

(論文)

高強度銅Cu-Sn-P合金の動的再結晶に関する基礎研究

Basic Study of Dynamic Recrystallization in Cu-Sn-P Alloy for High Strength Copper



渡辺雅人 *1(工博)
Dr. Masato WATANABE



石橋明彦 *1
Akihiko ISHIBASHI



三浦博己 *2(工博)
Dr. Hiromi MIURA

Dynamic recrystallization (DRX) behavior in a newly developed Cu-Sn-P alloy was systematically investigated. Hot compression tests were performed on alloy samples having different crystalline conditions, i.e., as-cast coarse-grained polycrystalline and orientation-controlled bicrystals. Also tested were Cu-Sn-P alloys with varying Sn content. As a result of Sn addition, the Cu-Sn-P alloy was found to undergo DRX that is much delayed compared with that of a conventional Cu-P. The delayed DRX is considered to have increased the flow stress and strain required for processing the Cu-Sn-P alloy. When compressed under conditions that are close to the conditions of the actual operation, the alloy was found to exhibit a significantly inhomogeneous microstructure. This structure seemed to be refined and homogenized as a result of static recrystallization during the subsequent cooling after extrusion. It is concluded that the DRX in Cu-Sn-P alloy is dominated by discontinuous DRX governed by the annealing twins formed behind the migrating grain boundaries.

まえがき＝家庭用ルームエアコンやヒートポンプ式給湯器の熱交換器、および配管用の材料として、世界的にりん脱酸銅 (JIS H 3300 C 1220) が広く使われている。一方、近年のCO₂など高圧冷媒の採用や銅価高騰によるコストダウン要求の高まりから高強度銅管が開発され、製品化されている^{1), 2)}。

しかし、高強度銅は銅管としては新しい材料であり、いずれもCoやSnなどが添加され、今までの純銅系のりん脱酸銅とは押出性などが大きく異なることが経験的に知られていた。

そこで、3種類ある高強度銅管の中で一番押出が難しい固溶強化型のCu-Sn-P (KHRT^{®3)}) を今回の調査用材料として選択して、以下の3種類の試料を用意した。

- (1) 熱間押出用のピレットから切出した粗大粒柱状組織材
- (2) 上記粗大粒柱状組織を模擬した双結晶
- (3) Sn添加量を変量させた微細粒材

これら3種類の試料に対して熱間圧縮試験を行い、動的再結晶挙動について詳細な調査を行った。そして熱間押出加工時の変形挙動や組織制御による結晶粒微細化などに関する系統的で基礎的な知見を得たのでここに報告する。

1. 動的再結晶とは

まず、本稿の一貫した主題である動的再結晶について述べる。動的再結晶とは、高温域で材料を変形させたときに、転位密度の上昇により加工硬化が起こって変形抵抗が上昇した後、変形中にそれらのひずみエネルギーと転位密度の減少が駆動力となって起きる再結晶をいう。

そのため、動的再結晶粒の発現により転位やひずみを含まない新粒が生成されると、加工軟化が起きる特徴的な現象が現れる。

高温変形中に動的再結晶に伴って現れる典型的な応力-ひずみ曲線の例を図1に示す。弾性変形後、塑性変形中の転位密度とひずみエネルギーの増加による加工硬化によって変形抵抗が増大していく。その後、加工硬化はピークを迎え、大規模な動的再結晶の発現によって加工ひずみの解放が起こり、やがて加工軟化が起きて応力は低下する。さらに変形が増大すると、変形による加工硬化と動的再結晶による加工軟化がバランスして、変形抵抗が一定となる定常状態変形に至る^{4)~7)}。

熱間圧縮時の応力-ひずみ曲線の解析やその後の組織観察などを行うことにより、製管や組織制御に必要な変形挙動や結晶粒微細化などに関する基礎的な知見を得ることができる。

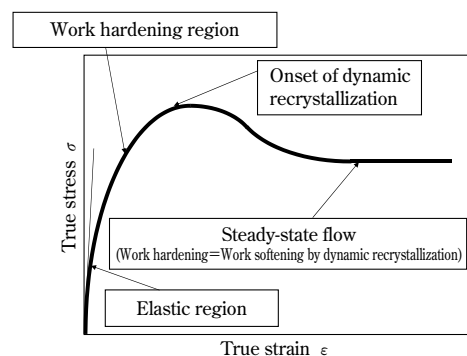


図1 典型的な動的再結晶における応力-ひずみ曲線
Fig. 1 Typical flow curve in dynamic recrystallization

*1(株)コベルコマテリアル銅管 秦野工場 技術部 *2電気通信大学 情報理工学部 知能機械工学科

2. 粗大粒材の動的再結晶挙動

2.1 柱状晶からなる粗大粒材

高強度銅KHRTの実際の生産現場での熱間押出中の組織変化を明らかにするため、粗大柱状晶からなる鋳造材の動的再結晶挙動を調べた。銅管の製造工程では、鋳造されたビレットの熱間押出を行い、素管が製造される。鋳造材は、外周部はチル晶、中心部は自由晶、そして大部分を占める粗大な柱状晶で構成されている^{8), 9)}。

動的再結晶は結晶粒が粗大なほど発現しにくい¹⁰⁾。これは、再結晶の優先的核形成サイトとなる粒界が少ないためである¹¹⁾。そのため、この粗大粒（柱状晶）が鋳造組織の動的再結晶挙動を支配することとなる。

2.2 実験方法

試料は、従来広く熱交換器用途に使用されているりん脱酸銅管Cu-0.025mass%P（以下、Cu-Pという）と、新しく開発されて現在商用に供されている高強度銅管KHRTであるCu-0.65mass%Sn-0.025mass%P（以下、Cu-0.65Sn-Pという）を用いた。ビレットの柱状晶の部分から $6 \times 9 \times 13\text{mm}^3$ の角柱を切出し、これを圧縮試験に供した。JIS H0501の切断法によって求めた初期結晶粒径は、Cu-Pが5.8mm、Cu-0.65Sn-Pは5.3mmであった。Instron型真空高温圧縮試験機を用いて、温度 $T=1,023\sim 1,253\text{K}$ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の条件で、真ひずみ $\epsilon=0.8$ までの圧縮試験を行った。図2の模式図に示すように、切出した柱状晶の圧縮軸方向は鋳造方向と平行とした。圧縮試験後、試料は1s以内に水冷され、高温加工中に形成された組織の凍結を行った。

2.3 実験結果および考察

図3にCu-P鋳造材を温度 $T=1,073\text{K}$ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ で高温圧縮試験を行ったときの真応力-真ひずみ曲線を示す。得られた応力-ひずみ曲線は、動的再結晶の典型例として示した図1のような形となった。そのときに起こっている現象は第1章で説明したとおりである。

一方、Cu-0.65Sn-P鋳造材を、温度 $T=1,153\text{K}$ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の条件で高温圧縮試験を行ったときの真応力-真ひずみ曲線を図4に示す。応力-ひずみ曲線の形はCu-Pと比べると異なっている。まず、真ひずみ0.02~0.06付近の初期変形域での明瞭な降伏、その後の大きな加工硬化が顕著である。これは、Snの固溶強化の効果であると推定される。さらに、ひずみを加えていくと動的回復・再結晶が発現すると推定され、変形抵抗の上昇は緩やかになってくるが、とくに $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ および $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ のようにひずみ速度が大きい場合には、Cu-Pのように明確なピーク応力と加工軟化が現れない結果となった。

Cu-PとCu-0.65Sn-Pそれぞれを対象に、それぞれ3種の温度、4種のひずみ速度を変えた試験を行った。全ての真応力-真ひずみ曲線から得られたピーク応力とピークひずみとの関係をまとめた結果を図5に示す。ただし、Cu-0.65Sn-Pの試験において $\epsilon=0.8$ までピーク応力を示さなかった条件材については、ピーク応力およびピーク

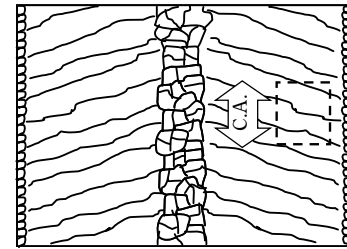


図2 ビレット断面の模式図（点線部分が柱状晶、C.A.は圧縮方向）
Fig. 2 Schematic illustration of billet in section

Rectangular area of dotted line : columnar structure, C.A. : compression axis

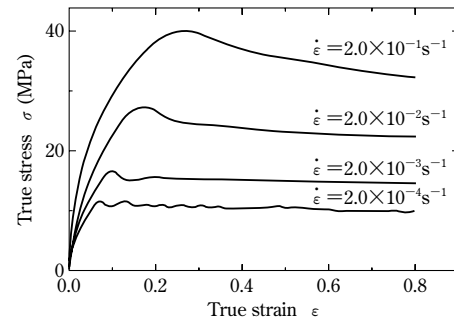


図3 Cu-P鋳造材の圧縮試験（温度1,073K）における様々なひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線

Fig. 3 Flow curves of Cu-P alloy billet samples compressed at 1,073K at various true strain rates

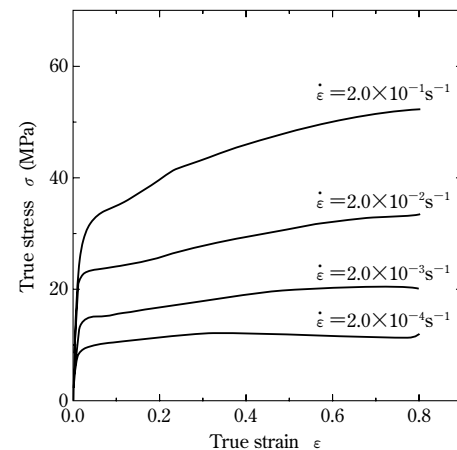


図4 Cu-0.65Sn-P鋳造材の圧縮試験（温度1,153K）における様々なひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線

Fig. 4 Flow curves of Cu-0.65Sn-P alloy billet samples compressed at 1,153K at various true strain rates

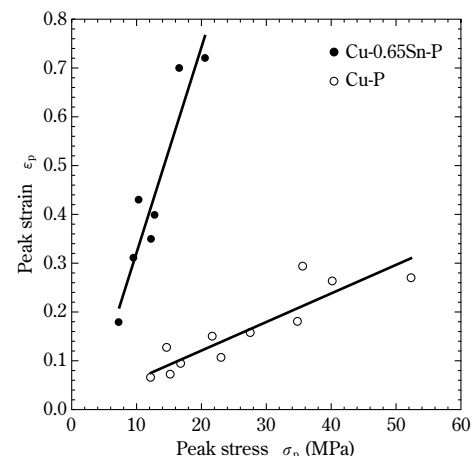


図5 Cu-0.65Sn-PとCu-Pのピーク応力とピークひずみの関係
Fig. 5 Relationship between peak stress and peak strain of Cu-0.65Sn-P and Cu-P alloy billet samples

ひずみのデータはなしとした。また、Cu-Pで複数のピーク応力を持つ応力-ひずみ曲線では、第一ピークのピーク応力とピークひずみの値をデータとした。

いずれの試料でも温度・ひずみ速度によらず、ピーク応力とピークひずみは直線で示される関係となった。しかし、Cu-PとCu-0.65Sn-Pではその直線の傾きに大きな違いがあった。Cu-0.65Sn-Pの傾きはCu-Pより大きく、Cu-Pに比べてCu-0.65Sn-Pの動的再結晶が開始・発現するひずみ量が極めて大きいことを示している。これは、Snの添加によって動的再結晶の発現が大幅に遅延されたためである。製造現場においては実際、従来材のりん脱酸銅Cu-Pに比べて高強度銅管KHRT、Cu-0.65Sn-Pの素管の押出が難しいという経験則があり、それと一致している。

Cu-0.65Sn-Pを対象に、温度 $T=1,153\text{K}$ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ で条件でひずみ $\epsilon=0.8$ まで高温圧縮試験を行った後、10sおよび30sの焼鈍を加えたときの組織を水冷凍結組織と合わせて図6に示す。熱間加工直後の組織は、粗大な未再結晶粒内で多数の変形帯、および旧粒界上にネックレス状に生成された微細粒の発達など、極めて不均一であった。しかし、その後の焼鈍時間の増加とともにほぼ均一でより微細な再結晶組織へと変化している。これは、粒内・粒界上に蓄積された高転位密度とひずみエネルギーが、静的再結晶の駆動力となり、組織が均一化した結果であると推察される。実機押出を想定すると、押出直後は一部領域のみが動的再結晶組織であるが、その後の冷却過程の間に焼鈍され、完全な再結晶組織へと変化すると考えられる。これらの実験事実、実機押出材の組織制御、すなわち組織均一化と微細化にとって極めて有用な情報である。また、組織中には焼鈍双晶が多数含まれることから、不連続静的再結晶が起こったことがわかる。

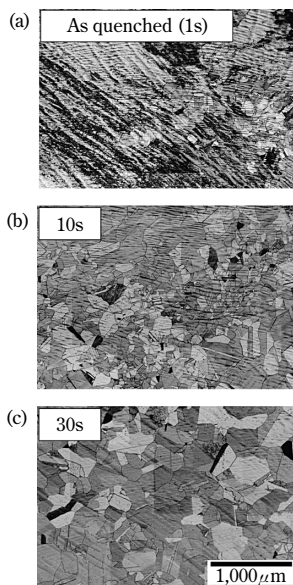


図6 Cu-0.65Sn-P 鋳造材を温度 1,153K、ひずみ速度 $2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ でひずみ0.8まで圧縮試験を行った後の水冷組織(a)、1,153Kで10秒(b)、30秒(c)焼鈍した後の組織写真

Fig. 6 Microstructure of Cu-0.65Sn-P alloy billet samples deformed to $\epsilon=0.8$ at 1,153K at strain rate of $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ (a), followed by annealing at 1,153K for 10s(b) and 30s(c)

3. 双結晶の動的再結晶挙動

3.1 鋳造材の模擬材としての双結晶

2章で試料とした鋳造材である粗大柱状晶の単純なモデル材として双結晶を用いて、動的新規の形成サイトとして重要な粒界近傍での動的再結晶挙動などについての基礎調査を行った。

結晶粒界や析出物は、幾何学的にあるいは結晶学的に、優先的な新規形成サイトとなり得る。動的再結晶は、張出し(bulging)メカニズムによって粒界上に優先的に生成するとの報告がある^{11), 12)}。動的再結晶に非常に重要な役割を担う粒界および粒界近傍の変形挙動と組織変化を、粗大粒柱状晶を模して作製した方位制御双晶を用いて系統的に調査した。

3.2 実験方法

Cu-0.65Sn-P (高強度銅管KHRT) を母材として、ブリッジマン法(引上法により種結晶から順次試料を凝固させて種結晶と同じ方位差を持つ単結晶を製造する方法)を用いて粒界方位差が 18° の[011]ねじれ粒界を持つ双結晶(以下、 18° 双結晶という)を作製した。この双結晶から粒界が圧縮軸に対して垂直になるように(すなわち、柱状晶が押出加工されるのを模して)NC放電加工機を用いて寸法 $6\times 9\times 12\text{mm}$ の角柱試験片を切出し、高温圧縮試験を行った。試験温度は $T=1,073\text{K}$ とし、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-3}\sim 2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の条件で真ひずみ $\epsilon=0.2, 0.5, 1.0$ までの圧縮試験を行った。圧縮試験後、試料は1s以内に水冷し、高温加工中に形成された組織の凍結を行った。さらに、圧縮軸と平行な縦断面における結晶粒界近傍の変形微視組織の結晶方位解析を結晶方位解析装置(Orientation Imaging Microscopy, 以下OIMという)を用いて行った。

3.3 実験結果および考察

18° 双結晶の高温圧縮試験を行ったときの応力-ひずみ曲線を図7に示す。ひずみ速度が最も低い $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ では $\epsilon=0.5\sim 0.6$ でピーク応力を示し、その後加工軟化を示して定常状態変形に至っていることが確認で

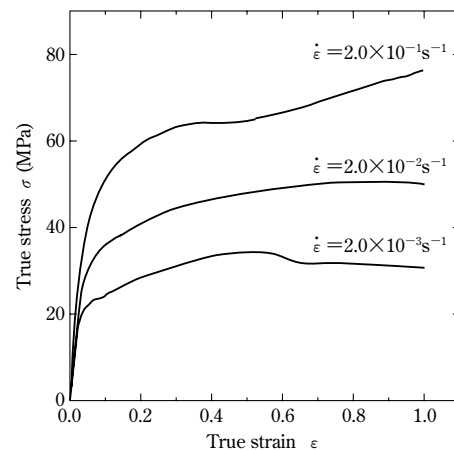


図7 Cu-0.65Sn-Pの[011]ねじれ 18° 双結晶での温度1,073Kの圧縮試験における様々なひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線

Fig. 7 Flow curves of Cu-0.65Sn-P alloy bicrystal with [011] twist 18° grain boundaries tested in compression at 1,073K at various true strain rates

きる。一方、 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ では、高ひずみの $\epsilon=0.8$ 付近でピーク応力に達しているように見られた。また $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ では、いったん定常状態変形に至りつつもさらに加工硬化していく形を示した。ひずみ速度の増加に伴って応力値は高くなっており、動的再結晶が起こりにくくなっていることが示唆された。また、図4と図7を比較したとき、試験温度が80K異なるものの、ひずみ速度が同じ場合の応力値は双結晶の方が高く、動的再結晶の発現が大規模ではないことが示唆された。これは4.3節でも考察を行うが、動的再結晶の発現ポイントから考えた結晶粒と動的再結晶の関係による。

Cu-0.65Sn-0.025Pの18°双結晶を対象に、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ および $2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の条件で高圧圧縮後、真ひずみ $\epsilon=0.2, 0.5, 1.0$ で試料を1s以内に水焼入れにより組織凍結した。このときのOIMによる観察結果を図8¹³⁾に示す。

ひずみ $\epsilon=0.2$ では、いずれのひずみ速度でも新粒の発現は観察されていないが、ひずみ速度が遅い $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (図8(d))では粒界セレーションがより大きく起こったことが観察された。さらにひずみ $\epsilon=0.5$ では、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ において動的再結晶粒は発現していないが (図8(b)), $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で粒界近傍に複数の動的再結晶粒の発現が観察された (図8(e))。そしてひずみ $\epsilon=1.0$ のとき、 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ では全域が動的再結晶に覆われた (図8(f))。一方、 $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ では粒界セレーションは未だ小規模で、粒界上および粒内に動的再結晶が一部発現したものの、不均一な組織となっていた (図8(c))。ここで、新粒が粒界と母結晶の両者に発生していることは興味深い。粒界は、優先的な新粒形成サイトとして知られている。一方、粒内では変形帯や析出物周囲が動的再結晶粒の優先的核形成サイトとして働くことが知られている^{14), 15)}。図8の結果から、低ひずみ速度域では優先的に粒界で、高ひずみ速度域では粒内・粒界の両者で新粒が形成されることがわかった。また、それらの動的再結晶粒のほとんどが双晶、さらに

は多重双晶を含むことが明らかとなった。このことは、ひずみ速度の高低や動的再結晶粒生成サイトの違いによらず、動的再結晶挙動が焼鈍双晶機構によって支配されていることを示している。すなわち、旧粒界あるいは回復によって形成された母結晶内の垂結晶粒界が移動し、その背後に双晶が形成される不連続動的再結晶機構である。

18°双結晶において、図8(e)に示されたポイント間の方位差を図9に示す。A-B間の方位差解析結果から、粒界に発生した新粒では約60°の大きな方位差が見られ、母結晶に対して双晶関係を有していることがわかった (図9(a))。一方、A-Bライン上の母結晶中に見られる方位差は最大でもおおよそ5°である。このことは、変形と回復による下部組織の形成を示唆している。すなわち、変形による転位の交差すべりと上昇運動によ

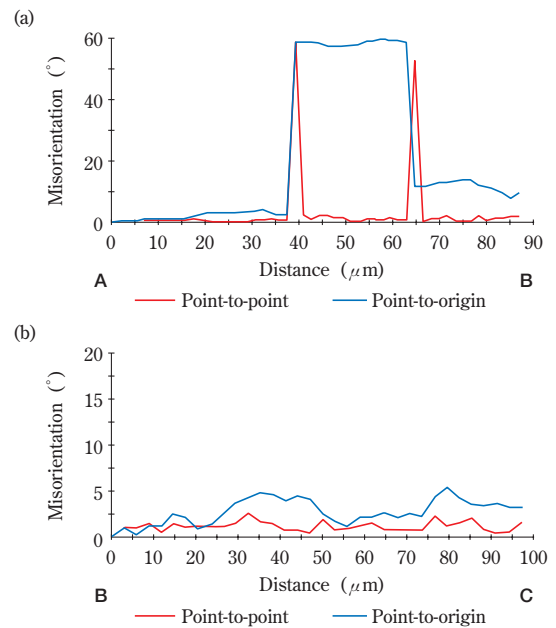


図9 Fig.8(e)の(a)A-B間および(b)B-C間の方位差変化
Fig. 9 Change in misorientation change between the points A-B (a) and B-C (b) shown in Fig.8(e)

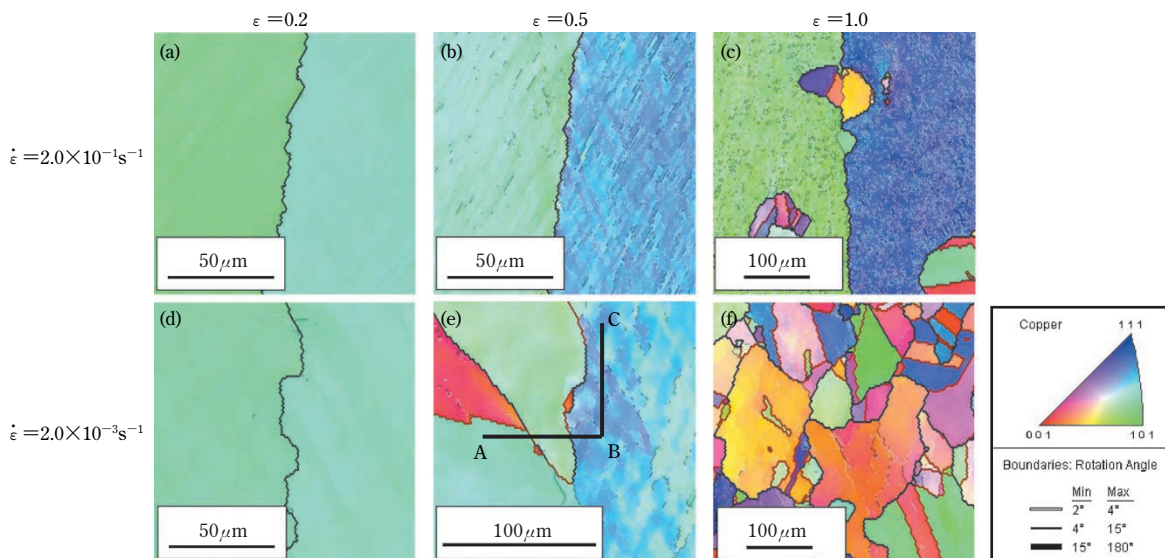


図8 Cu-0.65Sn-Pの[011]ねじれ18°双結晶を温度1,073K、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ および $2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形したときのOIMマップ¹³⁾
Fig. 8 OIM maps of microstructures in Cu-0.65Sn-P alloy bicrystals having [011] twist 18° grain boundaries deformed to various strains at 1,073K at strain rates of $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ and $\dot{\epsilon}=2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ¹³⁾

り、転位の増殖と同時に消滅が起き、セル壁内の転位構造はより規則的な境界を有するサブグレインが粒内に形成されていることを示しているものと推察される。

同様に、B-Cライン上で観察された母相中で生じたこのような方位差の変化はおおよそ 5° 以内であった(図9(b))。このように母結晶の内部では、漸次動的回復とすべり変形による結晶回転とが連続的に引起されていると推察される¹⁶⁾。これは連続動的再結晶の特徴である。本合金で発現し組織変化に影響をもたらす最も重要な動的再結晶機構は不連続動的再結晶であるが、連続動的再結晶も同時に働き、上述したような下部組織の形成に寄与していることになる。

4. 微細粒材の動的再結晶挙動に及ぼすSn添加量の影響

4.1 微細粒多結晶材

2章および3章の結果より、Cu-Sn-P合金でも一般的な銅合金¹⁷⁾とほぼ同様な動的再結晶挙動を示すことが明らかとなった。すなわち、粒界のセレーションと移動粒界背後に形成される焼鈍双晶が、粒界での優先的な新粒生成とネックレス再結晶¹⁸⁾をもたらすことを示した。この事実は、Sn添加による転位易動と粒界移動の低下にもかかわらず、焼鈍双晶の生成による不連続動的再結晶が支配的な機構であることを示している。

しかしながら、Cu-Sn-P高強度銅のようにSn添加量が1%にも満たない範囲での動的再結晶挙動に及ぼすSn添加量の影響、さらには初期結晶粒径の影響についての系統的な研究は行われていない。このため、以下のとおり詳細な調査を行った。

4.2 実験方法

高強度銅KHRTと同じ組成のCu-0.66mass%Sn-0.025mass%P合金(以下、Cu-0.66Sn-0.025Pという)に加え、Sn添加量を前後に変量したCu-0.31mass%Sn-0.024mass%P(以下、Cu-0.31Sn-0.024Pという)およびCu-1.02mass%Sn-0.025mass%P(以下、Cu-1.02Sn-0.025Pという)も合わせて試験に供した。比較材料としてさらに、純度99.99%のCu(以下、4NCuという)を用いた。

Cu-Sn-Pを溶解して鑄造し、熱間圧延を行った後に丸棒に切削加工した。この丸棒から直径8mm、高さ12mmの圧縮試験用の円柱状試験片を切出して真空中で焼鈍を施し、平均結晶粒径 $200\mu\text{m}$ の等軸状結晶粒組織に調整した。

この試験片を用い、圧縮温度 $T=1,073\sim 1,213\text{K}$ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-4}\text{s}^{-1}\sim 2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の条件で、真ひずみ $\epsilon=1.0$ まで試験を行った。圧縮試験後、試料は1s以内に水冷した。なお、圧縮試験機はInstron型真空高温圧縮試験機を用いた。

4.3 実験結果および考察

Sn添加量の異なる3種のCu-Sn-P、および4NCuの試験片を対象に、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ 、温度 $T=1,073\text{K}$ の条件で行った圧縮試験の結果を図10に示す。動的再結晶の発現を示す加工軟化は4NCuでは明瞭に現れたものの、Cu-Sn-Pでは不明瞭であり、その傾向はSn量が多

いほど強く現れた。また、Sn量が多いほど真応力の最大値は増加し、ピークひずみ、ピーク応力も高ひずみ側にシフトした。

図10のそれぞれの応力-ひずみ曲線の条件に対応するひずみ $\epsilon=1.0$ までの高温圧縮で得られた組織の光学顕微鏡写真を図11に示す。4NCuでは均一で等軸状の粗大な動的再結晶粒が観察されており、動的再結晶が全域で十分に発現している結果となった。一方、Cu-Sn-Pでは4NCuに比べるといずれも新粒はより微細であった。また、Sn量が最も多いCu-1.02Sn-0.025P(図11(d))では未再結晶部分が多く残っており、動的再結晶の発現が不十分であることを示す結果となった。この未再結晶領域は、Sn添加量が少なくなるほど減少した。ここで、図11を図6(a)と比較をしてみると、条件はやや異なるものの、初期組織が微細な方がより広範囲で新粒が発生していることが明らかである。

高温変形によって得られた全ての応力-ひずみ曲線に基づき、Cu-Sn-Pと比較材である4NCuのピーク応力-ピークひずみ関係としてまとめた(図12)。全てのCu-Sn-Pおよび4NCuは、温度やひずみ速度によらずほぼ直線的

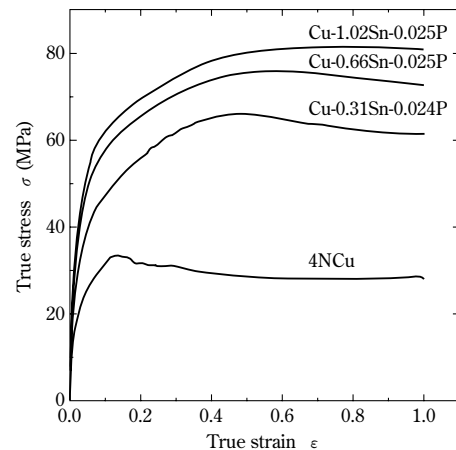


図10 Cu-Sn-Pおよび4NCuの温度 $1,073\text{K}$ 、ひずみ速度 $2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の圧縮試験における真応力-真ひずみ曲線

Fig.10 True stress vs. true strain curves of Cu-Sn-P alloys with different Sn contents and 4NCu when compressed at $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ at $1,073\text{K}$

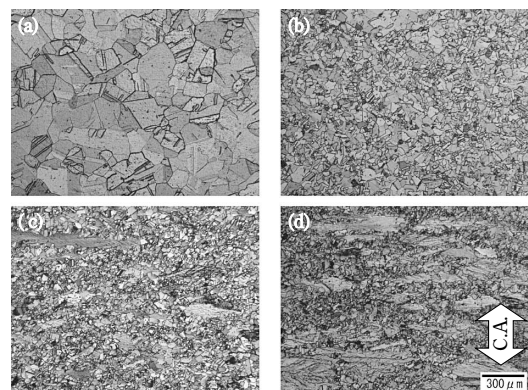


図11 温度 $1,073\text{K}$ 、ひずみ速度 $2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ 、真ひずみ 1.0 まで圧縮試験を行った後の組織写真 ((a)4NCu, (b)Cu-0.31Sn-0.024P, (c)Cu-0.66Sn-0.025P, (d)Cu-1.02Sn-0.025P, C.A.は圧縮方向)

Fig.11 Microstructures in specimens deformed to $\epsilon=1.0$ at a strain rate of $\dot{\epsilon}=2.0\times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ at $1,073\text{K}$; (a) 4NCu, (b) Cu-0.31Sn-0.024P, (c) Cu-0.66Sn-0.025P, (d) Cu-1.02Sn-0.025P
C.A.: compression axis.

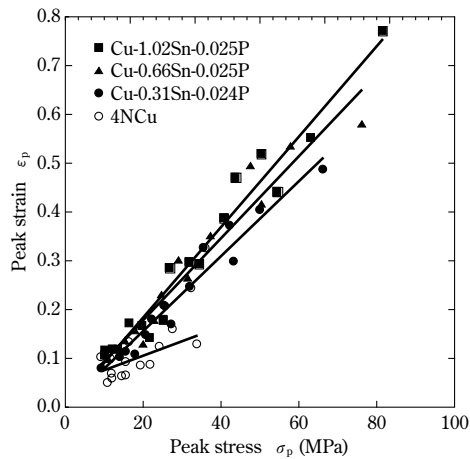


図12 Cu-Sn-Pおよび4NCuのピーク応力とピークひずみの関係
Fig.12 Relationship between peak flow stress and peak strain of Cu-Sn-P alloys and 4NCu.

な関係を示した。Snの添加量が増加するにつれて傾きがより大きくなっているが、Sn非添加の4NCuとCu-Sn-Pを比べると大きく異なり、Snの添加によって動的再結晶の発現がピークひずみに対して遅くなっていることが明らかである。Snの添加によって、転位移動に対して solute drag effect (溶質引きずり抵抗) が起き、回復や粒界移動の速度が低くなったと考えられる。その結果、動的再結晶の遅延および結晶粒の微細化を引起したものと判断された。

また、図5と図12の結果の比較から明らかなように、結晶粒の微細化は動的再結晶の発現をより容易なものとする。すなわち、3章で明らかとなった粒界での優先的な新粒形成は、初期結晶粒が微細なほどその動的再結晶の発現を促進する。このことは、ピレット材の初期粒径をより小さくすることにより、(1)熱間押出時の変形抵抗を下げる事が可能、(2)より低温域・高ひずみ速度での押出が可能、(3)その結果、より均一な微細粒組織を得ることができる、ことを示しており極めて重要である。

むすび= 今回の調査によって、高強度銅Cu-Sn-Pの動的再結晶挙動のメカニズムの一端が解明され、本合金の加工時における変形挙動や組織制御に関して、以下の基礎的知見を得た。

- (1) Cu-P 鑄造材に比べてCu-0.65Sn-P 鑄造材の動的再結晶は、Snの固溶によってその発現が遅延され、真応力の最大値が増大する結果となった。これは、生産現場の押出工程の状況と一致した結果となった。

- (2) Cu-Sn-P合金双結晶での動的再結晶挙動は、ひずみ速度によって大きく変化した。すなわち、低ひずみ速度域では粒界セレーションを伴う粒界上での優先的な新粒形成を、また高ひずみ速度域では粒界での新粒生成に加えてすべり帯・せん断帯形成による粒内での新粒生成を示す結果となった。
- (3) ひずみ速度の高低や動的再結晶粒の新粒生成サイトの違いによらず、動的再結晶挙動が焼鈍双晶機構によって支配されていることがわかった。
- (4) Sn添加によって動的再結晶の発現が遅延され、その結果、応力-ひずみ曲線のピーク応力、ピークひずみは増大した。Sn添加によって動的再結晶によって形成される新粒は微細化したが、Sn量が多い場合、動的再結晶の発現が限定されて未再結晶域が残る結果となった。

高強度銅は、従来材の純銅系のりん脱酸銅に比べて熱間押出加工などに課題がある。今回の調査によって得られた基礎的知見を基に、どのようなプロセス条件で製管するか、加工性と組織制御の両方の観点から見極め、さらには材質改善に反映していくことが重要である。

さらに、今回の調査での成果が今後、(株)コベルコマテリアル銅管タイ工場において、合金の押出技術に対して重要な知見となっていくものと考えられる。

参考文献

- 1) 渡辺雅人ほか. R&D神戸製鋼技報. 2008, Vol.58, No.3, p.74-77.
- 2) 渡辺雅人. 銅と銅合金. 2008, Vol.47, p.7-10.
- 3) 白井 崇ほか. 銅と銅合金. 2004, Vol.43, p.302-306.
- 4) 渡辺義見ほか. 機械材料学, コロナ, 2010, p.124-125.
- 5) 高木節雄ほか. 材料組織学, 朝倉書店, 2009, p.88-89.
- 6) 酒井 拓. 鉄と鋼. 1995, Vol.81, p.1-9.
- 7) 酒井 拓ほか. 電気通信大学紀要. 1993, Vol.6, p.143-156.
- 8) 鑄造技術講座編集委員会編. 鑄造技術の基礎. 日刊工業新聞社, 1968, p.65-86.
- 9) 宮川大海ほか. 金属学概論. 朝倉書店, 2004, p.59-61.
- 10) T. Sakai et al. Acta metal. 1984, Vol.32, p.189-209.
- 11) H. Miura et al. Phil. Mag. 2007, Vol.87, p.4197-4209.
- 12) 三浦博己ほか. 日本金属学会誌. 1994, Vol.58, p.267-275.
- 13) 渡辺雅人ほか. 銅と銅合金. 2009, Vol.48, p.21-26.
- 14) L. Blaz et al. Metal Sci. 1983, Vol.17, p.609-616.
- 15) F. J. Humphreys et al. RECRYSTALLIZATION and Related Annealing Phenomena. Second Edition, ELSEVIER, 2004, p.1.
- 16) H. Miura et al. Materials Science Forum. 2010, Vol.654-656, p.1267-1270.
- 17) 酒井 拓ほか. 日本金属学会誌. 1993, Vol.57, p.1390-1396.
- 18) (社)日本鉄鋼協会. 再結晶・集合組織とその組織制御への応用. 1999, p.106-115.