

# マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

## ARIM User's Report

[Release : 2023.07.28] [Update : 2023.05.25]

### 課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22TU0113
利用課題名 Title	Mg-RE系ならびにCu-Ti系合金の時効析出組織
利用した実施機関 Support Institute	東北大学 / Tohoku Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	高度なデバイス機能の発現を可能とするマテリアル/Materials allowing high-level device functions to be performed
キーワード Keywords	配線, 長周期積層規則Mg合金, 導電性銅基合金, 構造用銅合金, 電子顕微鏡/Electron microscopy, 集束イオンビーム/Focused ion beam, パワーエレクトロニクス/Power electronics

### 利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	齋藤 嘉一
所属名 Affiliation	秋田大学大学院 理工学研究科
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	廣田航大, 千星聡
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	技術代行/Technology Substitution

### 利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	TU-502：超高分解能分析電子顕微鏡 TU-507：集束イオンビーム加工装置 TU-508：集束イオンビーム加工装置
---------------------------------	---

## 報告書データ / Report

概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	本研究では、高強度・高導電性合金として電子材料用途の需要が急増しているチタン銅（Cu-4at%Ti合金）のさらなる高性能化を念頭に、新しいプロセス法を追究した。そこで、微量のMg添加と水素中時効を複合した組織制御を実践した。Cu-Ti二元系をはじめ、種々の組成のCu-Ti-Mg三元系合金の水素中時効挙動を調査し、これと並行して電子顕微鏡法を駆使した組織・構造学的評価を行い、Mg無添加の場合や大気中（真空中）時効の場合との比較から、当該の複合制御法の有効性を評価した。
実験 Experimental	高周波溶解法を利用して、純Cu (4N) に対して純Ti (3N)を添加した二元系合金と、更に純Mg (3N) を2～4at.%の範囲で複合添加した2種類の三元系合金を作製し、それぞれに均質化处理、冷間圧延（圧下率90%）、溶体化処理（850℃, 0.5h; SS材）を順に行った。こうして得られたSS材を、鋼製封入管を用いて水素（ガス圧0.6 MPa）と一緒に封入して450℃で時効した。これに並行してビッカース硬度試験ならびに電気抵抗測定（四端子法）を実施し、当該時効に伴う硬化曲線と導電率曲線を作成した。また、時効硬化のピークに達した時効ピーク材（PA材）と、ピークを過ぎた過時効材(450℃, 100h; OA材)に対して引張試験（Shimadzu AG-IS）をはじめ、各種電子顕微鏡観察（SEM/EDS: JSM-7800F; TEM/STEM: JEM-2100F, Titan <sup>3</sup> 60-300 Double Corrector, Thermo SCIENTIFIC EDX Super-X）を行い、時効組織と物性の関係に関する情報を求めた。
結果と考察 Results and Discussion	Cu-Ti二元系と比較して、Cu-Ti-Mg三元系合金に対する水素中時効の方が、TiH <sub>2</sub> 析出物の成長・発達が活性化し、これに伴って母相中のTi固容量の低下し、導電率向上をもたらすことが分かった。Cu-4Ti-2Mg合金の過時効材 から得られたSTEMの結果によれば、時効組織中にはTiH <sub>2</sub> 結晶が正八面体状ファセットを発達させながら結晶成長した様子が認められた。さらにEDS分析の結果によれば、溶質Mg原子はもっぱらa-Cu母相中に多く存在するが、TiH <sub>2</sub> 析出物内にも少量ながら固溶しているとみられた。
図・表・数式 Figures, Tables and Equations	
その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)	K. Saito, M. Suzuki, Y. Hayasaka, K. Takenaka, S. Semboshi, “Effect of magnesium doping on discontinuous precipitation in age-hardenable copper titanium alloys”, Materials Characterization 189 (2022) 111911.齋藤嘉一，鈴木牧生，佐藤勝彦，早坂祐一郎，竹中佳生，千星聡，「マグネシウムをドーピングしたチタン銅合金の不連続析出挙動」銅と銅合金，第61巻1号（2022）pp.81-85.

## 成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI（論文・プロシーディング） DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.	日本銅学会第62回講演大会，口頭発表「マグネシウム含有チタン銅の水素中時効挙動」，廣田航大，齋藤嘉一，千星聡（2022年10月24日，仙台国際センター）
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件

<b>特許登録件数</b> <b>Number of Registered Patents</b>	1件
--	----