

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 2019/03/07
課題番号(Project No.) 2018AM0028 実験課題名(Title of experiment) Al および Cu 線材の中性子小角散乱分析(トライアルユース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 斎藤 吉広 所属(Affiliation) 住友電気工業(株) 解析技術研究センター	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日(Date of Experiment) 2018/12/4

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)

アルミニウム(Al)や銅(Cu)をベースとした多くの線材製品では、性能向上のため種々の添加元素が用いられる。例えば、Al ではマグネシウム(Mg)やシリコン(Si)、Cu では鉄(Fe)などを添加し、熱処理で適切な量を析出させ、強度や導電率などを制御できる。実際の製造では、添加元素を均質に固溶させるため高温で熱処理した後に、比較的低温の熱処理で析出させる場合が多い。特性改善指針を得るには析出物の量やサイズの定量分析が重要となる。分析法としては X 線小角散乱(SAXS)が有用であるが、上述の Al 中の Mg や Si のような原子番号が近い元素の区別が困難という問題がある[1]。また、線材というサンプル形状の場合、線材表面で生じる反射が寄生散乱となり、析出物などマイクロ構造からの散乱に重なるため、精密な解析の障害となる。

本研究では、これらの解決に有効と期待される中性子小角散乱(SANS)を試行した。

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

表 1 に試料の一覧を示す。Al 線の試料”A1”の作製プロセスは、溶解鑄造→伸線(φ 3 mm)→中間熱処理(520°C-3 時間)→伸線(φ 0.3 mm)→固溶熱処理(520°C-3 時間&水で急冷)となっている。更に、試料”A2”では析出促進のための時効熱処理を追加している。一方、Cu 線の試料”C1”は、溶解鑄造→伸線(φ 0.3 mm)というプロセスで作製した。同”C2”は、途中の線径 5.8 mm にて析出促進のための時効熱処理を実施している。導電率などの変化から、析出物量は A2>A1 あるいは C2>C1 と予想される[2]。

2.2 実験方法(Experimental procedure)

各線材試料は、BL20 (iMATERIA)の標準的な試料ホルダー内に並べてセットした。なお、試料 A2 に関し、線材と空気の散乱コントラスト差に起因する反射を低減するため、Al とほぼ同じ散乱能となるように配合した H₂O/D₂O を測定セル内に注水したのもも準備した(A2')。

SANS 測定は、BL20 にて実施した。Q 領域は 0.07~4 nm⁻¹ で、測定中の温度制御はしていない。測定時の加速器出力は 500kW で、積算時間は Al 系試料は 60 分、Cu 系は 30 分とした。

表 1. 試料の一覧 (cf.) A2' はコントラスト調整のため、測定セル内に H₂O/D₂O を注入したもの

試料	組成	時効熱処理条件	ビッカース硬さ(Hv)	導電率(%IACS)
A1	Al-0.6wt%Mg-0.3wt%Si	なし	51.7	50.3
A2, A2'	Al-0.6wt%Mg-0.3wt%Si	175°C-8 時間(空气中)	80.4	52.6
C1	Cu-0.6wt%Fe	なし	(未測定)	23.2
C2	Cu-0.6wt%Fe	600°C-8 時間(真空中)	(未測定)	51.5

3. 実験結果及び考察 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

図 1(左)に、A1 と A2 の散乱強度を全周積分して得られたプロファイルを示す。強度レベルの違いは線材を並べた際の隙間の大きさを反映しており、より緻密な試料セット法の検討が必要である。Q = 2~3 nm⁻¹ 付近では Al の Bragg ピークが観測されたが、同 0.1~1 nm⁻¹ のプロファイルの傾きには明確な違いを確認できなかった。Q > 1 nm⁻¹ では S/N が低く、析出の有無の議論にはセット方法を見直し、試料の絶対量を増やす方策が必要である。A2' については、H₂O/D₂O による散乱が大きく、Al 試料由来の散乱をうまく観測できなかった。こちらも Al 試料の絶対量を増やすために直径 0.3 mm の細線を隙間なく並べて固定することが必要であり、具体的な方法は今後の検討課題である。

図 1(右)に、C1 と C2 の散乱プロファイルを示す。いずれも Q = 3~3.5 nm⁻¹ 付近で Cu の Bragg ピークが観測されているのに加え、C2 のみ Q = 0.1~1 nm⁻¹ で上に凸のプロファイル形状となった。これは C2 の方が析出物が多いことを示唆しており、別途評価した導電率や電子顕微鏡観察による析出物サイズの情報とほぼ合致する。また、今回得られた散乱パターンにおいて水平方向と垂直方向では散乱強度が異なっており、Cu 伸線方向に対する析出物の異方性を捉えている可能性がある。本件については、積分する方位などを検討して、さらに詳細解析を進める予定である。

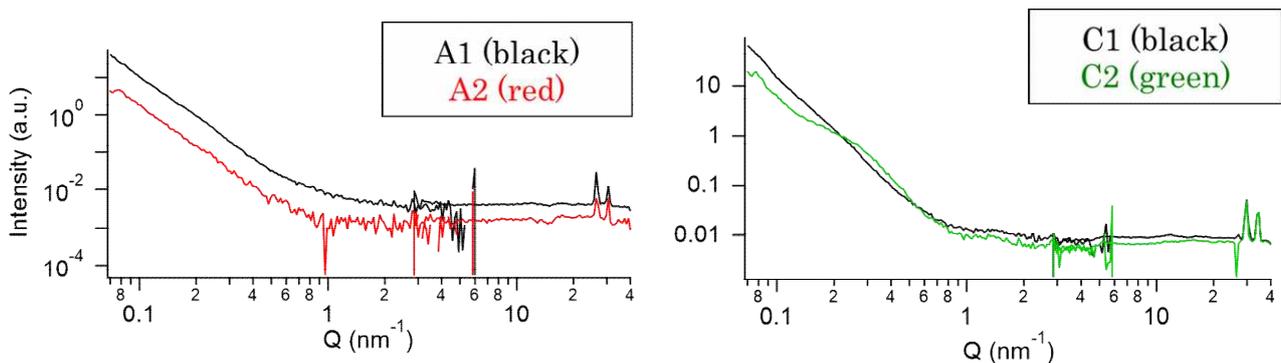


図 1. SANS プロファイル： (左)Al 線 (右)Cu 線

4. 結論(Conclusions)

今回の結果から、Al 及び Cu 合金の細線サンプルの SANS 測定により、析出物の有無を観測できることが確認された。特に、Cu 細線では伸線加工による析出物の異方性についても情報が得られる可能性がある。今後、Al 線に関しては、試料の絶対量を増やして散乱強度を上げる方策を検討する。また、Cu 線に関しては今回得られたデータについて更に詳細な解析を行うとともに、Fe 以外の元素を含む種々の合金について析出物と特性との相関を調べていく予定である。

