

引張その場 XRD マッピングによる銅の局所変形挙動可視化

住友電気工業(株) 徳田 一弥 後藤 和宏 飯原 順次

はじめに

当社では電線用の導体や端子材として、電気特性と強度特性のバランスが優れた銅及び銅合金の高強度化に向けた開発を進めている。さらなる高強度化のためには、製品の製造環境や使用環境における、強度と原子配列の関係の理解が重要であり、引張変形における強度を、原子配列の動的な変化から考察可能な「引張その場 XRD」の活用が進められてきた。しかし、従来型の引張その場 XRD では、変形後期に生じる「局所変形」の評価が難しいという課題があった。一般的に、引張試験では試験片が一様に伸びる均一変形に続いて、特定の部分が細くなる局所変形が生じる。局所変形箇所では、応力が集中してさらに変形が進むため、試験片内で変形量の空間的な分布が生じる。従来型の引張その場 XRD では、試料中の限られた面積を測定しているために分布に関する情報が得られず、局所変形の評価は困難であった。しかし多くの実用製品の変形は不均一に生じるため、局所変形における応力や歪の空間的・時間的な発展の理解は製品開発上非常に重要である。そこで当社では、局所変形を「点」ではなく「面」で捉える引張その場 XRD マッピング法を新たに開発したので報告する。

実験方法

実験の概略を図 1 に示す。BL16XU を用いて、Si 111 二結晶分光器で 37 keV に単色化した放射光を、Rh コートミラーで高次光を除去し、引張試験機上の試料に照射した(入射スリットサイズ:0.1 mm²)。試料は 0.3 mm 厚の純銅(C1100)板を用いた。試験片は、中央に 1 mm 幅、1 mm 長さの平行部を持つダンベル状に、長手方向が圧延方向と垂直になるようにレーザー加工したものを用いた。回折用の検出器は PILATUS 300K CdTe (Dectris 製)を用い、3 モジュールの内 1 モジュールを測定に使用した。検出器は試料から 445 mm に設置した。また、フォトダイオードで、透過 X 線の強度も同時に測定した。引張試験機は Linkam 製 10073B を用いた。この引張試験機を、2 軸の稼働域を持つ自動ステージ上に搭載し、引張を行いながら、平行部周辺を繰り返しマッピング測定した。1 回のマッピング時間は 513 s であった。

結果

図 2(a)と(b)には X 線透過率から換算した、破断直前と直後の銅の厚みマップを、図 3(a)と(b)にはピーク位置変化から算出した引張方向の応力マップを示す。試験片厚みと幅が変化している局所変形領域において、破断前には応力が集中し、破断後に開放されていることが明瞭に捉えられた。当日は、不均一歪も含めて、得られたパラメータの相関について議論する予定である。

謝辞

本研究の解析及び結果解釈に関して、兵庫県立大学工学研究科 足立大樹教授の御指導・御助言を受けました。ここに感謝申し上げます。

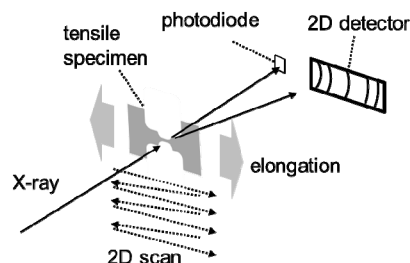


図 1. 引張その場 XRD マッピングの概略図

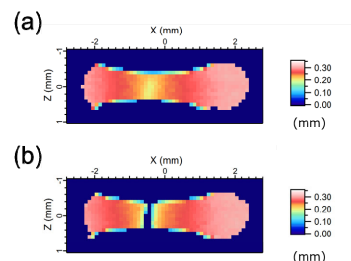


図 2. (a)破断前及び(b)破断後の厚みマップ (単位は mm)

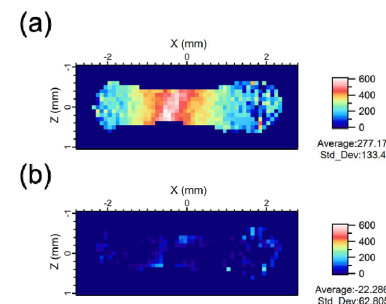


図 3. (a)破断前及び(b)破断後の応力マップ(単位は MPa)

