



## 放射光 X 線回折測定による純銅中歪変化の短時間解析

後藤 和宏、平井 慧  
住友電気工業株式会社

キーワード：放射光，X 線回折，Williamson-Hall プロット，銅

## 1. 背景と研究目的

銅は電気特性と機械特性のバランスに最も優れる材料の一つであり、電線用の導体材料として工業的に極めて重要な材料である。その特性は加工と熱処理などの工程を経て多様に変化するが、変化要因の一つとして工程で材料内部に導入される歪の影響が挙げられる。ここでは、X 線回折測定とプロファイル解析により歪の変化を短時間で系統的に測定解析することを目的とした。また、電線用の実用材料は通常線材の形状であるが、今回は配向の影響などを加味して粉末試料について系統的な実験を行った。

## 2. 実験内容

試料の銅粉末(三井金属製 1400Y、平均粒径  $5.8 \mu\text{m}$ )を予め  $200\sim 350\text{ }^\circ\text{C}$ にて  $50\text{ }^\circ\text{C}$ 刻みで 1 時間ずつ真空中で熱処理し、熱処理前を含む 5 試料を準備した。試料をキャピラリ(ボロシリケート、 $\phi 0.1\text{ mm}$ )に詰め、長さ  $30\text{ mm}$ に切断し片端を接着剤で封じたものをビームライン標準の試料ホルダに固定し、回転させながら透過法での測定を行った。X 線波長は  $1.00\text{ \AA}$ 、検出器は 4 連装の PILATUS 100K を用い、カメラ長は  $340\text{ mm}$ 、Threshold は  $10\text{ keV}$ とし、 $2\theta$ アーム角度  $0^\circ$ と  $12.5^\circ$ で 1 ショット当たり  $54\text{ 秒}$ ずつ露光した。試料交換と得られたデータの 1 次元変換を含めて約 5 分間/試料の時間を要した。

## 3. 結果および考察

観測された銅の回折プロファイル形状は熱処理温度が高いほど僅かずつ鋭敏化する傾向がみられた。プロファイル形状を擬 Voigt 関数でフィッティングし、積分幅 ( $\beta$ )と角度( $2\theta$ )と X 線波長( $\lambda$ )を Williamson-Hall の式 [1]に基づきプロットした(Fig.1)。200 と 400 のプロット間を結ぶ直線の傾きは材料中の微視的な歪と相関があると考えられ、室温から  $250\text{ }^\circ\text{C}$ まで歪が漸減し、より高温では変化が緩やかとなる傾向が示唆された(Fig.2)。この変化は材料内部の転位密度変化等に対応すると思われる。今回、このような微視的な変化を系統的に調査する事が、測定と解析を合わせて約 15 分/試料という短時間で可能と言える結果を得た。但し、キャピラリ詰め等の試料準備段階でより長時間を要する点が全体としての効率化への課題である。今後、Cu 結晶の弾性異方性を考慮した解析[2,3]や、測定に用いる X 線波長の最適化、線材形状試料の測定等を検討する予定である。

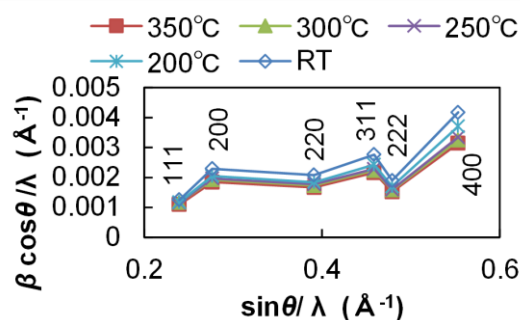


Fig.1. Williamson-Hall プロット (図中の数字は横軸に対応する面指数)

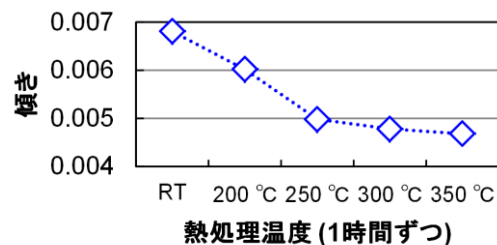


Fig.2. Williamson-Hall プロットの傾き (Fig1 の 200 と 400 を結ぶ傾きから算出)

## 4. 参考文献

1. G.K. Williamson and W.H. Hall: *Acta Metall.*, 1(1953), 22
2. T. Ungár and A. Borbély: *Appl. Phys. Lett.*, 69(1996), 3173 など
3. T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik and A. Borbély: *J. Appl. Cryst.*, 34 (2001), 298 など