電着銅薄膜を利用した二軸応力測定法*
(粒子成長方向を利用した二軸応力比の符号判定方法)小 野 勇 一^{*1}, 李 成^{*1}Biaxial Stress Measurement Using Electrodeposited Copper Foil
(Method to Judge the Sign of Biaxial Stress Ratio
Using Grain Growth Direction)Yuichi ONO^{*2} and Cheng LI^{*2} Department of Mechanical and Aerospace Engineering, Tottori University,
4-101 Koyama-cho Minami, Tottori-shi, Tottori, 680-8552 Japan

Copper electroplating stress measurement method uses the grain growth in copper foil. This method can detect the maximum shearing stress by measuring the grown grain density. However, it's necessary to judge the sign of biaxial stress ratio ($=\sigma_2/\sigma_1$) beforehand in order to detect the principal stress. In this report, it pays attention to the grain growth direction to judge the sign of biaxial stress ratio, since it can be expected that the grain growth direction differs with the sign of biaxial stress ratio. The grain growth direction is investigated by the image processing software after carrying out the cyclic loading test under the various biaxial stress ratios which include positive and negative values. It's clear that the maximum values of relative frequency of grain growth direction occur periodically when biaxial stress ratio is negative. On the other hand, such periodicity is not observed when biaxial stress ratio is positive. Moreover, the grain growth rate is also different in the sign of biaxial stress ratio. These results can be explained by considering the direction of maximum shearing stress.

Key Words: Experimental Mechanics, Stress-Strain Measurement, Fatigue, Combined Stress

1. 結 言

実験応力解析法の一つである銅めつき応力測定法⁽¹⁾は、繰返し負荷を受ける機械要素に接着した銅薄膜の粒子成長を利用した計測法である。すなわち、繰返し負荷により機械的エネルギーが負荷されると、薄膜に再結晶粒子(成長粒子)が発生する。この成長粒子の発生は、転位の移動に直接関係するせん断応力振幅に支配されるため、成長粒子の密度⁽²⁾や結晶粒径⁽³⁾を利用すれば、せん断応力の計測が可能となる。この測定法は、回転体などにおける微視的な領域の応力が計測できる特徴を有している。また、薄膜に作製した微小な円孔の縁から発生する成長粒子(またはすべり線)を利用すれば、材料の疲労強度評価などに重要となる主応力も計測できることが明らかにされている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。しかしながら、この方法により主応力を計測するには、二軸応力比 C ($=$ 第二主応力 σ_2 /第一主応力 σ_1)の符号の正負により、基礎式が異なるため、予め符号を知

っておく必要がある。このため、現状ではその適用範囲が制限される。

ところで、成長粒子は一般に方向性を有している。すなわち、薄膜に生ずる最大せん断応力成分の方向に粒子成長が起こると考えられる。この場合、次章で詳しく述べるように、 C が負となる場合、成長粒子は薄膜の表面に成長し、 C が正となる場合、表面に垂直方向に成長することになる。したがって、粒子成長方向の違いを利用すれば、 C の符号の正負を判断できると考えられる。また、応力測定を行う際に必要な成長粒子の面積増加速度は、 C が負となる場合において調査されている場合がほとんどであり、 C が正となる場合の試験はほとんど行われていない。しかしながら、 C の符号の正負により粒子成長方向が異なれば、この面積増加速度にも差異が生じることになり、応力の測定精度が低下する可能性がある。

以上の観点から、本研究では、二軸応力比の符号が異なる実験条件で、銅薄膜に繰返し負荷試験を実施し、粒子成長方向を画像処理ソフトにより計測するとともに、その面積増加速度も調査した。得られた結果をもとに、粒子成長方向から C の符号が判断できるか検討

* 原稿受付 2009 年 4 月 17 日。

^{*1} 正員, 鳥取大学大学院工学研究科(〒680-8552 鳥取市湖山町南 4-101)。

E-mail: ono@mech.tottori-u.ac.jp

するとともに、粒子成長方向が面積増加速度に及ぼす影響を調査した。

2. 二軸応力の計測方法

図1には二軸応力比 C が正負の各場合における銅薄膜の応力状態をモールの応力円により示す。すなわち、銅薄膜を適用する機械要素表面は通常自由表面であり、この面は $\sigma_3=0$ となる⁽⁶⁾。また、銅薄膜も非常に薄く、平面応力状態とみなせるため、 $\sigma_3=0$ となる。したがって、 C が正負の各場合における主応力 σ_1 、 σ_2 と最大せん断応力 $\tau_{\max}$ との関係は次式となる。

$$\sigma_1 = \frac{2}{1-C} \tau_{\max}, \quad \sigma_2 = C \sigma_1 \quad (C \leq 0) \quad (1)$$

$$\sigma_1 = 2\tau_{\max}, \quad \sigma_2 = C \sigma_1 \quad (C \geq 0) \quad (2)$$

材料の疲労強度評価で特に重要となる σ_1 に着目すれば、成長粒子の発生密度 r^* は最大せん断応力 $\tau_{\max}$ に支配されるため⁽²⁾、 $C \geq 0$ の場合、 r^* から $\tau_{\max}$ を求めれば直ちに σ_1 を求めることができる。しかしながら、 $C \leq 0$ の場合には $\tau_{\max}$ に加えて C を決定しなければ σ_1 を求めることができない。そこで、銅薄膜に微小な円孔を作製して、円孔縁から発生する成長粒子を利用して C を求める方法をとる⁽⁵⁾。このように、 C の符号の正負により、 σ_1 を求める基礎式が異なるため、本手法により主応力を求めるためには、予め C の符号を決定し

ておく必要がある。また、図1から、 $C \leq 0$ の場合、 $\tau_{\max}$ は薄膜の平面内に生じ、 $C \geq 0$ の場合は薄膜の厚さ方向に生ずることがわかる⁽⁷⁾。したがって、 $\tau_{\max}$ の作用方向に粒子成長が起こるとすれば、 C の正負により粒子成長方向が異なることになる。すなわち、図2に概略図を示すように、繰返し負荷後、銅薄膜表面に電解研磨とエッチングを施せば、 $C \leq 0$ の場合には銅薄膜の平面内 (x - y 平面) に粒子が成長し、その成長軸は 90° の位相をもった形で現れると考えられるが、 $C \geq 0$ の場合は銅薄膜の厚さ方向に 90° の位相をもって成長するため、 x - y 平面内には位相をもたないと考えられる。したがって、この成長方向の違いを利用して C の符号が判断できれば、主応力を求める基礎式のいずれを採用するか判断できることになる。

また、成長粒子の発生密度 r^* を利用して式(1)、(2)中の $\tau_{\max}$ を測定するための基礎式は次式となる⁽²⁾。

$$\tau_{\max} = p \log \sqrt{\frac{dr^*}{dN}} + q \quad (3)$$

ここで、 dr^*/dN は、成長粒子の面積増加速度であり、 p 、 q は薄膜に固有の定数である。図2のように粒子成長方向が異なれば、同じ $\tau_{\max}$ に対しても C の正負により dr^*/dN に差が生じ、式(3)の p 、 q の値が異なる可能性がある。したがって、応力測定を実施するには、この点も明らかにしておく必要がある。

3. 実験方法

3・1 試験片及び試験機 図3に試験片の形状・寸法を示す。 $C < 0$ となる試験は、図3(a)に示すような帯板状試験片を用い、曲げ-ねじり治具⁽⁵⁾が取付けられたシェンク式疲労試験機により実施した。ここで、曲げ-ねじり治具への試験片の取付け角度 θ を変えることにより、二軸応力比 C を変えて試験を実施することができる。また $C > 0$ となる試験は、円板の軸対象曲げ⁽⁸⁾を参考にし、図4に示す試験治具に図3(b)の円板状試験片を取付けて、電気油圧制御式疲労試験機により下から大きな曲率の凸形状を有するポンチで円板を圧縮するようにした。この場合、 C は円板上の場所により異なるため⁽⁸⁾、銅薄膜接着箇所は円板の中心部とした。いずれの試験片に対しても、予め銅薄膜接着箇所の応力状態をひずみロゼットにより計測した。表1には、各実験条件に対して得られた C の値を示す。なお、いずれの試験機でも試験周波数は 60Hz としたが、応力比 R (=最小応力/最大応力) はシェンク式疲労試験機 ($C < 0$) で、 $R = -1$ (完全両振り) であるのに対し、電気油圧制御式疲労試験機 ($C > 0$) では、 $R = 0$ (完全片振り) と異なる。しかしながら、成長粒子

Fig. 1 Stress state in copper depicted by Mohr's stress circle

Fig. 2 Schematic diagram of grain growth in copper foil

の発生と増加に及ぼす平均応力の影響はほとんどないことが明らかにされていることから⁽¹⁾、本実験でも R の影響はないと判断した。なお、いずれの試験片形状に対しても、試験片素材はチタン合金であり、その機械的性質を表2に示す。

また、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、板からめっき部を剥離したものを用いた⁽¹⁾。薄膜の厚さは約20 μm である。

3・2 実験方法 試験片にひずみゲージ用瞬間接着剤を用いて作製した銅薄膜を接着した。表1に示す各 C に対して、試験片に作用する最大せん断応力 $\tau_{\max}$ と繰返し数 N を種々に設定して、繰返し負荷試験を実施した。試験終了後、銅薄膜に電解研磨とエッチングを施した画像を光学顕微鏡（200倍）にて撮影し、画像処理ソフトにより二値化処理を施して粒子成長方向

Fig. 3 Geometry and dimensions of test specimen

Fig. 4 Axial bending of disk type specimen

Table 1 Biaxial stress ratio in each experimental condition

Machine type	Shenck type			Servo-hydraulic
	θ [°]	90	60	30
C		-1.0	-0.52	-0.16
				1.0

Table 2 Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy

Proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]
946	1033	15.2

θ^* と成長粒子の密度 r^* を計測した。なお、電解研磨はりん酸水溶液 (H_2PO_4 : 700ml, H_2O : 300ml) を用い、1.5V, 1min の条件で行った。また、エッチングにはグラード液 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 10g, HCl : 30ml, H_2O : 100ml) を用いた。図5には発生した成長粒子の一例を示す。 r^* が大きくなると、粒子同士の結合が顕著となるため、 $r^* \approx 10\%$ 程度の画像を用い、他の粒子と結合しておらず、明らかな方向性を示す粒子を θ^* の計測対象とした。一枚の画像から対象とした粒子は、おおよそ10個である。なお、 θ^* は個々の粒子の断面二次モーメントが極小値をとる軸（主軸）と画像の横軸（基準軸）とのなす角度とし、画像処理ソフトにより次式から求めた。

(a) $C = -1.0$, $\tau_{\max} = 60\text{MPa}$, $N = 1.2 \times 10^6$ cycles

(b) $C = -0.52$, $\tau_{\max} = 60\text{MPa}$, $N = 1.2 \times 10^6$ cycles

(c) $C = 1.0$, $\tau_{\max} = 60\text{MPa}$, $N = 2.5 \times 10^6$ cycles

Fig. 5 Grown grains occurred at the copper foil

$$\theta^* = \frac{1}{2} \tan^{-1} \frac{-2I_{xy}}{I_x - I_y} \quad (4)$$

ここで、 I_x , I_y は各軸の断面二次モーメント、 I_{xy} は断面相乗モーメントである。なお、 θ^* は反時計方向の角度 ($0^\circ \leq \theta^* \leq 180^\circ$) とし、図 3(a)に示す試験片に対しては、試験片の長手方向を基準軸とした。図 3(b)に示す試験片については、軸対称であることを考慮して任意の方向を基準軸とした。

4. 実験結果および考察

4・1 粒子成長方向を利用した方法 図 5 に認められるように、 $C < 0$ の場合、多くの粒子は、図に示した最大せん断応力 $\tau_{\max}$ の方向に成長し、成長軸は 90° の位相をもっているのが確認できる。一方、 $C > 0$ の場合、粒子に方向性はあるものの、明確な成長軸の位相差は認められない。そこで、各場合に対する θ^* の相対度数分布を図 6 に示す。図には測定対象とする成長粒子の個数 n も示した。 $C < 0$ の場合は、応力状態が平板の中央で一様となり、比較的広範囲で成長粒子の観察が行えるため、 $n=150$ 個の計測も可能である。しかしながら、 $C > 0$ の場合の応力状態は軸対象となるため、応力状態がほぼ同じとなる領域は小さくなる。したがって、成長粒子が同程度発生する領域も小さくなるので、観察対象となる成長粒子の個数は $C < 0$ の場合よりも少なくなる。なお、図中の曲線は後述の近似曲線である。図から、 $C < 0$ 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。また、 $n=50 \sim 150$ の範囲では、分布形に特に大きな差は認められない。このような傾向は、 $C < 0$ の他の実験条件に対しても確認できた。一方、 $C > 0$ の場合では、 $C < 0$ のときのような分布の特徴は認められず、おおよそ一様な分布となる。成長粒子は 3 次元的な広がりをもつが、図 2 に示したような厚さ方向への粒子成長の相違を調査することは、厚さが非常に小さいため困難である。しかしながら、図 2 に示した最大せん断応力の作用方向の相違が主な原因でこのような分布の特徴に差が生じたと推測できる。

ここで、 $C < 0$ の場合に対して最大せん断応力の方向を求めてみる。図 7 に示すように試験片の長手方向端部に曲げモーメント M とねじりモーメント T を受ける場合、微小要素は σ_x と τ_{xy} の組合せ応力状態になる。試験片の長手方向と主応力方向とのなす角度を Θ とすれば、 Θ は次式で表される。

$$\Theta = \frac{1}{2} \cos^{-1} \frac{1+C}{1-C} \quad (5)$$

したがって、試験片の長手方向からの最大せん断応力の方向 θ^* は次式となる。

$$\theta^* = \Theta + \frac{\pi}{4}, \Theta + \frac{3}{4}\pi \quad (6)$$

表 1 に示す C を用いて求めた θ^* を図 6 に表示した。図から、粒子成長方向 θ^* のピーク値と最大せん断応力の方向 θ^* は、よく一致することがわかる。すなわち、

(a) $C = -1.0$

(b) $C = -0.52$

(c) $C = 1.0$

Fig. 6 Relative frequency diagram of grain growth direction

$C < 0$ の場合、粒子成長は、最大せん断応力の方向に起こりやすいことが明らかとなった。したがって、 $C < 0$ の場合に対しては、式(5)、(6)を利用することで C を見積もることができるので、従来のように銅薄膜に円孔を作製しなくても、式(1)から σ_1 を計測できる可能性があるといえ、これは別の機会に報告することにする。図6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。

$$f = a \sin\left(\frac{2\pi}{b} \theta^* + c\right) + f_0 \quad (7)$$

ここで、 f は θ^* の相対度数 [%]、 a は振幅（ピークの高さの約半分）を表す定数 [%]、 b は周期（ピークの間隔）を表す定数 [rad]、 c は初期位相（ $\theta^* = 0$ のときの位相）を表す定数 [rad]、 f_0 は縦軸方向へ関数の平行移動量 [%] である。なお、 $C < 0$ の場合の一峰分の分布は、正規分布のような統計的分布をするため、これに基づいた分布曲線も得られると考えられるが、本実験では C の符号の相違によるピーク値の周期性の有無を確認したいため、上述の周期関数を用いた。図6には、式(7)により得られる曲線を表示した。図から $C < 0$ の場合、近似式は θ^* の相対度数分布の周期性をうまく近似できているとみなせ、 $n = 50 \sim 150$ ではほぼ同じ曲線となる。ここで、 C の符号を判定するために有効なパラメータは、 a と b であると考えられる。そこで、各実験条件に対して得られた係数 a 、 b の値を表3に示す。なお、表には2回の試験により得られた結果を示し、角度を表す b は度数法により表示した。まず、 b 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る。また、明確な周期性が表れる $C < 0$ の場合は、 $C > 0$ の場合と比較して a の値もかなり大きくなる。この a と b の特徴は、 $n = 50 \sim 150$ の間で確認できる。本測定法の基礎となる r^* の計測は、通常5箇所の画像の平均値が採用される。前述したとおり、1つの画像から10個程度の粒子の成長方向が調査できるので、測定に必要な画像は、5枚程度で十分ということになる。すなわち、応力測定に必要な領域は従来と同じであり、微小領域の計測ができる本手法の特徴を損なうことはない。

Fig. 7 The angle θ measured from the longitudinal direction of the specimen

Table 3 Experimental coefficients in equation (7)

(a) $C = -1.0$				
n	Test 1		Test 2	
	a [%]	b [°]	a [%]	b [°]
50	6.81	91.0	8.95	98.5
100	7.59	89.2	8.64	92.9
150	7.56	91.2	8.20	96.3
(b) $C = -0.52$				
n	Test 1		Test 2	
	a [%]	b [°]	a [%]	b [°]
50	6.89	88.5	6.99	101.6
100	6.41	90.5	6.71	100.8
150	6.13	84.2	7.02	94.9
(c) $C = -0.16$				
n	Test 1		Test 2	
	a [%]	b [°]	a [%]	b [°]
50	6.79	80.5	5.66	86.0
100	5.54	87.2	5.43	86.1
150	5.40	87.5	5.28	79.1
(d) $C = 1.0$				
n	Test 1		Test 2	
	a [%]	b [°]	a [%]	b [°]
50	1.99	53.1	3.41	31.45
80	2.09	162.6	-	-

以上の結果から、 C の符号の判定は以下ようになる。まず、本実験の範囲では、 $C < 0$ の場合、すべての b の値が $90^\circ \pm 15^\circ$ の範囲内に入るのが確認できたので、この範囲内に b の値があるか確認する。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 b の値が偶然に 90° 程度になる場合もありえる。そこで、次に a の値を比較して、表3に示すような高い値 ($a > 5.0$) であれば、 $C < 0$ であり、そうでなければ、 $C > 0$ と判断できる。

なお、本実験では、 $C < 0$ の場合、 θ^* を計測するときの基準軸を試験片の長手方向に固定したが、上述のようにピークの種類 (a) とピーク間隔 (b) を調べるだけであれば、基準軸を任意の方向に選んでも差し支えないことになる。したがって、この方法により C の符号が判定できるので、式(1)、(2)により主応力の計測も可能となり、本手法の適用範囲が向上したといえる。

4.2 成長粒子の面積増加速度 次に、 C が正負の各場合に対して得られた成長粒子の発生密度 r^* と繰返し数 N との関係を図8に示す。図から、 $C < 0$ の場合、従来から報告されているように⁽²⁾、 r^* は最大せん断応力 $\tau_{\max}$ のみに支配され、 $r^* - N$ 関係は C の如何に関わらずほぼ一つの直線で表される。しかしながら、 $\tau_{\max}$ が同じでも、 $C > 0$ と $C < 0$ では、成長粒子が発生し始める繰返し数の差は比較的小さいが、面積増加速度 dr^*/dN は $C > 0$ のほうが $C < 0$ よりも小さくなる

わかる。すなわち、成長粒子の核生成に要する繰返し数は C の符号の如何に関わらず、ほぼ同じであるが、面積増加速度は $C < 0$ の場合、成長粒子は薄膜の平面内に成長するため、成長速度も大きいものに対して、 $C > 0$ の場合では、薄膜の厚さ方向に成長するため、平面内での成長速度も小さくなると考えられる。したがって、前章で述べたとおり、応力測定を精度よく実施するためには、 $C < 0$ と $C > 0$ の各場合に対して、式(3)中の定数 p , q の値を求めておく必要があるといえる。図9には、 $C < 0$ と $C > 0$ の各場合に対する $\tau_{\max}$ と dr^*/dN の平方根との関係を片対数紙により示す。図から定数 p , q の値が異なることがわかる。

5. 結 言

電着銅薄膜を利用した応力測定法について、二軸応

C		-1.0	-0.52	-0.16	1.0
$\tau_{\max}=60\text{MPa}$	Symbol	●	▲	■	◆
	Line	—	—	—	—
$\tau_{\max}=70\text{MPa}$	Symbol	○	△	□	◇
	Line	---	---	---	---

Fig. 8 Relationship between r^* and N

Fig. 9 Relationship between $\tau_{\max}$ and $\sqrt{dr^*/dN}$

力比 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。また、 C の符号が相違した場合の成長粒子の面積増加速度を調査し、粒子成長方向の相違が及ぼす影響について検討した。

得られた結果を要約すれば、以下ようになる。

(1) $C < 0$ の場合、粒子成長方向 θ^* の相対度数分布は、ピーク値が 90° 毎に発生する分布となるが、 $C > 0$ の場合、おおよそ一様な分布となる。

(2) $C < 0$ の場合、 θ^* のピーク値と最大せん断応力の方向は、よく一致する。すなわち、粒子成長は最大せん断応力の方向に起こりやすい。

(3) $C < 0$ の場合の相対度数分布は、式(7)で表示でき、式中の係数 a と b を利用すれば、 C の符号を判定できる。

(4) C の符号を判定するために対象とする成長粒子の個数 n は 50 個程度で十分である。

(6) $\tau_{\max}$ が同じ場合、 $C > 0$ と $C < 0$ では、成長粒子が発生し始める繰返し数はほぼ同じであるが、面積増加速度 dr^*/dN は $C > 0$ のほうが $C < 0$ よりも小さくなる。これは、粒子成長方向の相違によるものであると考えられる。

文 献

- (1) Ohkubo, H., Copper Electroplating Method of Stress Analysis, *Memoirs Fac. Eng. Nagoya Univ.*, Vol. 20, No.1 (1968), pp.1.
- (2) Kitaoka, S., Ono, Y., and Nakagawa, M., Measurement of Biaxial Stress Using Grown Grain Density Rate in Electrodeposited Copper Foil with a Microcircular Hole, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 69, No.679 (2003), pp. 565-570.
- (3) Ono, Y. and Kitaoka, S., Cyclic Stress Measurement Method Using Grain Size of Grown Grains in Electrodeposited Copper Foil, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 71, No.736 (2007), pp. 1417-1423.
- (4) Kitaoka, S., J.Q. Chen, Egami, N., and Hasegawa, J., Measurement of Biaxial Stress Using Electrodeposited Copper Foil with a Microcircular Hole, *JSME International Journal, Series A*, Vol. 39, No.4 (1996), pp. 49-56.
- (5) Kitaoka, S. and Ono, Y., Biaxial Stress Measurement by Electrodeposited Copper Foil with Circular Holes, *Strain*, Vol. 42, (2006), pp. 49-56.
- (6) The Japan Society of Mechanical Engineers ed., *Materials and Mechanics Handbook: Applications*, (2008), p. 3, The Japan Society of Mechanical Engineers.
- (7) David Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, (1974), p.103, Noordhoff International Publishing.
- (8) Seika, M. *Strength of Materials*, (1978), p.131, Kyoritsu Shuppan.