

銅合金の物性に影響を及ぼす析出物の解析

あいち産業科学技術総合センター 中西裕紀、柴田佳孝、野本豊和、杉本貴紀
日本ガイシ株式会社 山上直樹

1. 背景

電子機器の電極や放熱板などに用いられる銅合金は、電子基板への組み付けなどの際に曲げ加工されることが多く、曲げ加工性と強度の両立が要求される。そのため、熱処理により組織を制御し、要求される物性を達成させるのだが、金属組織は、結晶粒の形状や大きさ、析出物などの微細構造、原子レベルの結晶構造といったように、ミクロから原子スケールの階層構造になっており、どの因子がこれらの物性に影響しているかは定かでない。そこで、本研究では、シンクロトロン光を含む様々な計測機器を用いた測定を行うことにより、銅合金の熱処理条件(溶体化温度・時効処理)による組織の変化について検討を行った。

2. 実験内容

測定試料として、熱処理条件の異なる銅合金(Cu-9Ni-6Sn 板厚 100 μm : 日本ガイシ株式会社様ご提供試料)①750 $^{\circ}\text{C}$ 、800 $^{\circ}\text{C}$ での溶体化処理後(空冷)のもの 2 種類と②その後圧延処理、時効処理(345 $^{\circ}\text{C}$ $\times$ 8hr)を行ったもの 2 種類の合計 4 種類を用意した。

銅合金の組織や析出物を観察するため走査型電子顕微鏡(SEM)による観察を行った。また、銅合金の母相状態や析出物の組成を確認するために、X 線回折測定(XRD)を行った。さらに、溶体化処理条件や時効による変化を検討するため、シンクロトロン光による X 線吸収微細構造(XAFS)と小角 X 線散乱測定法(SAXS)を行った。また XAFS、SAXS では透過測定できるように、Ar イオンミリングによりディンプル加工を施し、測定部の厚さを約 10 μm 程度になるようにした。透過 XAFS により Ni-K 吸収端を測定することで化学状態の変化について、また SAXS(波長:1.5 $\text{\AA}$ カメラ長:4m)により銅合金の組織構造の変化について検討を行った。

3. 結果および考察

SEMによる銅合金の組織観察の結果を Fig. 1 に示す。溶体化温度 800 $^{\circ}\text{C}$ の試料と比べ、溶体化温度 750 $^{\circ}\text{C}$ の試料では析出物が粒界、粒内ともに存在しており、その量や分布が異なることがわかる。これは溶体化温度が低いために、再固溶できず、母相に残留したものと思われる。これらの析出物の組成を XRD で測定したところ、NiSn₂ であることがわかった(Fig.2)。また溶体化温度に依らず、時効処理後のサンプルはピークの裾野が広がる、いわゆるサイドバンドができていることから、銅合金母相でスピノーダル分解が起きていることも確認された。

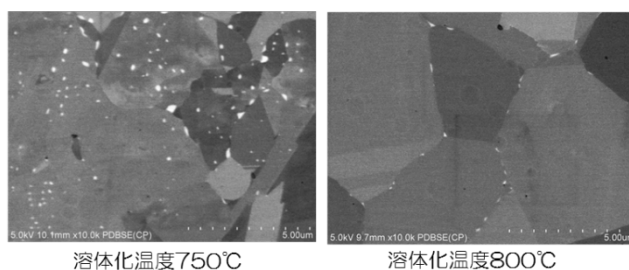


Fig.1 SEM 観察画像(溶体化処理後)

次に、これらの熱処理条件による化学状態の変化について、Ni-K 吸収端の XAFS 測定により検討を行った。その結果である Fig.3 に示すように、時効処理することで原子間距離が短くなる方向への変化を生じた。この現象は溶体化温度に依らず観測される傾向であった。このことから時効処理により Ni 周りの局所構造に変化をもたらしている可能性が考えられた。

また、銅合金の組織構造の変化について SAXS 測定を行った結果を Fig.4 に示す。今回は溶体化処理温度による組織配向の影響を検討するため、Fig.4 にあるように円周方向への積分処理を行った。その結果を Fig.5 に示す。溶体化処理後や溶体化温度 750℃で時効処理後の試料には配向は見られないが、800℃で時効処理後の試料では顕著な配向性が確認された。このことから溶体化温度 800℃の試料では、時効処理を行うことにより、今回の小角測定領域で捉えられる数十 nm の構造領域で何らかの組織配向が生じた可能性が推察された。

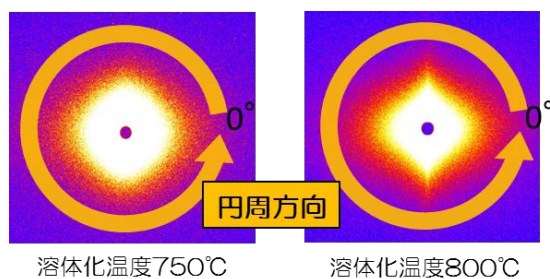


Fig.4 SAXS 測定結果画像(時効処理後)

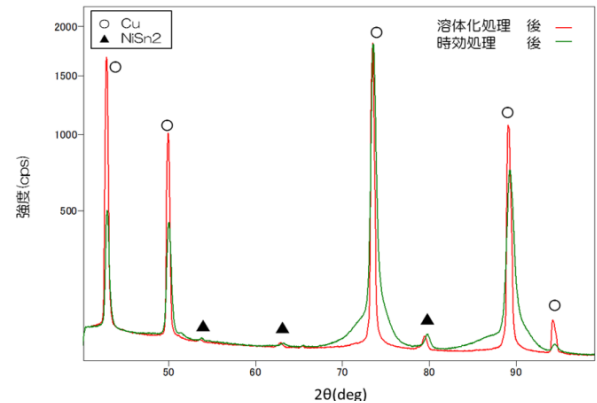


Fig.2 XRD 測定結果(溶体化温度 750℃)

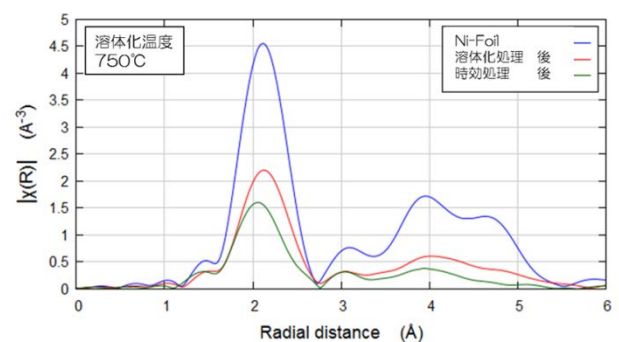


Fig.3 EXAFS 解析結果(Ni-K 吸収端)

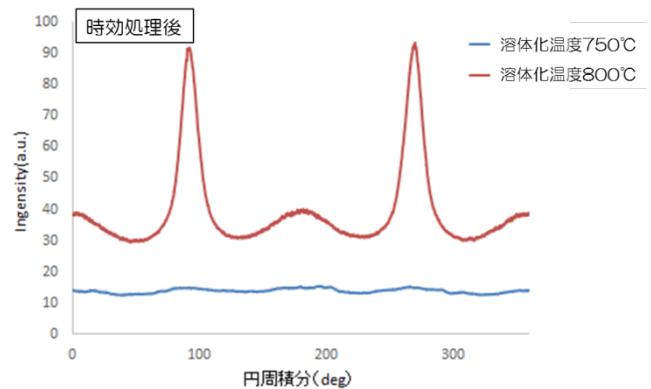


Fig.5 SAXS 測定結果(円周方向積分)

4. まとめ

溶体化温度の違いや熱処理工程、特に時効処理によって生じる銅合金の組織の変化について分析を行った。ミクロ的な観点である銅合金の組織構造については、溶体化温度の違いにより①組織配向が生じること②析出物の分布が異なることがわかった。また原子スケールである結晶の状態については、時効処理により①スピノーダル分解が起きていること②Ni 周りの局所構造に変化が生じていることがわかった。これらの結果と物性との関連性については、さらにデータを取得し検討評価を進めていく。

参考文献

- 1) 鄭 潤哲, 李 禎茂, 韓 承傳, 金 昌周 : 日本金属学会誌, 63(1999), 1338-1347