119 粒子成長方向を利用した電着銅薄膜による応力測定法 Copper Electroplating Stress Measurement Method Using Direction of Grain Growth

正 小畑 良洋 (鳥取大院) 正 小野 勇一 (鳥取大院)
○ 学 中尾 彰敬 (鳥取大院)

Yoshihiro OBATA, Yuichi ONO, Akihiro NAKAO

Tottori University, Dept. of Mechanical Engineering, Koyamacho Minami 4-101, Tottori, 680-8552 Japan

Key Words : Experimental Stress Analysis, Fatigue, Nondestructive Inspection, Copper-electroplating Method

1. 結 言

銅めっき応力測定法⁽¹⁾は、繰返し負荷を受ける機械要素に接着した銅薄膜に発生する再結晶粒子（成長粒子）を利用した測定法である。すなわち、薄膜に発生する成長粒子の密度は機械要素に作用したせん断応力振幅とその繰返し数に支配され、これらの間の構成式が実験的に導かれている⁽²⁾。したがって、所定の繰返し数のもとで成長粒子の発生密度を計測することにより、機械要素に作用したせん断応力振幅の計測が可能となる。また、薄膜に微小な円孔を作製し、円孔縁から発生する成長粒子やすべり線を利用すれば、疲労強度評価などに重要となる主応力振幅の計測も可能になることが明らかにされている⁽³⁾。しかし、この方法は二軸応力比 C ($=$ 第二主応力 σ_2 / 第一主応力 σ_1) の正負により主応力を求める基礎式が異なるため、 C の符号を予め知っておく必要がある。

ところで、成長粒子は一般に方向性を有する。これは、薄膜に作用する最大せん断応力成分の作用方向に粒子が成長するためであると考えられる。すなわち、粒子の成長方向は、 C が負となる場合は薄膜の平面内に、 C が正となる場合は薄膜の厚さ方向に成長することになる。したがって、粒子の成長方向を利用すれば、 C の正負の判断ができると考えられる。以上の観点から C の符号を判定するために、薄膜内に発生する粒子の成長方向に着目した方法について検討した。

2. 実 験 方 法

2.1 電着銅薄膜の作製 銅薄膜は、鏡面仕上げを施したステンレス板に硫酸銅浴中でめっきを施した後、めっき部をステンレス板より剥離することにより得た。薄膜の厚さは約 25 μm である。

2.2 試験片及び試験機 図 1 に試験片の形状・寸法を示す。 $C < 0$ となる試験は、図 1(a) に示すような平滑試験片を用い、試験機にはシェンク式疲労試験機(60Hz)を使用した。 $C > 0$ となる試験は、図 1(b) に示すような円板の試験片を用いた。これを図 2 に示す試験治具に取り付け、電気油圧制御式疲労試験機(60Hz)により下から円板を圧縮するようにした。なお両試験とも、試験片素材はチタン合金であり、ひずみゲージ用瞬間接着剤を用いて試験片に銅薄膜を接着した。

2.3 実験方法 表 1 に示す各 C に対して、試験片に作用するせん断応力振幅 τ_{max} と繰返し数 N を種々に設定し、繰返し負荷試験を行った。試験終了後、銅薄膜に電解研磨とエッチング処理を行い、光学顕微鏡にて成長粒子の画像を撮影し、画像処理ソフトにより粒子の成長方向 θ と成長粒子発生密度 ρ^* を計測した。図 3 に発生した成長粒子の一例を示す。

Table1 Biaxial stress ratio in each experimental condition

Machine type	Shenck type			Servo-hydraulic	
θ or r	90°	60°	30°	10mm	0mm
C	-1.0	-0.52	-0.16	0.8	1.0

Fig.1 Geometry and dimensions of test specimen

Fig.2 Axial bending of disk type specimen

3. 実験結果

図3より、 $C < 0$ の場合、多くの粒子が最大せん断応力の方向に成長し、その成長軸は 90° の位相をもっていることが確認できる。一方、 $C > 0$ の場合、粒子に方向性は見られるが、成長軸の明確な位相差は確認できない。そこで各々の条件に対する θ の相対度数分布の一例を図4に示す。 $C < 0$ の場合、ピーク値が 90° 毎に発生する分布となることがわかる。一方、 $C > 0$ の場合、 $C < 0$ のときのような分布の特徴は見られない。

また $C < 0$ の場合に対して、最大せん断応力の方向 θ^* は次式で表される。

$$\theta^* = \frac{1}{2} \cos^{-1} \frac{1+C}{1-C} + \frac{2n+1}{4} \pi \quad (n=0,1) \quad (1)$$

これを図4に表示した。なお、図中の m は測定対象とする成長粒子の個数である。図から粒子の成長方向 θ のピーク値と最大せん断応力の方向 θ^* は、ほぼ一致することがわかる。つまり、 $C < 0$ の場合、粒子の成長方向は最大せん断応力の方向に起こりやすいことがわかった。

次に図4の結果をもとに、定量的に C の符号を判定する方法を検討した。 $C < 0$ の場合の周期性を表現するために、分布形を次の関数で近似する。

$$f = j \sin \left(\frac{2\pi}{k} \theta + l \right) + f_0 \quad (2)$$

ここで、 f は θ の相対度数、 j はピークの高さの約半分（振幅）を表す定数、 k はピークの間隔（周期）を表す定数、 l は位相角、 f_0 は縦軸方向への関数の平行移動量である。また図4(a)には、式(2)により得られる曲線を表示した。図から近似式は θ の相対分布をうまく表せているとみなせる。

ここで C の符号を判定するのに適したパラメーターは j と k と考えられる。そこでこれらの値を表2に示す。まず k の値に注目すれば、 $C < 0$ の場合、ほぼ 90° に近い値となっているが、 $C > 0$ の場合は 90° とかなり異なる値となっている。また、 j の値も $C < 0$ の場合は $C > 0$ の場合と比べて大きい値となる。したがって、 C の符号の判定は以下になる。まず k の値が $90^\circ \pm 10^\circ$ の範囲内にあるか確認する。これを外れるようであれば、 $C > 0$ と判断できる。また $C > 0$ の場合でも近似の過程で k の値が偶然 90° 程度になる可能性がある。そこで、次に j の値を比較して、表2に示すような高い値であれば $C < 0$ であり、そうでなければ $C > 0$ と判断できる。

Table2 Experimental coefficients in equation (2)

		$C < 0$			$C > 0$	
C		-1.0	-0.52	-0.16	0.8	1.0
$m=50$	j	8.95	6.89	6.79	3.27	1.99
	k	98.47	88.52	80.54	172.5	53.1
$m=100$	j	8.64	6.41	5.54		
	k	92.85	90.50	87.22		
$m=150$	j	8.20	6.13	5.40		
	k	96.25	84.15	87.46		

参考文献

- (1) 大久保肇, 銅めっき応力測定法,(1965),朝倉書店.
- (2) 北岡征一郎他, 機論, 69-679, A(2003), 565-570
- (3) 北岡征一郎他, 機論, 72-720, A(2006), 1145-1152

(a) $C = -0.52$, $\tau_{\max} = 60$ MPa

(b) $C = 1.0$, $\tau_{\max} = 60$ MPa

Fig.3 Grown grains occurred at the copper foil

(a) $C = -0.52$

(b) $C = 1.0$

Fig.4 Relative frequency diagram of grain growth direction