X線法によるポリイミド基板スパッタ銅薄膜の変形挙動の評価*

秋庭義明^{*1}, 木村英彦^{*1}, 鈴木剛^{*2}Evaluation of Deformation Behaviour of Cu Thin Films Sputtered
on Polyimide Films by X-Ray MethodYoshiaki AKINIWA^{*3}, Hidehiko KIMURA and Tsuyoshi SUZUKI^{*3} Department of Mechanical Science & Engineering, Nagoya University,
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya-shi, Aichi, 464-8603 Japan

Copper thin films were fabricated by RF-magnetron sputtering under target power densities of 0.5 and 5 W/cm². The polyimide film was used as a substrate to apply a plastic deformation to the copper thin film. Average grain sizes of the copper films obtained at 5 W/cm² were 125 nm and 230 nm. On the other hand, the sizes at 0.5 W/cm² were about 50 nm. Load-controlled and strain controlled cyclic deformation tests were conducted on the polyimide films where the copper films deposited. Stress, full width at half maximum (FWHM) of diffraction profile, crystallite size, and microstrain of the copper films were measured during the deformation tests using X-ray method. In the load-controlled tests, the crystallite size decreased with applied strain during loading period, although the applied strain hardly affect crystallite size during unloading. On the other hand, the microstrain during unloading period was sensitive to the applied strain: the microstrain increased after initial rapid decrease. In the strain-controlled tests, the X-ray stress averaged over a strain cycle decreased with strain cycles. This is because the copper film was subjected to large plastic deformation which can cause internal compressive stress during unloading. The averaged value of the FWHM decreased also with strain cycles. This decrease in the FWHM was consistent with texture development during cyclic loading. On the other hand, the changes in the crystallite size and the microstrain during cyclic loading were insignificant.

Key Words: X-Ray, Copper Thin Film, Plastic Deformation, Fatigue, Line Broadening, Crystallite Size, Microstrain

1. 緒 言

MEMS や電子デバイス産業では薄膜技術が極めて重要な役割を果たしており, 薄膜を機能構造材料として用いた製品の開発が進められている. また, 摩擦摺動特性の向上や, 防湿, 防錆を目的とした要素部材も多く, 広範な産業分野で薄膜技術の応用が進められている.

これら薄膜製品の実用にあたっては, 変形・強度の観点からの信頼性の確保が要求されるが, 薄膜化によって繊維配向の現出や結晶粒径の微細化が生じることから, 従来のバルク材とは異なる変形・強度特性を有する可能性があり^{(1)~(4)}, 強度特性を定量的に評価し, 破壊機構を明確にすることが求められる.

Readら⁽⁵⁾は, 半導体デバイス製造技術を用いて微小な銅薄膜単体試料を作成して機械特性を評価している. しかしながら試料作成が複雑なことや, 通常何らかの基板上に密着した状態で薄膜が用いられることから, シリコンやガラス等のぜい性材料や⁽³⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾, 鉄鋼材料を基板として⁽⁸⁾, 成膜された状態で繊維配向, 熱サイクルおよび負荷状態での薄膜の変形特性評価がなされている. また, ナノインデンテーション法による局所領域の変形挙動の評価も試みられているが⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾, 膜全体として, 比較的大きなひずみ領域までの変形特性の評価は困難であった. これに対して, Schadlerら⁽¹¹⁾⁽¹²⁾は高分子材料を基材として, その上に銅薄膜を成膜して変形挙動を評価した. Hommelら⁽¹⁾は, 本手法を拡張して, 単軸負荷過程での変形挙動を高ひずみ範囲まで詳細に観察している. また Kraftら⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾は疲労強度特性の評価に応用している. しかしながら, 静的な負荷に対しては, 主に負荷過程に注目して単調負荷下での変形挙動について検討されており, また, およそ 300 nm 以

* 原稿受付 2008年6月4日.

^{*1} 正員, 名古屋大学大学院工学研究科(〒464-8603 名古屋市千種区不老町).^{*2} 正員, 名古屋大学大学院工学研究科.

E-mail: akiniwa@mech.nagoya-u.ac.jp

上の結晶粒径の材料が対象で、それ以下の粒径の薄膜については明らかでない。

そこで本研究では、スパッタ条件を変化させることによって、結晶粒径を 50 nm から 230 nm とした銅薄膜をカプトンフィルム上に成膜し、除荷過程を含む単軸負荷および片振りの疲労試験を実施するとともに、X 線法を用いて変形過程での薄膜の応力を直接測定するとともに、結晶子寸法および微視ひずみ変化の観点から変形挙動を検討した。

2. 実験方法

2・1 材料及び試験片 銅薄膜の成膜は RF ミニスパッタ装置(ULVAC, MNS-2000-RF-T)を用いて行った。ターゲットにはフルウチ化学社製の 99.99%Cu を用いた。基板には東レ・デュポン社製のポリイミドフィルム(カプトン 500H)を用いた。ポリイミドフィルムの厚さは 125 μm である。まずフィルムを幅 6 mm の短冊状に切り取り、アセトンにて超音波洗浄を行った後、加工ひずみを除去するために 300 $^{\circ}\text{C}$ 、1 h の真空焼なましを施したものを用意した。成膜領域長が 30 mm 以上になるようにテフロンテープを用いてスパッタ装置試料台に取付けた。ターゲットと基板の間隔は 70 mm である。成膜条件を表 1 に示す。以下では、ターゲット出力密度 5 W/cm 2 で成膜した 2 材を T1, T2, 0.5 W/cm 2 で成膜した 2 材を T3, T4 と称する。

2・2 薄膜の表面性状観察 膜厚の測定はレーザー顕微鏡(KEYENCE 社製: VK-9510), および光干渉方式非接触顕微鏡(ZYGO New View 6200)を用いて行った。レーザー顕微鏡による測定は対物レンズ 50 倍、ピッチ 0.01 μm にて行い、光干渉方式非接触顕微鏡による測定は対物レンズ 10 倍にて行った。測定は両装置とも、テフロンテープにてマスキングされて成膜されていない部分と、成膜された部分の段差を測定することにより行った。1 つの試験片につき、両端近傍と中央部近傍の 3 箇所の画像を得た後、1 つの画像につき 3 点、合

計 9 点の段差を測定し、その平均を膜厚とした。成膜時には膜厚が 2 μm 程度になるように成膜時間を調整した。最終的な膜厚は表 1 に示すように 1.8 から 1.9 μm である。各基板上の Cu 薄膜の結晶粒径は、電界放射型電子顕微鏡 FE-SEM (JEOL JSM-7000F) を用いて表面観察を行った。図 1(a)に T2 試験片の SEM 写真を示す。ほぼ等軸粒状の個々の粒が明瞭に判別できる。図 (b)は同一試料について電子線後方散乱像法によって得られた(ただし観察位置は異なる)逆極点図(IPF マップ)である。IPF マップで観察される個々の結晶粒の大きさは SEM 像で観察される粒の大きさにほぼ対応しており、粒の一つが一結晶に対応することがわかる。線分法で得られる結晶粒径は 125 nm である。他の試料の写真は省略するが T1 の粒径は 229 nm で、0.5 W/cm 2 では 51 nm および 54 nm となり、ターゲット出力密度が小さい方が結晶粒径は小さくなった。

2・3 負荷過程での X 線測定 結晶の配向および薄膜の応力は、X 線回折装置 (Mac Science 社製: M21X) を用いて測定した。表面法線方向に関する配向性の確認は 111, 200 および 220 回折の強度を比較した。薄膜中の応力は、X 線回折装置にステッピングモータを利用した引張負荷装置を取り付けて基板ごと負荷してその場測定を行った⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。所定の荷重までマニュアルで負荷し、変位を固定した状態で X 線測定を行った。特性 X 線には Cr-K α 線を用い、Cu 220 回折を用いた。X 線条件を表 2 に示す。なお、X 線の弾性定数は結晶粒径が 10 μm の電解銅箔で得られた値である -504 MPa/deg を用いた⁽¹⁵⁾。公称ひずみは、高精度レーザー変位計 (KEYENCE 社製: LC-2400) によって測定された変位より算出した。ゲージ長さ(チャック間距

Table 1 Conditions for deposition of copper film.

Specimen No.		T1	T2	T3	T4
Loading type	Static	○	—	○	—
	Fatigue	—	○	—	○
Base pressure, $\times 10^{-5}$ Pa		3.7			
Working gas		Ar			
Working gas pressure, $\times 10^{-1}$ Pa		5			
Gas flow rate, sccm		13.5	15	14.5	14.5
Target power density, P W/cm 2		5		0.5	
Deposition time, min		37.5		628	
Film thickness, h μm		1.77	1.78	1.89	1.89
Grain size, d nm		229	125	50.8	54.3

(a) SEM image.

(b) IPF map.

Fig. 1 Grain observation (T2 specimen).

Table 2 Conditions for X-ray stress measurement

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	Cu 220
Diffraction angle, 2θ deg	127.22
Tube voltage, kV	40
Tube current, mA	200
Tilt angle, $\sin^2\psi$	0~0.5

(a) Relation between applied load and strain

(b) Relation between X-ray stress and strain

(c) Relation between FWHM and strain

Fig.2 Change of X-ray parameters during loading (T1 specimen, 5 W/cm²).

離)は20 mmで、変位測定分解能は0.2 μmである。なお、Cr-Kα線によるX線有効侵入深さは約3 μmであり、

試験片の厚み全体にわたる重み付き平均が得られている。また、回折線幅はばらつきを考慮して、 $\sin^2\psi=0, 0.1$ にて得られた値の平均を採用した。

2・4 疲労試験 疲労負荷時の変形挙動を観察するために疲労試験を行った。最低荷重を3 N、ひずみ幅を $\Delta\epsilon=1\%$ として、サイクル数1~30回までは上述の引張負荷装置を用いてマニュアルで負荷した。それ以降は電磁力式微小試験機(島津製作所, MMT-250NB-10: ロードセル容量250 N)を用いて周波数0.1 Hzにて行った。試験条件の設定は、手動負荷時に測定された最大荷重を参考に荷重制御とした。疲労試験中にはラチェット変形が進行するが、試験中はひずみ幅を常時モニターし、 $\Delta\epsilon=1\%$ となるように随時荷重を調整した。所定の繰返し数に達した時点で、試料を疲労試験機から引張負荷装置に付け替えてX線応力測定を行った。繰返し数は1000回までとした。

3. 実験結果及び考察

3・1 除荷を伴う静的負荷下における変形挙動 得られた銅薄膜の配向性は、ほぼ既報⁽¹⁵⁾で報告した電解銅薄膜と同様で、JCPDS4-836による回折強度と比較するとCu 220回折の相対強度が高く、Cu 111を基準とした場合、JCPDSカードのCu 220回折強度0.2に対して0.8から1.4である。

試料T1およびT3を用いて単軸負荷下の変形挙動を検討した。図2(a)にターゲット出力密度5 W/cm²のT1試験片で得られた負荷荷重とひずみの関係を示す。図中の黒印は除荷過程のデータを示している。図のように、負荷荷重が20, 40および60 Nに達した時点で、3 Nまで除荷し、その後再び負荷している。図中に示したAおよびCは、後述のようにX線応力がほぼゼロになったときのデータ点を示している。

この試料のX線の応力とひずみの関係を図2(b)に示す。通常の機械的な0.2%耐力を求める場合と全く同じ手順で、X線の応力に関して求められた0.2%耐力は223 MPaであり、図中に破線で示した。最初の除荷サイクルはほぼ弾性的な変化を示しており、ループは小さいが、40 Nから除荷した2番目のサイクルでは、最低荷重点での応力は初期値の残留応力値よりも小さくなる。これは銅薄膜よりもカプトンフィルムの塑性変形量が小さいためである。さらに60 Nからの除荷では、その傾向が顕著であり、ループも大きくなる。

半価幅とひずみの関係を図2(c)に示す。全ひずみで0.7%程度以上で半価幅の値が急増する。第3回目の除荷過程に注目する。最大負荷荷重である60 Nから除荷すると、大きな塑性変形によって増加した半価幅は、

Fig.3 Results of profile analysis for static loading
(T1 specimen, 5 W/cm²).

X線の応力がほぼゼロとなるA点までは、除荷とともに低下し、その後一定となる。負荷荷重が3 NとなるB点の直前までは一定のままで、B点になると再び増加する。この増加は、X線応力が圧縮側に大きくなったことからわかるように、圧縮の塑性変形によってもたらされたものと考えられる。その後、再負荷過程では半価幅が低下して、C点で最小値となり、このときの値はほぼ初期値に等しくなる点は興味深い。さらに負荷荷重を増加させると、半価幅は再び増加する。

Warren法⁽¹⁷⁾によるプロファイル解析によって得られた結晶子寸法と負荷ひずみの関係を図3(a)に示す。基準材料には銅の粉末材を用いた。図中の黒塗り印はやはり除荷過程でのデータを示しているが、煩雑さを避けるために、負荷荷重が60 Nからの場合のみを黒塗りで示した。全体的にばらつきが大きい、およそ初期値の50 nm程度から、負荷とともにやや減少し、

最大の負荷ひずみでおよそ32 nm程度となる。これは負荷過程に発生増殖した転位が結晶子として検出されるような転位ネットワーク構造を形成したことが原因と考えられる。60 Nからの除荷過程についてみると、除荷過程では若干増加する傾向が認められるが、その程度は小さい。最低負荷荷重のB点では再び小さくなる傾向が認められる。一方、再負荷過程では再度増加しており、C点付近では初期値にほぼ等しくなる。

図3(b)は微視ひずみ⁽¹⁷⁾の変化を示した。全ひずみがおおよそ0.7%程度より大きくなると、負荷とともに微視ひずみが急激に増加する。この挙動は図2(c)の半価幅の増加傾向とよく対応している。除荷過程では除荷とともに微視ひずみは急激に減少し、A点近傍で最小値をとり、このときの値はほぼ初期値に等しい。負荷荷重が最小となるB点では、微視ひずみが再び増加しており、やはり半価幅変化に対応していることがわかる。このことから、B点では圧縮の塑性変形が生じたことが伺える。再負荷過程では、微視ひずみが再び減少し、C点でほぼ初期値となる。以上より、半価幅変化の主要因は微視ひずみの変化であることがわかる。

なお結果は省略するが、結晶粒径が51 nmのT3材においては、除荷過程でX線応力がゼロになった時点で半価幅が初期値に戻ることを除いて、変化傾向はほぼ同様であった。

以上のことから、図2(c)における初期の負荷過程における半価幅の増加は、転位の増殖による微視ひずみの増加とともに、結晶子として検出されるような転位ネットワーク構造の形成に対応しており、除荷過程においては、発生した可動転位が除荷の初期に粒界等に吸収されて消滅するものの、ネットワーク構造が完全には解消されないことが示唆される。再負荷過程において圧縮時に増殖した転位が消滅するとともに、ネットワーク構造も解消されて初期に近い状態までもどるものと推察することができる。ただし再負荷過程で初期状態にまで戻る機構については今後検討の必要がある。また、微小結晶粒材の変形過程においては、せん断帯が形成されることが報告されているが⁽¹⁸⁾、本研究では負荷後に発生したき裂近傍でも、せん断帯やすべり帯は観察されなかった。これは、ポリイミド基盤の一樣変形のために、銅薄膜単体の変形挙動とは異なる形態が観察された可能性も考えられ、今後検討が必要である。

なお本研究では、平行ビーム法によるCu220回折プロファイルに対して解析を行っているため、必ずしも厳密なものではないが、およその傾向は捉えられているものと考えられる。

(a) Relation between X-ray stress and strain

(b) Relation between FWHM and strain

Fig.4 Change of X-ray parameters during fatigue (T2 specimen, 5 W/cm²)

(a) Change of crystallite size

(b) Change of microstrain

Fig.5 Results of profile analysis for fatigue loading (T2 specimen, 5 W/cm²)

以上の議論は限られたX線測定データに基づくものであり、具体的な転位構造に関しては明らかでない。転位構造については、TEMによる直接的観察が最も有効であるが、本結果からわかるように、除荷状態のみならず負荷過程での観察が必要であり、TEM内その場観察が望まれる。

3・2 疲労過程における変形挙動 構造用材料として薄膜を利用するためには繰返し疲労に対する変形挙動の把握も重要である。図4(a)は結晶粒径が125 nmのT2材の疲労試験中のX線の応力の変化を示したものである。全ひずみ範囲が1%でも、試料全体としてのラチェット変形が進行し、全ひずみが増加することがわかる。銅薄膜の塑性ひずみはポリイミド基板のそれよりも大きいために、繰返しとともにX線応力は全体として減少するものの、全応力範囲はほぼ500 MPa程

度で一定であり、ループ幅もほぼ一定である。図4(b)はこのときの半価幅変化である。個々のループについてはいずれも右上がりであり、負荷ひずみの増加とともに半価幅は増加する。一方、繰返しに伴う変化に注目すると、静的負荷の場合とは傾向が異なり、全ひずみが増加しているにもかかわらず半価幅は減少しており、N=1000回では初期値よりも小さな値をとることがわかる。なお、結晶粒径が54 nmのT4材でも挙動はほぼ同様であった。

図5はこのときの結晶子寸法と微視ひずみの変化を示したものである。繰返しに伴う系統的な傾向は明瞭ではない。Zhangら⁽¹⁴⁾は粒径が300 nm程度以上の銅薄膜に対して全ひずみ範囲1%程度の疲労試験を実施し、粒径が300 nmより小さくなると、5×10³回の繰返し後でもセル構造が生じなくなることを報告しており、本

(a) Fatigue loading (T2, 5 W/cm²)

(b) Fatigue loading (T4, 0.5 W/cm²)

(c) Static loading (T3, 0.5 W/cm²)

Fig. 6. Change of diffraction intensity during loading

Table 3 Normalized diffraction intensity

	T2 (100W)		T4 (10W)	
N (cycle)	$\frac{I_{\text{Int},200}}{I_{\text{Int},111}}$	$\frac{I_{\text{Int},220}}{I_{\text{Int},111}}$	$\frac{I_{\text{Int},200}}{I_{\text{Int},111}}$	$\frac{I_{\text{Int},220}}{I_{\text{Int},111}}$
0	0.536	0.819	0.760	1.38
1000	0.549	1.055	0.820	1.90
Ratio	1.02	1.29	1.08	1.38

実験結果とよく対応している。T4 材でも傾向は同じであった。繰返しに伴う半価幅の減少挙動はこれらのパラメータ変化からは説明できない。また、巨大ひずみ加工付与によるナノ結晶材料においては、疲労過程での動的回復や結晶の粗大化が指摘されているが⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾、本材料の X 線法による観察ではその傾向は顕著でないことがわかる。

図 6(a)および(b)は、T2 および T4 の最大負荷時および最小負荷時における 220 回折の積分強度の繰返しに伴う変化を示した。積分強度は $N=1$ における最大荷重負荷時の値で正規化している。繰返しとともに 220 回折の強度は増加しており、負荷過程において配向特性が変化していることがわかる。表 3 には 111 回折強度で正規化した 200 および 220 回折強度を示す。いずれの材料も繰返しによって 200 および 220 回折ともに疲労負荷によって相対強度が増加していることがわかる。すなわち、繰返しに伴う 220 回折の半価幅の減少は、加工による集合組織の発達のように、負荷過程において個々の結晶が特定の結晶方位に優先的に配向することによって散乱ベクトルの方向のばらつきが小さくなったことが示唆される。ただし、本結果からは、塑性変形に対して粒内すべりおよび粒界すべりのいずれが優先的かは明らかでない。一方、T3 材による静的負荷の結果を図 6(c)に示す。縦軸は負荷前の値で正規化している。図よりわかるように、負荷過程では回折強度が減少し、除荷によって増加する傾向が認められる。このような除荷過程の変形挙動が、疲労負荷においても重要な役割を果たすものと考えられるが、詳細については今後さらに検討の必要がある。

以上のように、本研究では X 線回折法を用いることによって、負荷および除荷過程での変形挙動に関するデータが容易に得られることを示した。ただし、転位構造の詳細な確認には、前述のように TEM によるその場観察が不可欠であり、また配向性の変化については EBSD 法等の結晶方位解析が有用なツールと考えられる。今後これらを通して、X 線パラメータ変化の物理的な意味を明らかにするとともに、高強度な薄膜材料の開発につながる因子を抽出することが必要である。

4. 結 言

カプトン基板にスパッタリングによって成膜したCu薄膜について静的引張試験および疲労試験を行い、変形挙動をX線法によって観察した。得られた結果をまとめると以下ようになる。

(1) 静的負荷においては、塑性変形の進行とともに半価幅が増加するものの、除荷によって初期値に近い値まで減少した。これは、結晶子寸法の変化および微視ひずみの変化に対応し、特に微視ひずみの変化に強く依存した。

(2) 疲労過程においては、ラチェット変形のためにX線の応力は繰返しとともに全体的に低下するものの、変化量およびループ幅はほぼ一定である。また、半価幅は繰返しとともに減少した。一方、結晶子寸法および微視ひずみの変化は顕著でない。

(3) 111回折に対する200および220回折の相対強度は繰返しとともに増加した。これは、繰返し変形による優先配向の形成を示唆しており、繰返しによる220回折の半価幅の減少に対応している。

(4) 静的負荷および疲労負荷下における変形挙動は、平均結晶粒径が約50 nm~230 nmでは大きな違いは認められなかった。

文 献

- (1) Hommel M. and Kraft O., Deformation behavior of thin copper films on deformable substrates, *Acta Materialia*, Vol. 49 (2001), pp. 3935-3947.
- (2) Klein M., Hadrboletz A., Weiss B. and Khatibi G., The 'size effect' on the stress-strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils, *Materials Science and Engineering*, Vol. A319-321 (2001), pp. 924-928.
- (3) Baker S.P., Kretschmann A. and Arzt E., Thermo-mechanical behavior of different texture components in Cu thin films, *Acta Materialia*, Vol. 49 (2001), pp. 2145-2160.
- (4) Sonnweber-Ribic P., Gruber P., Dehm G. and Arzt E., Texture transition in Cu thin films: Electron backscatter diffraction vs. X-ray diffraction, *Acta Materialia*, Vol. 54 (2006), pp. 3863-3870.
- (5) Read D.T. and Dally J.W., A new method for measuring the strength and ductility of thin films, *Journal of Materials Research*, Vol. 8 (1993), pp. 1542-1549.
- (6) Hanabusa T., Kusaka K. and Sakata O., Residual stress and thermal stress observation in thin copper films, *Thin Solid Films*, Vol. 459 (2004), pp. 245-248.
- (7) Tanaka K., Ito T., Akiniwa Y. and Ohta H., In-situ synchrotron measurement of thermal stress in textured copper thin films during thermal cycling, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 53 (2004), pp. 728-73.
- (8) Qina M., Jib V., Wuc Y.N., Chena C.R. and Li J.B., Determination of proof stress and strain-hardening exponent for thin film with biaxial residual stresses by in-situ XRD stress analysis combined with tensile test, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 192 (2005), pp. 139-144.
- (9) Ma D., Xu K., He J. and Lu J., Evaluation of the mechanical properties of thin metal films, *Surface and Coatings Technology*, Vols. 116-119 (1999), pp. 128-132.
- (10) Gouldstone A., Koh H.-J., Zeng K.-Y., Giannakopoulos A. E. and Suresh S., Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films, *Acta Materialia*, Vol. 48 (2000), pp. 2277-2295.
- (11) Schadler L. and Noyan I.C., Experimental determination of the strain transfer across a flexible intermediate layer in thin-film structures, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 11 (1992), pp. 1067-1069.
- (12) Schadler L. and Noyan I.C., Quantitative measurement of the stress transfer function in nickel/polyimide thin film/copper thin film structures, *Applied Physics Letters*, Vol. 66 (1) (1995), pp. 22-24.
- (13) Kraft O., Schwaiger R. and Wellner P., Fatigue in thin films: lifetime and damage formation, *Materials Science and Engineering*, A, Vols. 319-321 (2001), pp. 919-923.
- (14) Zhang G.P., Volkert C.A., Schwaiger R., Wellner P., Arzt E. and Kraft O., Length-scale-controlled fatigue mechanisms in thin copper films, *Acta Materialia*, Vol. 54 (2006), pp. 3127-3139.
- (15) Akiniwa Y., Suzuki T., Aoki K., Kawai M. and Tanaka K., X-ray evaluation of deformation damage in electrodeposited copper foil under tensile and fatigue loading, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 55 (2006), pp. 627-633.
- (16) Akiniwa Y., Suzuki T. and Kimura H., X-ray evaluation of deformation behaviour of copper thin films under uniaxial loading, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, A, Vol. 74 (2008), pp. 356-362.
- (17) Warren B.E. and Averbach B.L., The effect of cold-work distribution on X-ray patterns, *Journal of Applied Physics*, Vol. 21 (1950), pp. 595-595.
- (18) Wei Q., Kecskes L., Jiao T., Hartwig K.T., Ramesh K.T., Ma E., *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), pp. 1859-1869.
- (19) Hoeppel H.W., Zhou Z.M., Mughrabi H. and Valiev R.Z., Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper, *Philosophical Magazine A*, Vol. 82 (2002), pp. 1781-1794.
- (20) Kimura H., Kojima Y., Akiniwa Y., Tanaka K. and Ishida T., Fatigue damage mechanism of nanocrystals in ECAP-processed copper investigated by EBSD and AFM hybrid methods, *Key Engineering Materials*, Vols. 340-341 (2007), pp. 943-948.