306 電着銅薄膜の再結晶粒に着目した接触面圧計測法

Measurement of Contact Pressure using Recrystallization of Electrodeposited Copper Foil

正 北岡 征一郎(鳥取大) 正 小野 勇一(鳥取大) ○学 山根 正次(鳥取大院)

Seiichiro KITAOKA, Tottori University, Koyama, Tottori

Yuichi ONO, Tottori University, Koyama, Tottori

Shoji YAMANE, Tottori University, Koyama, Tottori

Key Words : Experimental Stress Analysis, Electrodeposited Copper Foil, Micro Projections

Static pressure, Recrystallization

1. 緒 言

電着銅薄膜に加熱処理を施すと再結晶粒が生ずる。一般に再結晶化率は、銅薄膜の変形量、加熱処理温度および加熱処理時間に依存する⁽¹⁾。したがって、銅薄膜の変形量と加熱処理による再結晶粒の発生量の関係を定量化できれば、これを利用した静圧測定が可能になると考えられる。

図1に示すように、微小な突起内部に銅よりも強度が高いニッケルの核を有する銅薄膜の突起部に静圧を与えれば、突起部近傍の底面に局部的に大きな変形が生ずることが予測される。そこで、この薄膜により静圧と再結晶粒の発生量の関係を調査するとともに、両者の関係を利用して平面に平面底円柱を押し付けた場合の圧力分布の計測が可能か検討した。

2. 実験方法

2.1 圧力負荷装置 静圧試験および圧力分布試験における圧力負荷装置の概観を図2(a), (b)に示す。ここに、圧力伝達面の直径は6mmである。図(a)の材料には炭素工具鋼(SK-3)を使用し、旋削で概形を製作した後、焼入れ(830℃ 20min 保持)、焼もどし(180℃ 60min 保持)を行った。さらに、圧力伝達面は精密研磨機を用いて $R_{\max}=0.13\mu\text{m}$ に仕上げた。図(b)の円柱圧子にはS55Cを使用し、上面には鏡面仕上げを施した。なお、圧力負荷装置の上部にはベアリングボールを埋め込むことにより、点接触による一様な負荷の伝達を実現した。

2.2 微小突起を有する電着銅薄膜の作製 微小球状突起を有する電着銅薄膜は陰極となるステンレス板に鏡面仕上げを施した後、図3のような圧痕を打ち込み、これに、表1に示した条件でめっきを施した。ニッケルめっき作製後、最終電着面の突起の裏側には窪みがあるため、これを耐水研磨紙により研磨し、平滑面とした後に再度銅めっきを施して、突起内部にニッケルを有する電着銅薄膜を作成した。作製した薄膜の断面図を図4に示す。薄膜の厚さは約65 μm 、突起高さは約30 μm である。

Fig.1 Copper foil included nickel core in the micro projection

Fig.2 Geometry and dimensions of apparatus

Fig.3 Configurations of micro projections

Fig.4 Cross-section of micro projection

Table.1 Composition of plating solution and condition

(a)Nickel plating		(b)Copper plating	
$\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2$	300 g	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	250 g
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	30 g	H_2SO_4	80 g
H_3BO_3	30 g	H_2O	1000 g
H_2O	1000 g	Plating duration	20 min
Plating duration	40min	Current density	550 A/m ²
Bath temperature	50 °C	Voltage	2.0 V
Current destiny	300A/m ²		
voltage	3.0 V		

2.3 実験方法 図2の圧力負荷装置の圧力伝達面に薄膜を挟み、MTS 材料試験装置に装着して種々の静圧を負荷した。負荷後、真空炉にて熱処理を行い、突起底面の再結晶粒発生密度を計測した。なお、再結晶粒発生密度の計測には、光学顕微鏡(オリンパス製 BX51M)、画像処理ソフト(Win ROOF MITANI Corporation)を使用した。

3. 実験結果および考察

3.1 加熱処理条件の選定 図5, 6, 7に種々の加熱処理条件における加熱処理を施した最終電着面の観察例を示す。図中の白色の部分は再結晶粒である。熱処理時間が同じ場合、温度が高ければ再結晶粒の発生量が多くなり、熱処理温度が同じ場合、時間が長ければ再結晶粒の発生量が増加することがわかる。また、静圧が大きくなるにつれて再結晶粒の発生量が多くなり、再結晶化現象の特徴を示している。これより再結晶粒の観察に適した加熱処理条件は140°Cで120minとした。

3.2 再結晶粒の静圧依存性 次に、140°C-120minの加熱処理条件で、種々の圧力における再結晶粒の発生量を観察し、静圧と再結晶粒の発生量の関連性を調査した(図6)。図8に、再結晶粒発生密度 D と静圧 p_s との関係を示す。図より、静圧が大きくなるにつれて再結晶粒の発生量も増加していることがわかる。したがって、両者の関係を定量化することにより、再結晶粒の発生量から静圧を求めることが可能になると考えられる。

3.3 圧力分布 図9に、図2(b)の圧力負荷装置を用いて、700MPaの静圧を負荷した薄膜の最終電着面の観察例を示す。図より、中心付近では再結晶粒の発生量は少なく、端部で再結晶粒の発生量が多くなっている。これより端部では大きな圧力が作用したことがわかる。これは、無限平面に剛体円柱を押し付けた場合の圧力分布の特徴と一致している。すなわち、本手法により圧力分布の計測が可能であると考えられる。

参考文献

(1)武井英雄, 金属材料学, (1977), 51-52, 理工学社。

Fig.5 Surface of final electrodeposited side after heating (100°C-120min)

Fig.6 Surface of final electrodeposited side after heating (140°C-120min)

Fig.7 Surface of final electrodeposited side after heating (140°C-180min)

Fig.8 Relationship between Re-crystallization density and p_s

Fig.9 Surface of final electrodeposited side after heating