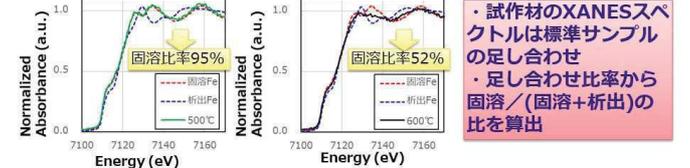
[*] 装置番号1601141G

測定結果（1）Cu合金中のFe状態解析

標準サンプル XANES形状・動径構造関数にて固溶/析出の特徴を反映



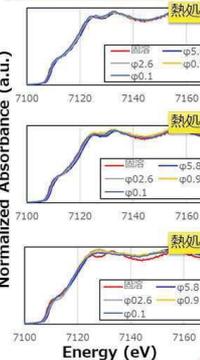
試作材（熱処理後φ0.1mm伸線後）



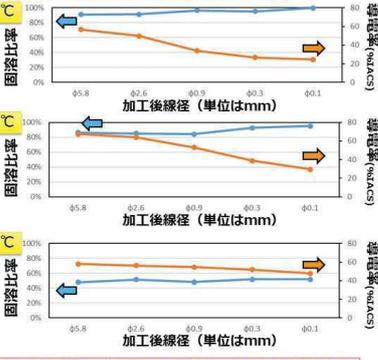
- ・試作材のXANESスペクトルは標準サンプルの足し合わせ
- ・足し合わせ比率から固溶/(固溶+析出)の比を算出

測定結果（2）加工に伴うFe状態と導電率変化

Fe-K端XANES変化



Feの固溶比率変化と導電率変化



加工に伴い導電率は低下、同時にFe固溶量は増加

まとめと今後

まとめ

- ✓ XAFS測定によりCu合金中のFe状態(固溶/析出)を識別
- ✓ Feの固溶比率を数値化
- 伸線加工に伴いFeの固溶増と導電率低下が同時に生じる
- ✓ 熱処理直後のFe-K端XANES形状は固溶Feと析出Feの足し合わせのみでは完全再現されない
- 析出Fe(bcc構造)と固溶Fe(fcc構造)以外の相の存在を示唆

今後

- ◆ 本知見を活かした原料と加工プロセスの最適化を進め高性能化を目指す

引用元

- [1] A. Boltaxi, Trans. AIME, 224(1954)
- [2] G. A. Jermian et al, Metal. Trans., 24A(1993)
- [3] W. hodge et al., Trans. TMS-AIME, 180(1949)
- [4] J. D. Verhoeven et al., J. TMS, 38(1986)
- [5] 和泉, 日本金属学会会報 4(2)(1965)
- [6] 東口ら, 鉄と鋼 94(2008)
- [7] 清水ら, あいちSR実験番号2016P1002 実験報告書

住友電気

SUMITOMO ELECTRIC GROUP

住友電気

SUMITOMO ELECTRIC GROUP