

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 5月31日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560690

研究課題名（和文） 高導電性銅基合金の組織制御による耐疲労特性の改善

研究課題名（英文） Improvement of fatigue resistance in high conductivity copper alloys by microstructural control

研究代表者

藤居 俊之 (FUJII TOSHIYUKI)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：40251665

研究成果の概要（和文）：

本研究は、高導電性銅基合金において生じる繰返し変形に伴う軟化現象を、モデル合金を用いた実験により捉え、疲労特性向上のための基礎的知見を得ることを目的として実施した。析出粒子を含む銅基合金において繰返し変形中に生じる軟化は、局所変形による粒子のせん断と再固溶が原因であることを明らかにした。よって、疲労特性向上のためには、合金の不均一変形を組織制御によって抑制することが不可欠と結論した。

研究成果の概要（英文）：

To reveal cyclic softening behavior in high conductivity copper alloys, plastic strain amplitude controlled fatigue tests were conducted. The macroscopic cyclic softening can be attributed to the local deformation induced by the shear and re-dissolution of the precipitate particles in the persistent slip bands. We concluded that the dispersion of non-shearable particles is a key factor to improve fatigue resistance of the copper alloys.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,700,000	510,000	2,210,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2012年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			0
年度			0
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：疲労，繰返し変形，析出強化型合金，銅合金，導電性材料，析出粒子，不均一変形

1. 研究開始当初の背景

(1) 転位によってせん断可能な析出粒子を含む合金の繰返し変形の特徴の1つとして、変形に伴う軟化挙動が知られている。繰返し軟化は、転位の往復運動によって析出粒子がせん断され、母相に再固溶するために生じ

ると理解されている。

(2) 高導電性銅基合金のひとつであるコルソン合金(Cu-Ni-Si合金)は析出強化型銅合金であり、Ni₂Si析出粒子が強化相として働く。ナノサイズのNi₂Si粒子は、転位によってせん

断可能であるため、Cu-Ni-Si合金においても繰返し変形に伴う軟化が予測される。

(3) 高導電性銅基合金の疲労特性改善のためには、銅合金をはじめとする面心立方晶金属の繰返し変形挙動を基礎から理解した上で、析出強化型銅合金の繰返し変形の特徴を捉える必要がある。

2. 研究の目的

材料の信頼性の観点から、高導電性銅基合金の耐疲労特性向上が望まれるものの、疲労によって生じる特異な繰返し軟化挙動については、未だ詳細が明らかにされていない。そこで本研究では、時効により析出粒子を分散させた高導電性銅基合金単結晶を作製し、塑性ひずみ振幅制御の疲労試験を行い、透過電子顕微鏡(TEM)による組織観察と変形機構の理論的解析から、繰返し軟化を抑制する組織学的因子を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) Cu-2.2 mass% Ni-0.5 mass% Si合金を母材としてブリッジマン法にて単結晶を育成した。この単結晶から応力軸が単一すべり方位となるように疲労試験片を切り出した。単結晶試料を溶体化処理後、723Kで10hの時効を行い、母相内に Ni_2Si 粒子を析出させた。この時効条件で析出する Ni_2Si 粒子の平均直径は、約7.6nmと測定された。また、析出粒子の体積率は3.4%と見積もった。

(2) 時効した合金単結晶を用いて、塑性ひずみ振幅 γ_{pl} を 1×10^{-4} から 5×10^{-2} の範囲で一定に制御し、室温にて疲労試験を行った。積算総ひずみ γ_{cum} が4に到達した時点で試験を終了し、すべり面に垂直となる面で薄膜試験片を準備し、TEMにより転位による析出粒子のせん断の様子を観察した。

(3) 実験結果を基に、繰返し軟化挙動と析出粒子のせん断・再固溶との関係を理論的に解析した。

4. 研究成果

(1) 疲労試験から得られた繰返し硬化・軟化曲線を図1に示す。塑性ひずみ振幅が 2.5×10^{-4} から 2.5×10^{-2} の範囲で繰返し変形に伴う軟化が生じた。応力振幅が最大値に達した後の軟化過程の流動応力は、塑性ひずみ振幅に依存し、塑性ひずみ振幅が小さいほど低くなった。これに対応して、最大応力振幅から試験終了時までの応力振幅の減少量は、塑性ひずみ振幅が小さいほど大きくなった。

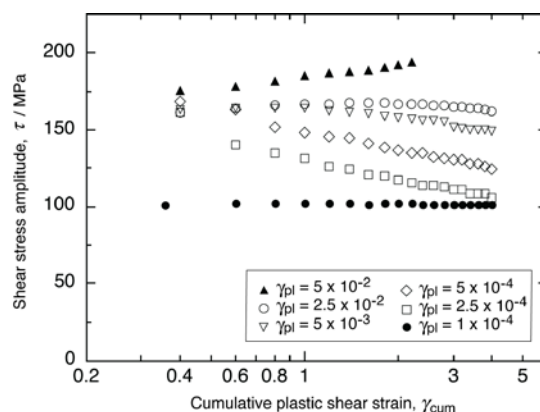


図1 Cu-Ni-Si合金の繰返し硬化・軟化曲線。

(2) 各塑性ひずみ振幅の疲労試験において得られた最大応力値を用いて繰返し応力ひずみ曲線を描くと、図2となり、中塑性ひずみ振幅域で応力振幅が一定となるプラトーが生じることがわかった。プラトー応力は167MPaとなった。

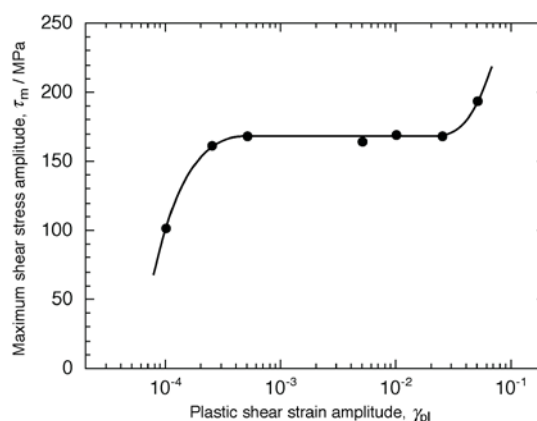


図2 Cu-Ni-Si合金の繰返し応力ひずみ曲線。

(3) 疲労試験において繰返し軟化を示した試料の内部組織をTEM観察した。その結果を図3に示した。軟化を示したすべての塑性ひずみ振幅で、主すべり面に平行な固執すべり帯(PSB)が形成された。PSB内では Ni_2Si 粒子のコントラストが消えていることから、繰返し変形中に粒子が転位によってせん断を受け、母相に再固溶したと結論づけた。主すべり面に垂直な方向に沿って測定したPSBの幅は、塑性ひずみ振幅に強く依存し、塑性ひずみ振幅が大きくなるほど狭くなった。一方、PSB体積率は塑性ひずみ振幅にほとんど依存せず、約5%となった。

(4) 上の結果は、単位体積あたりのPSBが担う塑性ひずみは塑性ひずみ振幅が大きいほ

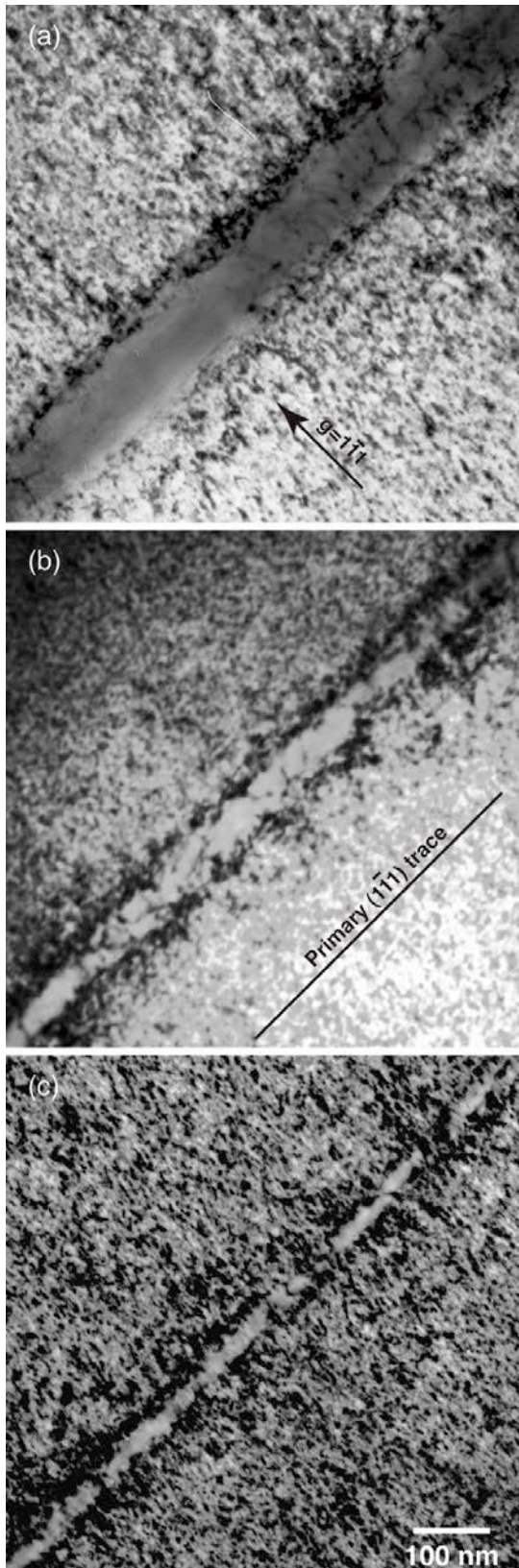


図3 繰り返し変形後の組織写真 (a) $\gamma_{pl} = 2.5 \times 10^{-4}$, (b) $\gamma_{pl} = 5 \times 10^{-3}$, and (c) $\gamma_{pl} = 2.5 \times 10^{-2}$.

ど大きくなるということを意味し、純金属の

疲労挙動と大きく異なるといえる。PSBの幅がある一定値に収束することを以下のように定量的に考察した。1. 繰り返し変形が進行する過程で塑性不均一が生じ、局所的に析出粒子がせん断され、粒子が母相に再固溶するとともに、溶質原子がPSB外へと排出される。2. 溶質原子はPSB外へ拡散するものの、母相内で溶質原子が十分高くなった時点で、粒子の再析出が起きる。3. 粒子の再固溶と再析出がバランスした時点でPSBの発達は止まる。以上のように考えると、繰り返し変形進行に伴ってPSBの幅が一定値に至ることが理解できる。本研究成果は、析出粒子分散型銅合金の疲労強度向上に対する基礎的知見を与えるものである。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計7件)

- ① Y. Nakanishi, H. Tanaka, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Low-Temperature Fatigue Behaviour and Development of Dislocation Structure in Aluminium Single Crystals with Single-Slip Orientation; *Philosophical Magazine*, (2013). 掲載決定, 査読有
DOI: 10.1080/14786435.2013.786193
- ② Y. Nakanishi, Y. Miyajima, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Stability of Fatigued Dislocation Wall Structure in Coarse-Grained and Ultrafine-Grained Aluminum against Monotonic Tensile Deformation, *Materials Transactions*, **54** [1], pp. 43-49 (2013). 査読有
DOI: 10.2320/matertrans.M2012280
- ③ T. Miyazawa, Y. Ozawa, Y. Miyajima, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Morphological and Crystallographic Characteristics of Incoherent Octahedral FCC Co Precipitates in a Cu Matrix; *Materials Transactions*, **53** [5], pp. 893-901 (2012). 査読有
DOI: 10.2320/matertrans.M2011335
- ④ Y. Nakanishi, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Low-Cycle Fatigue of Ultrafine-Grained Aluminum at Low Temperatures; *Materials Transactions*, **52** [5], pp. 890-894 (2011). 査読有
DOI: 10.2320/matertrans.L-MZ201103
- ⑤ T. Miyazawa, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Shape and Elastic State of Nano-Sized Ag

Precipitates in a Cu-Ag Single Crystal; *Journal of Materials Science*, **46** [12], pp. 4228-4235 (2011). 査読有
DOI: 10.1007/s10853-010-5239-0

⑥ T. Fujii, H. Kamio, Y. Sugisawa, S. Onaka and M. Kato: Cyclic Softening of Cu-Ni-Si Alloy Single Crystals under Low-Cycle Fatigue; *Materials Science Forum*, **654-656**, pp. 1287-1290 (2010). 査読有
DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.1287

⑦ 藤居俊之, 田中寛之, 渡邊千尋, 尾中晋, 加藤雅治: CuおよびAlの繰り返し変形による転位組織形成; まてりあ, **49** [6], pp. 258 (2010). 査読無

[学会発表] (計 10 件)

① 藤居俊之, 宮本翔, 宮嶋陽司, 尾中晋, 加藤雅治: Co-Fe粒子を分散させた超微細粒Cu合金の熱的安定性; 産学新日鐵住金シンポジウム (招待講演), 新日鐵住金富津研究所(千葉県), 2013年3月8日

② 宮本翔, 宮嶋陽司, 藤居俊之, 尾中晋, 加藤雅治: BCC Co-Fe粒子が分散したCu合金における超微細粒組織の熱的安定性; 日本金属学会秋期講演大会, 愛媛大学(愛媛県), 2012年9月17日

③ 藤居俊之: Cu母相内での板状Co-Fe粒子の幾何学的配列; 銅及び銅合金研究強化・産学連携事業(招待講演), メルパルク東京(東京都), 2012年8月7日

④ 藤居俊之, 神尾浩史, 尾中晋, 加藤雅治: 析出強化型Cu-Ni-Si合金単結晶の繰り返し変形に伴う軟化; 第51回銅及び銅合金技術研究会講演大会, 京都テルサ(京都府), 2011年11月14日

⑤ T. Fujii: Magnetic-Field-Induced Shape Evolution of Ferromagnetic Co-Fe Particles in a Cu Matrix; *International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials* (THERMEC'2011), Quebec, Canada, (2011), 2011年8月2日

⑥ T. Sumiya, T. Fujii, H. Sato, Y. Watanabe, S. Onaka and M. Kato: Suppression of Grain Growth by Precipitation of Co-Fe Particles during Aging of an ECAPed Cu Alloy; *International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials* (GSAM2010), Fukuoka, Japan, 2010年11月

20日

⑦ 藤居俊之, 神尾浩史, 尾中晋, 加藤雅治: Ni₂Si析出粒子を含むCu合金単結晶の繰り返し変形挙動; 日本金属学会秋期講演大会, 北海道大学(北海道), 2010年9月26日

⑧ Y. Nakanishi, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Formation of Dislocation Structure during Cyclic Deformation of Ultrafine-Grained Aluminum at Low Temperatures; *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*, Yokohama, Japan, pp. 326-331 (2010), 2010年9月7日

⑨ T. Fujii: Development of Dislocation Structures during Cyclic Deformation of Aluminum Single Crystals; *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*, Yokohama, Japan, pp. 322-325 (2010), 2010年9月7日

⑩ 藤居俊之: 銅及び銅合金研究強化・産学連携事業(招待講演); Cu-Ni-Si合金単結晶の繰り返し変形による軟化, 霞が関ビル(東京都), 2010年7月26日

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)

名称: 銅合金粉末, 銅合金焼結体および高速鉄道用ブレーキライニング

発明者: 香月太, 石本史雄, 神田修, 阿佐部和孝, 安達豪, 藤居俊之

権利者: 同上

種類: 特許

番号: 特願 2013-61381

出願年月日: 2013年03月25日

国内外の別: 国内

[その他]

ホームページ等

<http://kamonohashi.iem.titech.ac.jp/fujii/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

藤居 俊之 (FUJII TOSHIYUKI)

東京工業大学・理工学研究科・教授

研究者番号: 40251665

(2) 研究分担者

尾中 晋 (ONAKA SUSUMU)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・教授

研究者番号: 40194576

加藤 雅治 (KATO MASAHARU)
東京工業大学・大学院総合理工学研究科・
教授
研究者番号：50161120