微結晶 Cu-Cr-Zr 合金の高サイクル疲労特性

High cycle fatigue property of ultra-fine grained Cu-Cr-Zr alloys

○村中 一孝 (金沢大・院) 山崎 工 (津田駒工業(株))
北川 和夫 (金沢大・工)

Kazutaka MURANAKA, Kanazawa university, Kodatsuno2-40-20, Kanazawa-city, Isikawa
Takumi YAMAZAKI, Tsudakoma Industrial Co., Ltd.
Kazuo KITAGAWA, Kanazawa university

1. 緒言

産業分野に多用されるスポット溶接では電極が大電流、高圧力下で使用されるため、その電極材には強度、耐熱性、導電性が特に求められる。主な材料としては、析出強化型合金であるCu-Cr-Zr合金やCu-Cr合金などが利用されており、それらをさらに強化する方法として、ECAP法が注目されている。これは、材料に大きな加工ひずみを与えることにより結晶粒を微細化する加工法であり、添加元素を減少させることによる導電率の向上も期待できる。そこで本研究では、Cu-Cr-Zr合金をECAP加工により強化したものを製作した。この材料の時効処理後の硬さ及び導電率を測定し、得られた最適時効条件で処理したものについて引張特性、高サイクル疲労特性などを調査した。

2. 実験方法

供試材にはCu-0.8wt%Cr-0.05wt%Zr合金を用いた。これを1025℃にて40min溶体化処理した後、ECAP加工を行った。加工はチャンネル角度90°の金型を用い、室温大気中にて、押し出し(pass)ごとに押し出し軸回りに90°回転させるRoute Bcにより、押し出し速度0.4mm/secにて8回のpassを行った⁽¹⁾。この加工により均一にせん断ひずみを与えられた21×21×80mm³の寸法をもつ試料を得た(以後、As-ECAP材とする)。硬さ試験は微小硬度計を用いて測定荷重500N、15sec、の条件で行った。引張試験は室温、大気中において初期ひずみ速度10⁻³s⁻¹で行った。高サイクル疲労試験は室温大気中、正弦荷重波、周波数10Hz、応力比R=-1において、破断もしくは10⁷サイクルまでとした。

3. 実験結果

3.1 DSC 測定結果

DSC測定結果をFig. 1に示す。210℃より690℃付近までの区間で発熱のピークが観察された。また、約440℃と約680℃では顕著な発熱のピークが見られる。この結果より、210℃付近から析出の前段階として回復が起こり、その後析出が起こっているものと考えられる。約440℃で示された明確なピークは、Crの均一析出に関する発熱反応によるものと推察される。610℃付近から再び確認された発熱は、析出が一通り終わった後の、銅素地の再結晶に相当するものと考えられる⁽²⁾⁽³⁾。

Fig. 1 DSC analysis of the ECAP material

3.2 硬さ及び導電率

時効時間を1hとし、時効温度を変化させた時の硬さ及び導電率の関係をFig. 2に示す。時効温度450℃において硬さが最高値の約Hv203を示したが、その後、過時効または再結晶と思われる低下を示した。導電率は650℃で最高値の約89.8(% IACS)を示した。硬さのピークを示した時効温度450℃で時効時間を変化させたときの硬さ及び導電率変化をFig. 3に示す。時効時間2hで硬さは最高値の約Hv208を示した。このときの導電率は76.3(% IACS)であった。これより、時効処理条件を450℃、2hと決定した(以後、ECAP-Aged材とする)。

Fig. 2 Vickers hardness and electrical conductivity of ECAP material with aging temperature.

Fig. 3 Vickers hardness and electrical conductivity of ECAP material with aging time.

3.3 時効処理前後の内部組織変化

時効処理前,時効処理後での内部組織のTEM像をそれぞれ Fig. 4(a),(b),(c) に示す. As-ECAP 材において, 平均結晶粒径は 200nm~500nm であった. 通常, 多結晶材料の平均結晶粒径は数十 μm であり, ECAP 加工によって結晶粒が微細化されたと言える. また, 析出物は粒界, 粒内ともに観察されなかった.

ECAP-Aged 材では, セル壁に囲まれた亜結晶粒を含む部分の結晶粒径は 200nm~500nm であった. また, 約 5nm の析出物が, 粒界, 粒内ともに観察された (Fig. 4(c)).

Fig. 4 TEM micrographs of ECAP materials:(a) As-ECAP material, (b) ECAP-aged material, (c) ECAP-aged material.

3.4 引張特性

3.4.1 応力-ひずみ曲線

引張試験による As-ECAP, ECAP-Aged 材の応力-ひずみ曲線を Fig. 5 に示す. 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) は As-ECAP 材においては約 490MPa, ECAP-Aged 材では約 630MPa と上昇した. これは Cr 及び Zr の析出による析出硬化によると考えられる⁽⁴⁾. また, 0.2% 耐力の上昇に伴って, 伸び (δ) が As-ECAP 材では 16%, ECAP-Aged 材では 14% と低下した.

さらに, As-ECAP, ECAP-Aged の両材料で降伏直後に軟化を示していることが分かる. この降伏直後の軟化は ECAP 加工を行った高転位密度材料によく見られる現象である⁽⁵⁾.

Fig. 5 Stress-Strain curves of As-ECAP and ECAP-aged materials.

3.4.2 引張破断面の観察

As-ECAP, ECAP-Aged 材の引張破断面の SEM 像を Fig. 6(a),(b) に示す. 両方の試料において, 延性破壊の特徴であるディンプルが観察された. これは均一な引張の時にできる等軸ディンプルであり, 均一な引張がなされたことを示している⁽⁶⁾. また, ECAP-Aged 材において As-ECAP 材より大きいディンプルが観察された.

Fig. 6 SEM micrographs of fracture surface:(a) As-ECAP material, (b) ECAP-aged material.

3.5 高サイクル疲労特性

Fig. 7, に高サイクル疲労試験により得られた S-N 曲線を示す. 10^7 回以上は不明であるが, 試験の時間上 10^7 サイクルを疲労限とした. 疲労限は As-ECAP 材で約 170MPa, ECAP-Aged 材で約 245MPa である. したがって ECAP 材を時効処理することにより疲労限は約 1.4 倍に上昇したことになる. この結果は時効処理による 0.2% 耐力の上昇と対応している. これは, 高サイクル疲労試験は弾性域において応力振幅制御で行っているため, 弾性域の大きさと疲労限の大きさが対応したものであると考えられる.

Fig. 7 S-N diagram of AS-ECAP and ECAP-aged materials.

4. 結言

ECAP 加工により微結晶化した析出硬化型合金の Cu-Cr-Zr 合金の硬さ, 導電率, 引張特性, 高サイクル疲労特性などを調査した結果, 以下のような結論を得た.

- (1) 微細化された組織の平均結晶粒径は 200~500nm である.
- (2) ECAP 加工後の時効処理により, 硬さ Hv208, 導電率 76.3(% IACS) となり, 0.2% 耐力は 630MPa に上昇したが, 伸びは 14% に低下した.
- (3) 時効処理することにより疲労限は著しく上昇した.

参考文献

- (1) 堀田義治, 古川 稔, 他 2 名: まてりあ, 37(2001)767
- (2) 鈴木, 川勝, 北野: 日本金属学会誌, 31(1967), 342
- (3) 鈴木, 菅野: 日本金属学会誌, 36(1972), 363
- (4) 鈴木, 菅野, 川勝: 日本金属学会誌, 38(1969), 628
- (5) A. Vinogradov, V. Patlan, 他 2 名: Acta Materialia, 50(2002), 1639
- (6) 日本材料学会フラクトグラフィ部門委員会, フラクトグラフィ, (2000), 丸善