銅めっきの成長粒子発生密度と繰返し応力の関係*

加 藤 章**

Relation between Density of Grown Grains in Copper Plating and Cyclic Stress

by

Akira KATO

(Chubu Institute of Technology, Kasugai)

When a copper plated specimen is subjected to cyclic stress, grown grains appear in the plating zone. In this investigation, the relation between the density of grown grains and the stress amplitude has been examined. The result showed that the relation between the grown grain density r and the stress amplitude τ was expressible by the equation, $\tau = A + B \cdot \ln(1/r - 1)$, where A and B are constants determined by the number of stress cycles and the plating solution. Thus, when the coefficients A and B are obtained in advance for the plating solution to be used, the stress at the measuring portion can be found from the above equation by measuring the density of grown grains at the portion. By using the above method, the stress concentration factor of the shaft with a semi-circular groove in torsion was measured. It was found that this method was an accurate way for stress analysis.

(Received Aug. 27, 1980)

キー・ワード：応力測定，銅めっき，繰返し応力，結晶粒成長

1 緒 言

銅めっきした試験片に繰返し荷重をかけると、めっき層の結晶粒子の中に成長するものが現れるが、成長粒子の発生状態は応力振幅および繰返し数によって決まる。この現象を応力測定に応用したのが銅めっき応力測定法である¹⁾。

この方法を用いて応力測定を行う場合、著者らは従来から次のような方法をとっている。すなわち、応力繰返し数を一定にして応力振幅を変え、それぞれの応力振幅に対する成長粒子の発生状態を表す標準写真をあらかじめ求めておき、応力を測定したい箇所における成長粒子の発生状態を示す写真をこれらの標準写真と比較して測定箇所の応力を推定する方法である。この方法は写真を用いて客観的に応力を判定できるので、精度が高いのと同時に、測定に熟練していない実験者にも容易に応用できるので便利である。しかしながら、地金の材質の微視的不均一により同一応力でも成長粒子の発生状態は微視的には場所によって異なることになる。そこで最近、大久保と著者は写真のばらつきを平均化するために巨視的に同一応力状態にある四箇所に

おける成長粒子の発生状態を一枚のフィルムに四重写しにする方法を考案した²⁾。そして、この方法を用いてかなり精度の高い結果を得ている。

これまでの方法では、成長粒子の発生密度を写真で判定する方法を用いているが、写真の違いを目で判定するだけでは測定が定性的になるおそれがある。そこで、本研究ではめっき層に発生する成長粒子の面積率を測定することによって発生密度を定量的に表すことにした。そして、発生密度と繰返し応力との関係を調べ、これらの間に一定の関係があることを確めた。さらに、この関係を用いて実際に応力の測定を行った。

2 成長粒子の発生密度の測定

本研究で使用した試験片素材はS45Cの引抜き丸棒である。素材を820℃、1時間保持後、空冷の熱処理をした後、所定の形状に機械加工した。そして、エメリーパー仕上げをし、次に粒径5μmのアルミナを用いてバフ仕上げをしたのち銅めっきを施した。めっき条件は従来から用いられているものと同じで、アルカリめっきと酸めっきの二層からなっている¹⁾(Table I)。また、本研究ではシエンク式疲労試験機を用いて繰返しねじり荷重を加えた(繰返し速度1500 cpm)。

めっき層の成長粒子の発生密度を面積率で示したわ

* 原稿受理 昭和55年8月27日

** 正 会 員 中部工業大学 春日井市松本町

Table I. Composition of plating solution and plating conditions.

	Alkaline copper plating	Acid copper plating
Composition	Copper cyanide CuCN 23 g Sodium carbonate Na ₂ CO ₃ 10 g Sodium cyanide NaCN 30 g Distilled water H ₂ O 1 000 cc	Copper sulfate CuSO ₄ ·5H ₂ O 250 g Sulfuric acid H ₂ SO ₄ 80 g Distilled water H ₂ O 1 000 cc
Current density	0.006 (mA/mm ²)	0.3 (mA/mm ²)
Bath temperature	30 (°C)	30 (°C)
Plating time	20 (min)	15 (min)

けであるが、面積率は次の方法で求めた。すなわち、めっき層を電解研磨、エッチングした後、組織を 100 倍の写真に撮り (Fig. 1), この写真を図に示すような直線で分割する。そして、各直線上で直線が成長粒子を切る部分の長さを測定して、直線の全長に対する割合を求める。そして、すべての直線上でこれらの割合を求めて平均をとるのである。実際には分割を無限に細かくしなければ、真の面積率は得られないわけであるが、分割が充分細かければ、真の面積率に近い値が得られると考えることができる。例えば、Table II は分割の間隔を変えて Fig. 1 の面積率を測定したものである。表から明らかなように、間隔を 5 mm (実物寸法 0.05 mm) 以下にすれば面積率はあまり変化しなくなる。したがって、間隔 5 mm に対する測定結果を真の面積率と考えても大きな誤差は生じないといえる。以上の結果から、本研究では 5 mm 間隔で成長

Fig. 1. Division of micrograph.

Table II. Effect of division interval on measured value of the grown grain density.

Interval of division (mm)	Density (%)
10	34.3
5	31.9
2	31.0
1	31.3

粒子の面積率を測定し、これを発生密度とした。

3 成長粒子の発生密度と繰返し応力の関係

まず、応力繰返し数を指定して成長粒子の発生密度と繰返し応力との関係を調べてみた。

テーパ試験片にめっきを施し、繰返しねじり荷重を加え、 $N=0.75 \times 10^6$, 1×10^6 , 1.5×10^6 , 2×10^6 , 3×10^6 の各繰返し数で試験機を止めて、それぞれの繰返し数においてテーパ試験片のいくつかの応力位置にお

Fig. 2. Occurrence of grown grains ($N=1.5 \times 10^6$). Arrow indicates line of shaft axis.

ける成長粒子の発生状態を写真に収めた。一例として、Fig. 2 に $N=1.5 \times 10^6$ の場合の成長粒子の発生状態を示した。これらの各写真の成長粒子の発生密度を求めたわけであるが、ここでは各応力に対して一円周上の四箇所における成長粒子の発生密度を求め、それらの平均をとった。これらの実験結果から成長粒子の発生密度 r とせん断応力 τ との間には Fig. 3 に示すような関係があることがわかった。

Fig. 3. Relation between density of grown grains and stress amplitude.

次に、縦軸を $\ln(1/r-1)$ 、横軸を τ にとって Fig. 3 の関係を表してみると、Fig. 4, Specimen 1 に示したようになり、 $\ln(1/r-1)$ と τ とは直線関係にあることがわかる。すなわち、これらの関係は次式

$$\ln\left(\frac{1}{r}-1\right) = a + b\tau \quad (1)$$

によって表される。最小自乗法を用いて実験結果から係数 a 、 b を求めれば、Table III のようになる。また(1)式を書き直せば

$$\tau = \frac{-a + \ln\left(\frac{1}{r}-1\right)}{b} = A + B \ln\left(\frac{1}{r}-1\right) \quad (2)$$

となる。

つぎに、この関係の再現性を検討するために、上述の場合と同じめっき液を使用し、別の2本の試験片 (Specimen 2, 3) を用いて繰返し応力と成長粒子の

Fig. 4. Relation between $\ln(1/r-1)$ and stress amplitude.

Table III. Coefficients a and b .

N	a	$-b$
0.75×10^6	23.67	1.73
1.0	25.38	2.00
1.5	29.67	2.54
2.0	35.28	3.16
3.0	35.79	3.40

Table IV. Coefficients A and B .

N	1.0×10^6		2.0×10^6	
	A	$-B$	A	$-B$
Specimen				
1	12.69	0.500	11.16	0.316
2	12.76	0.426	11.28	0.351
3	12.81	0.465	11.19	0.290

発生密度との関係を調べてみた。 $N=1 \times 10^6$ 、 2×10^6 の場合について実験を行い、実験結果から(2)式の係数 A 、 B を求めた。Specimen 1, 2, 3 に対する係数は Table IV に示すとおりであるが、それぞれの試験片に対する係数値はかなりよく合っていることがわかる。また、Specimen 2, 3 に対する係数値を用いて τ と $\ln(1/r-1)$ との関係を表す直線を引けば、Fig. 4 に示すように Specimen 1 に対する直線とよく合っている。したがって、繰返し応力と成長粒子の発生密度との間には常に(2)式で表される関係があるといえる。また、同じめっき液を使用すれば、(2)式の係数 A 、 B はほぼ一定値をとると考えても差しつかえないことが明らかになった。

4 半円形円周溝の応力集中率

以上の結果から、(2)式の係数はめっき液によって決まることが明らかになった。したがって、使用めっき液に対して係数 A 、 B を求めておきさえすれば、同じめっき液でめっきした試験片の応力を測定しようとする箇所の成長粒子の発生密度 r を測定することにより、その箇所の応力は(2)式によって容易に求められるわけである。

つぎに、この方法を用いて半円形円周溝をもつ丸軸がねじりを受ける場合の応力集中率を測定してみた (Fig. 5)。軸の寸法は、溝底の曲率半径 $\rho=1.25$ mm、最小直径 $d=10$ mm、すなわち $\rho/d=0.125$ である。この場合の実験結果は Table V に示すとおりである。

Fig. 5. Shaft with a semi-circular groove.

Fig. 6. Grown grains occurred at the root of groove.

Table V. Stress concentration factor of the grooved shaft.

T (kg·m)	N	τ_0 (kg/mm ²)	$r \times 100$ (%)	$\tau_{\max}$ (kg/mm ²)	k
1.64	1.0×10^6	8.33*	14.9	11.8	1.42
1.57	2.0×10^6	8.00	69.3	11.4	1.43

(* $d=10.01$ mm)

まずねじりモーメント $T=1.64$ kg·m の繰返しねじり荷重を $N=1 \times 10^6$ 回加えてみた。 τ_0 は軸の最小断面を基準とした公称応力であるが、この試験片では $d=10.01$ mm であったので、 $\tau_0=8.33$ kg/mm² となる。この場合の溝底の成長粒子の発生状態を Fig. 6 に示す。本研究では溝底の幅 0.2 mm の領域の成長粒子の発生密度を測定した。また、溝底の円周上の八箇所における発生密度を求め、平均をとった。その結果、成長粒子の発生密度は 14.9% となった。Table IV, Specimen 1 の $N=1 \times 10^6$ の場合の係数 A , B を用い、(2)式によって計算すれば、溝底の応力は $\tau_{\max}=11.8$ kg/mm² となる。したがって、応力集中率は $k=\tau_{\max}/\tau_0=1.42$ になる。

つぎに、同一寸法比の軸に $T=1.57$ kg·m、すなわち $\tau_0=8.00$ kg/mm² を $N=2 \times 10^6$ 回加えたところ、溝底の成長粒子の発生密度は 69.3% となった。 $N=2 \times 10^6$ の場合の係数値 (Table IV, Specimen 1) を用いて最大応力を計算すれば、 $\tau_{\max}=11.4$ kg/mm² となるので、応力集中率は $k=1.43$ になる。

以上の場合には、(2)式の係数値として Specimen 1 によるものを用いたが、Specimen 2 および 3 による係数値を用いて応力集中率を計算すれば次のようになる。まず、前者の場合、すなわち $N=1 \times 10^6$ の場合には、いずれの係数値を用いても $k=1.44$ になる。また後者の場合、すなわち $N=2 \times 10^6$ の場合には、Specimen 2 による係数値を用いれば $k=1.44$, Specimen 3 による係数値を用いれば $k=1.43$ になる。これらの値は上述の Specimen 1 に対する係数値を用いて求めた値と比べてほとんど違いがない。このことは、

ここで用いた方法がきわめて精度の高いものであることを示すものといえる。

同じ寸法比の軸に対する応力集中率はすでに数値計算によって求められている。比較的最近のものでは、Matthews らの計算値は $k=1.43$ であり、西谷らの計算値は $k=1.435$ である。本実験の結果はこれらの値ともきわめてよく合っている。

一般に、応力集中率 (形状係数) は素材が等質、等方質の連続体であるとの仮定のもとに定義されている。しかし、実際の材料には等質、等方質のものなどはないから、応力集中率を測定する場合には測定箇所で見視的に等質、等方質とみなせるような範囲の平均応力を求めなければならない。そのためには素材の結晶粒を小さく、かつ均質化するとともに、測定箇所をできるだけ広い範囲にして応力の平均値を求める必要がある。

著者らがすでに報告した四重写しの方法では、四箇所における成長粒子の発生状態を平均化するわけであるから、顕微鏡の視野の四倍の範囲の平均応力を求めていたことになる。しかしながら、成長粒子の重なり合うことを避けることと、フィルムの感度などの点から考えてこれ以上多くの箇所において重ね写しをすることは困難である。

しかるに、本研究の方法では測定箇所の数はいくらかでも多くとることができるので、材料を等質、等方質の連続体とみなした場合の応力を測定する場合には非常に有効である。しかしながら、めっき法では試験片間で成長粒子の発生密度のばらつきが多少あるので (Fig. 4), 必要以上に測定箇所を多くして一本の試験片の中の成長粒子の発生密度を正確に測定してもそれほど効果がないといえよう。本実験の結果から考えれば、八箇所程度の平均値をとれば充分といえよう。

5 結 言

本研究では繰返し応力によってめっき層に発生する成長粒子の発生密度を面積率によって定量的に表し、発生密度と繰返し応力との関係について詳細に調べてみた。その結果、成長粒子の発生密度と繰返し応力との間には(2)式に示すような関係が成り立つことが明らかになった。したがって、あらかじめ(2)式の係数 A , B を求めておけば、測定したい箇所の成長粒子の発生密度を求めることによりその部分の応力は(2)式によって容易に求めることができる。この方法を用いれば、成長粒子の発生密度の違いを目で判定する従来の方法に比較して、より客観的な測定ができるものといえよう。さらに本研究では実際にこの方法を用いて半円形の円周溝をもつ丸軸がねじりを受ける場合の応力集中率を測定し、きわめて精度の高い方法であることを示した。

終りに、本研究に関して有益なご助言を賜った中部工業大学の久保肇教授に深く感謝するとともに、実験に協力された当時の中部工大学生、野田嘉久君、古田敏勝君に感謝の意を表したい。

(昭和55年7月24日 日本機械学会・精機学会東海支部岐阜地方講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) Okubo, H., Electroplating Method of Stress Analysis and Applications to Engineering Problems, Nagoya Univ. (1969); 久保肇, 銅めっき応力測定法 (1965) 朝倉書店
- 2) Okubo, H., and A. Kato, J. Strain Analysis, Inst. Mech. Engrs., **12**-1, 41 (1977).
- 3) Matthews, G. J., and C. J. Hooke, J. Strain Analysis, Inst. Mech. Engrs., **6**-2, 124 (1971).
- 4) 西谷弘信, 橋本健一, 日本機械学会論文集, **43**-374, 3642 (1977).

書 評

Materials Research and Engineering Vol. 2 “Superplasticity”

K. A. Padmanabhan ; G. J. Davies (共著)

(1980年, Springer-Verlag 発刊, 250×170 mm, 312頁, DM64.-)

この著書は材料の科学と技術に関する MRE シリーズの第2巻として刊行された超塑性を題目としたもので、力学的および組織学的観点、環境効果、基礎および応用なる副題がついており、西独エルランゲン大学の Ilschner 教授の監修になるものである。

第1章は歴史的な序論であり、最初の超塑性の観察から、最近のこの現象の興味の復活にふれている。第2章は超塑性変形の力学と超塑性挙動の評価なる題目の下に、超塑性材料の引張試験における応力、ひずみ、ひずみ速度の関係をひずみ速度感受性指数 m 値等を用いて示している。また、塑性不安定性としてくびれの開始、 m 値と伸びの関係を述べ、 m 値について他の方法での測定値との比較についても述べている。第3章では今まで発表された合金の実例を示し、ひずみ速度と応力、結晶の様相、集合組織などの変形の特徴を述べている。第4章は超塑性の理論的取扱について述べた章で、多くの理論式の提案について説明している。第5章では主として熱サイクルによる変態超塑性について、実例と理論面からの取扱いを述べている。第6章は超塑性の応用に関する章であり、各種の成形法への応用と使用される合金について述べてある。

超塑性についてのまとまった著書として最初のものであり、この方面に関心がある場合、好都合な出版物である。
(京都大学工学部 足立正雄)