



Title	自立銅ナノ薄膜の疲労に関する基礎的研究
Author(s)	近藤, 俊之
Citation	大阪大学, 2014, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/34445">https://hdl.handle.net/11094/34445</a>
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a>〉</a> をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

## 論文内容の要旨

氏名 ( 近藤 俊之 )

論文題名 自立銅ナノ薄膜の疲労に関する基礎的研究

## 論文内容の要旨

本論文は、膜厚が100 nmオーダの自立した銅ナノ薄膜の疲労き裂発生と疲労き裂進展の特性および機構を検討したものである。本論文は全6章で構成される。

第1章は緒論であり、金属ナノ薄膜の特徴と疲労特性に関する従来の知見をまとめ、自立金属ナノ薄膜の疲労き裂発生とき裂進展の工学的重要性を述べた。

第2章では、自立金属ナノ薄膜に対する疲労き裂進展試験手法を新たに開発・確立し、膜厚約500 nmの自立銅ナノ薄膜の疲労き裂進展特性と進展機構を検討した。疲労き裂進展速度 $da/dN$ は、最大応力拡大係数 $K_{max} \geq 4.5 \text{ MPam}^{1/2}$ では $K_{max}$ に支配され、応力比 $R$ に関わらず引張破壊モードで進展した。一方、 $K_{max} < 4.5 \text{ MPam}^{1/2}$ では、 $R$ が小さいほど $da/dN$ が大きくなった。 $R = 0.8$ では引張破壊モードで進展したのに対し、 $R = 0.1$ と $0.5$ では疲労き裂先端前方の $\Sigma 3$ 双晶境界に沿って入込み・突出しを形成し、これらと主き裂が合体することで疲労き裂が進展した。これは、金属バルク材の疲労き裂進展機構とは全く異なる機構であった。

第3章では、疲労き裂進展特性に及ぼすき裂開口の寄与を検討した。走査型電子顕微鏡内で自立ナノ薄膜に対して微小荷重負荷が可能な試験機を開発し、き裂開閉口挙動をその場観察した結果、金属ナノ薄膜においても、 $R = 0.1$ ではき裂開口が生じることを明らかにした。き裂開閉口挙動の観察像を基に有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{eff}$ を求めて $da/dN$ を整理した結果、自立銅ナノ薄膜は、銅バルク材に比べて疲労き裂が進展しやすい特性を示した。

第4章では、疲労き裂発生機構および発生強度を検討した。疲労き裂は、 $\Sigma 3$ 双晶境界面と平行なすべり面で生じた入込み・突出しを起点に発生した。き裂発生箇所周辺の結晶粒構造を再現した結晶異方性有限要素法弾性応力解析の結果、すべり変形が一つの結晶粒内で膜厚方向に貫通可能なすべり系で疲労き裂が発生することを明らかにした。疲労き裂発生箇所の分解せん断応力が小さくなると、疲労き裂発生寿命が増大する傾向を示した。また、銅バルク材に比べて高い疲労き裂発生強度を示した。

第5章では、疲労き裂進展に及ぼす膜厚効果を検討した。膜厚約100 nmの自立銅ナノ薄膜の $da/dN$ は、膜厚約500 nmに比べて概して大きく、膜厚約500 nmの下限界値以下でも疲労き裂が進展した。しかし、疲労き裂は、しばしば停留した。き裂は、 $\Sigma 3$ 双晶境界に沿った粒内、 $\Sigma 3$ 双晶境界に沿わない粒内および粒界を進展し、膜厚約500 nmに比べて入込み・突出しの形成頻度が減少した。

第6章は結論であり、本論文で得られた成果を総括し、今後の研究の方向性を議論した。

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 ( 近 藤 俊 之 )			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	教授	箕島 弘二
	副 査	教授	澁谷 陽二
	副 査	教授	中谷 彰宏
	副 査	准教授	平方 寛之

## 論文審査の結果の要旨

金属ナノ薄膜で構成される機械・構造物 (MEMS/NEMS) の長期信頼性を確保する上で重要となる変動応力下の疲労特性、損傷・破壊機構、支配力学は不明である。本論文では、電子ビーム蒸着法により製膜した膜厚が 100 nm オーダの自立金属 (銅 (Cu)) ナノ薄膜を対象にした疲労試験システム、試験方法を新規に開発して、疲労き裂進展・き裂発生特性とそれらの損傷・破壊機構を明らかにするとともに、金属バルク材の疲労特性や疲労損傷・破壊機構との違いを示し、さらに耐疲労特性に優れた自立金属ナノ薄膜の材料開発指針を提案している。

まず、微小変動荷重を精度良く負荷可能な自立金属ナノ薄膜用疲労試験システムを開発するとともに、膜厚が nm オーダでありながら縦・横寸法が mm オーダの自立金属薄膜疲労試験片のハンドリング、試験機への正確なチャッキングを可能とする手法を新たに開発している。これらの新規技術を駆使して、膜厚が 500 nm オーダの自立 Cu ナノ薄膜の疲労き裂進展特性に及ぼす応力比の影響を検討し、薄膜においても安定的に疲労き裂が進展すること、疲労き裂進展速度  $da/dN$  を最大応力拡大係数  $K_{max}$  で整理すると、 $K_{max}$  が大きい領域 (高  $K_{max}$  領域) ではいずれの応力比においても引張破壊モードが支配的なき裂進展を呈して、 $da/dN$  は応力比にかかわらず  $K_{max}$  で一意に整理されることを示している。一方、 $K_{max}$  が小さい領域 (低  $K_{max}$  領域) では応力比が 0.8 と大きい場合は引張破壊モードが支配的な進展機構を呈するものの、それよりも応力比が小さくなるとき裂先端前方の双晶境界近傍の双晶境界に平行なすべり面において面外損傷である入込み・突出しを形成し、これらと主き裂が合体することにより疲労き裂が進展することを示し、金属バルク材の疲労き裂進展機構とは異なる機構が金属ナノ薄膜では支配することを明らかにしている。しかもこの低  $K_{max}$  領域では、 $da/dN$  を  $K_{max}$  を用いて整理すると応力比が小さいほど加速し、かつ疲労き裂進展の下限界値が低下すること、あるいは、応力拡大係数範囲で整理すると応力比が大きいほど  $da/dN$  が加速し、下限界値が低下することを明らかにしている。

つぎに、電界放射型走査電子顕微鏡 (FESEM) 内で自立金属ナノ薄膜に微小荷重を負荷できる引張試験機を開発し、これを用いて Cu ナノ薄膜のき裂の開口状態をその場高倍率 FESEM 観察することにより、Cu ナノ薄膜の疲労き裂においてもき裂開口が生じることを実証するとともに、き裂の FESEM 像を基に有効応力拡大係数範囲を求め、低  $K_{max}$  領域の  $da/dN$  を応力拡大係数範囲で整理した場合の  $da/dN$  の応力比依存性をき裂開口により説明しようと提案している。さらに、疲労き裂進展特性に及ぼす膜厚の影響を検討して、膜厚が 500 nm から 100 nm に薄くすると  $da/dN$  が加速し、疲労き裂進展の下限界値が低下すること、膜厚が薄い場合は膜厚が 500 nm の場合に見られる双晶境界に沿う粒内き裂進展に加え、双晶境界に沿わない粒内、あるいは粒界き裂進展を生じることを示し、 $da/dN$  に及ぼす膜厚の影響とその機構を考察している。

さらに、疲労き裂発生機構について検討を加え、双晶境界面近傍で双晶境界面と平行で、しかも一つの結晶粒内で膜厚方向にすべりが貫通できるすべり面で生じる入込み・突出しを起点として、疲労き裂が発生することを明らかにしている。つぎに、結晶粒や双晶境界を再現した結晶異方性有限要素法弾性解析により求めた疲労き裂発生の起点部の分解せん断応力とき裂発生寿命には良い相関が見られ、分解せん断応力が大きくなるとき裂発生寿命が短くなることを示している。

これらの結果を踏まえて、Cu ナノ薄膜の疲労き裂発生強度は金属バルク材に比べると極めて大きいものの、 $da/dN$  はバルク材に比較して加速することを明らかにするとともに、疲労き裂発生・進展機構を踏まえた耐疲労特性に優れた金属ナノ薄膜の材料開発指針を提案している。

以上のように、本論文は自立金属ナノ薄膜の疲労き裂進展特性・き裂発生特性、およびそれらの疲労損傷・破壊機構を応力比や膜厚を変えた実験により総合的に明らかにすることにより、金属ナノ薄膜を用いる機械・構造物の設計指針、および耐疲労特性に優れた金属ナノ薄膜の材料開発指針を提案するなど、金属ナノ薄膜の耐疲労信頼性向上に関する基礎的知見を提供するものであり、材料強度学のみならず機械工学の発展に寄与するところが大きい。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。