純アルミニウム線の機械的性質

アルミニウムおよびアルミニウム合金の極細線化に関する研究 (第1報)

小野 員正* 西畑 三樹男** 小林 靖司***

Mechanical properties of pure aluminum wire
The studies on fabrication of ultra fine wire of aluminum
and aluminum alloys (1st)
(UDC 621. 778: 669. 71-12)

ONO Kazumasa* · NISHIHATA Mikio** · KOBAYASHI Seiji***

These studies were carried out for the specimens of pure aluminum wire (purity 99.99%) to discuss the variations in tensile strength, elongation, hardness, crystal structure, etc. according to the temperatures of cold drawing and annealing.

The results obtained were as follows:

- (1) The tensile strength increased linearly with the increase of the degree of reduction and it attained to a maximum value of 12~13kg/mm².
- (2) The distribution of the hardness of cold drawn specimens was nearly uniform in the case of lower reduction degree; on the other hand, when the reduction degree was above 60%, the hardness was low on the surface, but high in the centre of the specimens.
- (3) The annealing temperature giving the maximum elongation was 250~300°C. for the specimens of the reduction degree of above 80%. The grain size of the specimens at that temperature was very uniform within the range of 0.08~0.1mm.

(Received Oct. 6, 1966)

1. ま え が き

アルミニウムおよびアルミニウム合金線の極細線化に関する研究はきわめて少なく、それらを取扱った文献もほとんど見当らない。最近電子交換機の半導体装置用リード線にアルミニウム極細線を用いる動きが活発になっている。この理由は金リード線を使用した場合、それとアルミニウム蒸着膜との間に容易に金属間化合物を作り機械的性質、電気的性質を劣化することによる^{(1)~(7)}。アルミニウム線は通常の線引加工ではリード線として必要な線径、たとえば 25μφ のものをうることはきわめて困難である。そこで半導体装置のリード線に用いるアルミニウムおよびアルミニウム合金極細線を製造するに際し、最適の条件を見出す目的で、純アルミニウム線を取上げ、冷間加工および熱処理条件を変えた場合の機械

的性質、物理的性質について検討した。

2. 実験試料および測定法

実験に供した試料は市販の工業用純アルミニウムで、その化学成分は **Table 1** の通りである。加工処理は先ず母材 (線径 5 mm φ) を **Table 2** の洗浄処理を行ない、350°Cで真空焼鈍 (30分保持後炉冷) し、所定の加工率に伸線加工した。伸線に用いたダイスは 0.9 mm φ 以上は、WC 合金ダイス、それ以下の線径のものはダイ

Table 1 Chemical composition of specimens.

Purity %	Chemical composition (%)			
	Fe	Si	Cu	Al
99.99	0.001	0.001	0.001	R

* 電々公社電気通信研究所 調査役 工博 The Electrical Communication Laboratory, Dr. Eng.

** 電々公社電気通信研究所 研究主任 The Electrical Communication Laboratory

*** 東京特殊電線KK研究所 Totoku Electric Co., Ltd.

ヤモンドダイスを用い、伸線速度は 30 m/min と一定にし、潤滑剤として菜種油を用いた。

引張強さ、伸びの測定には標点距離 100mm の試験片を用い、引張速度は 8 mm/min の一定の変形速度で行なった。かたさ測定は微小かたさ試験機、荷重 25 gr を用い、負荷速度 0.1 mm/sec で行なった。表面あらさはタリサーフ仕上面検査機により、線の表面長 3~5 mm 範囲を測定した。

3. 機械的特性におよぼす冷間加工の影響

Fig. 1 に線径 1.0, 0.6, 0.2 mm ϕ 試料からえた加工率と引張強さおよび伸びの関係を示す。

引張強さは加工率の増加にともない単調に増加するが、96%加工を行なっても 13 kg/mm² 程度の強度しかえられない。また、線径と引張強さの関係は線径が細くなるにつれて引張強さは減少し、その割合は加工率が小

Table 2 Cleaning conditions.

Triclene cleaning	
cleaning time;	30~60 min.
Water cleaning	
Alkali cleaning	
alkali cleaning solution;	5~6% NaOH solution.
Solution temperature;	60~65°C
dipping time;	25~30 sec.
Neutralizing by HNO ₃	
Final water cleaning

Fig. 1 The relation between reduction of area and tensile properties.

さいほど大きい傾向を示す。一方伸びは加工により急激に減少し加工率20%以上ではほぼ 1 %程度の値になる。

Fig. 2 に線径 1 mm ϕ 試料からえた加工率とのかたさの関係を示す。

図から明らかなように加工率40%以下ではほぼ表層部および中心部ともいようなかたさを示すが、加工率60%以上になると表層部が軟かく、中心部がかたい分布を示すようになり、その差異は強加工したものほど大きく現われる。

これは伸線加工時の発熱のため発熱量の多い表層部では軟化し、いわゆる自己焼鈍現象を生じた結果であろうと思われる。

Fig. 3 は WC合金ダイスとダイヤモンドダイスによつて伸線加工された表面状態をあらさ試験によつて示し

Fig. 2 The relation between reduction of area and hardness distribution.

Fig. 3 The relation between drawing condition and surface roughness.

たものである。図から明らかなように合金ダイスによる方がダイヤモンドダイスによるものに比べかなりの凹凸

が生じていることから材料とダイス加工面との摩擦はダイヤモンドダイスが優れているものと考えられる。

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

Photo. 1 Microstructure of cold drawn specimens. ($\times 100$)

(a) 17% Reduction (transverse section) ($\times 100$)

(b) 17% Reduction (longitudinal section) ($\times 100$)

(c) 61% Reduction (transverse section) ($\times 100$)

(d) 61% Reduction (longitudinal section) ($\times 100$)

(e) 90% Reduction (transverse section) ($\times 100$)

(f) 90% Reduction (longitudinal section) ($\times 100$)

各種加工率の線径1 mm ϕ 試料について、線の縦断面、横断面顕微鏡組織を **Photo. 1** に示す。

これら写真から加工率60%付近までは結晶粒はほとんど微細化されていないが、加工率がさらに大きくなると結晶粒は微細化され90%では縦断面写真にみられるように繊維状組織をている。

4. 引張強さ、伸びにおよぼす焼なまし温度の影響

Fig. 4 は加工率の異なった試料からえた焼なまし温度と引張強さの関係を示したものである。加工率80%以

Fig. 4 The relation between annealing temperature and tensile strength.

Fig. 5 The relation between annealing temperature and elongation.

上のものは約 100~ 150°C付近から明らかな軟化がはじまり、250°C付近において一次再結晶を示し、さらに温度 300°C以上になると二次再結晶に伴ない引張強さはふたたび減少し 400°C以上では3~4kg/mm² 程度になる。加工率20~60%のものは 200°C付近から軟化が始まり 300°C付近で再結晶し、それ以上の温度でも引張強さはやや減少する。

焼なまし温度と伸びの関係を **Fig. 5** に示す。

伸びは前述の引張強さと異なりかなり不規則な傾向がみられ、加工率80%以上のものは焼なまし温度 250°C~ 300°C付近において最大伸びを示し結晶粒の不規則な成長とともに減少し、焼なまし温度が 400°C以上になると結晶粒はいちように粗大化し、伸びは再び増加する。加工率40~60%試料は 300°C付近に最大伸びを示し、それ以上では一たん低下して、さらに温度が高くなると再び増加する。加工率17%試料は 400~ 500°C付近に最大伸びがみられる。このように最大伸びを示す温度は加工率の大きさにより著しく異なり、焼なましによって最高伸びのえられるものは80%以上の加工を施したものでその温度は 250°C~ 300°Cである。

Fig. 6 に焼なまし温度と結晶粒平均直径の関係を示す。

結晶粒はほぼ焼なまし温度とともに大きくなり、加工率40%以下のものは焼なまし温度の上昇により結晶粒は徐々に成長し、500°C付近から結晶粒の粗大化が起る。加工率60%以上のものは焼なまし温度 400°C付近から粗大化現象を示し、この時の結晶粒の大きさはほぼ線径に近くなる。加工率80%以上の試料は焼なまし温度 250°Cにおいて結晶粒はきわめて均一でその平均直径は0.08mm程度である。(Photo. 2).

この結晶粒の均一なものは伸びにおいても最大値がみ

Fig. 6 The relation between annealing temperature and grain size.

Photo. 2 Microstructure of specimen annealed at 250°C for 0.5 hr after 90% reduction.

Fig. 7 Types of tension fracture section.

- A. Uniform elongation
- B. local elongation
- C. Uniform elongation but surface roughening

られる。このように純アルミニウム線の伸びは加工率と焼なまし温度によって著しく変化し、また結晶粒の均一性によって大きく左右される。

Fig. 7 はこれら試料に観察された引張破断形状を示したものである。Aは破断において一様伸びを示し、いわゆる塑性破断を示したもので、その表面も比較的滑らかなものである。Bは破断部付近で部分伸びを示すもの、Cは一様伸びを示すが破断口は直角に近く、表面にすべり面があらわれるものである。このような分類に従い焼なまし温度と破断形状の関係を求めると **Table 3** のような関係が存在し、**Fig. 5** の伸びの結果と合せて考えると、伸びの大きい試料の破断形状はAの形状を示すことから破断形状から焼なましの良否を判定することが出来る。

5. ま と め

以上純アルミニウム線の伸線加工工程における熱処理条件と機械的性質について実験的に検討した。これらの実験結果を要約すれば

Table 3 The relation between annealing temperature and tension fracture sections.

Annealing temperature(°C)	200	250	300	400	500	600
Re-duction (%)						
17	B	B	B	A	C	C
41	B	B	B	C	C	C
61	B	B	A	C	C	C
79	B	A	A	C	C	C
90	B	A	A	C	C	C
96	B	A	A	C	C	C

(1) 引張強さは加工率の増加に伴ないほぼ直線的に増加する。線径と引張強さの間には明らかに差位が認められ線径が細くなると引張強さは減少する。また伸線加工された線材は加工率40%以下では表層部および中心部ともほぼ一様なかたさを示すが、加工率60%次上では表層部が軟かく中心部が硬くなる。

(2) 焼なまし温度と伸びの関係は 250°C～ 300°Cに伸びの最大値がみられ、それ以上では一たん減少し、500°C以上になると再び増加する。伸びが最高値を示す結晶粒の大きさは 0.08 mm～0.1 mm（加工率80%以上の線材の次一再結晶終了点）のごく狭い範囲である。結晶粒の大きさがそれ以上では粗大化のため伸びは減少する。

以上の結果から純アルミニウム線の最適伸線加工条件としては、ダイヤモンドダイスにより加工率80%以上の伸線加工を施し、結晶粒の大きさが 0.08 mm～0.1 mm程度で、均一性を有するように焼なまし処理を施しさらに伸線加工するのがよいといえる。

終りに本実験の遂行に当り終始ご指導下さった電気通信研究所、伊藤部長、増沢部長、高村室長、小島室長、ならびに東京特殊電線KK、宮本研究所長に厚くお礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 小野員正；電気通信研究所成果報告, 2595, (1965)
- 2) 小島, 小野；電気通信研究所成果報告, 2775, (1966)
- 3) 小野, 八木；電気通信研究所成果報告, 2562, (1965)
- 4) 小野, 俣野；電気通信研究所成果報告, 2466, (1965)
- 5) T. A. Longo and B. Selikson; Semiconductor products, 11 (1963), 27.
- 6) J. P. Jan and W. B. Pearson; Phil. Mag. 8, (1963) 279.
- 7) C. Weaver and L. C. Broun; Phil. Mag. 8, (1961).