



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	コイルばねクリープ試験法による Sn 系はんだ合金の低応力域における高温変形挙動
Author(s)	石橋, 正博; 藤本, 健資; 池田, 賢一 他
Citation	日本金属学会誌, 73(5), 373-380 https://doi.org/10.2320/jinstmet.73.373
Issue Date	2009-05
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/75539
Type	journal article
File Information	J. Jpn Inst. Metal 73(5) 373.pdf



コイルばねクリープ試験法による Sn 系はんだ合金の低応力域における高温変形挙動

石橋正博¹ 藤本健資^{2,*} 池田賢一³ 波多 聡³ 中島英治³

¹日本電気株式会社ナノエレクトロニクス研究所

²九州大学大学院総合理工学府物質理工学専攻

³九州大学大学院総合理工学研究院融合創造理工学部

J. Japan Inst. Metals, Vol. 73, No. 5 (2009), pp. 373-380

© 2009 The Japan Institute of Metals

High Temperature Deformation Behavior of Sn-Based Solder Alloys under Low Stress Conditions by a Helical Spring Creep Testing Method

Masahiro Ishibashi¹, Kensuke Fujimoto^{2,*}, Ken-ichi Ikeda³, Satoshi Hata³ and Hideharu Nakashima³

¹Nano Electronics Research Laboratories, NEC Corp., Tsukuba 305-8501

²Department of Molecular and Material Sciences, Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga 816-8580

³Department of Electrical and Material Sciences, Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga 816-8580

In the field of electronics, it is crucial to guarantee long-term joint reliability of the Sn-Ag-Cu solder alloy. Creep tests in low-stresses are necessary to guarantee the reliability. However, a very long period of time is required for the creep tests. To decide a steady-state creep strain rate, an approximate equation of a creep curve was newly applied to the helical spring creep test known as a method of a low-stress creep test. Obtained results are as follows. (1) The torsional strain component is decreased with the deformation of the helical spring shaped specimen. Therefore, the steady-state creep rate cannot be detected in the helical spring creep test. The approximate equation of a creep curve introduced by Li's group was found to be effective to obtain the steady-state creep rate for Sn-based solder alloy. (2) The helical spring creep testing method that uses the torsional deformation of the test specimen is more effective for the Sn-based solder alloy with a strong anisotropy of strength than the uniaxial creep testing method. (3) In the heat-treated Sn-3.0 mass%Ag-0.5 mass%Cu solder alloy, the creep stress exponent changed from 19 into 1.1 on the boundary of about 14 MPa. This result implies that the creep deformation mechanism was changed from the dislocation creep with dispersion-strengthening to the grain boundary sliding. This phenomenon was found for the first time by using the helical spring creep testing method.

(Received November 5, 2008; Accepted February 20, 2009)

Keywords: helical spring, creep, high temperature deformation, low stress, stress exponent, solder, tin-silver-copper alloy

1. 緒 言

高温構造材料の数年から数十年間の変形挙動を調べ、変形機構を明らかにすることは、材料の安定性や信頼性を確保するために不可欠である。特に、極低ひずみ速度、すなわち極低応力での超長時間クリープデータは、材料の高温変形機構の基礎理論を構築する上でも極めて重要である。国内では、独立行政法人 物質・材料研究機構において30年を超える超長時間クリープが実施されており、その研究成果は世界的に貴重なデータとして高く評価されている。

一方海外では、低応力領域の高温変形機構を明らかにする方法の一つとして、コイルばね形状の試験片を通电加熱してクリープ試験を行う、コイルばねクリープ試験が用いられてきた¹⁻¹¹⁾。コイルばね形状の試験片では、荷重によって生じ

るコイルのピッチ間隔の変化を測定することにより、棒状試験片に比べて高い精度でひずみを測定することができる。この試験法は、Burton と Greenwood¹⁾ によって銅の極低応力クリープ試験に用いられ、Jones ら²⁾ や Malakondaiah ら³⁾ により、純鉄や α -チタンなど主に純金属における研究に適用された。その後、Jones ら^{4,5)} や Kloc ら⁶⁻¹¹⁾ により、鉄鋼材料や Cu-Al 合金、Ni-Cr 合金に対してコイルばねクリープ試験が行われ、それら材料の高温変形機構について議論されている。ただし、コイルピッチ間隔の測定精度は約 $\pm 10 \mu\text{m}$ であった。彼らの検討においては、高応力領域では単軸クリープ試験結果を用い、低応力領域ではコイルばねクリープ試験の結果を用いており、それらの境界領域付近で両者の一致を確認し、9 mass%Cr を含む鋼材では 100 MPa 付近で応力指数が変化し、高応力領域から低応力領域に移る際に、転位クリープから拡散クリープへ高温変形機構が遷移することを示している⁸⁻¹¹⁾。しかし、コイルばねクリープ試験法を Sn 系はんだ合金に適用した報告は見られない。

* 九州大学大学院生、現在：JFE スチール㈱(Graduate Student, Kyushu University, Present address: JFE Steel Corp.)

本研究の主な目的は、エレクトロニクス分野ではんだ接続信頼性を向上させるため、Sn-Ag-Cu 合金の低応力領域におけるクリープ特性を明らかにすることにある。しかしながら、通常の単軸クリープ試験では十分に低い応力でクリープ試験を行うためには多大な時間を要する。そこで本研究では最初に、発光ダイオード (Light-emitting diode, LED) 型高精度非接触変位計を用いて測定精度を向上させたコイルばねクリープ試験について検討した。検討は主に Sn-Pb 共晶はんだ合金を用いて行い、単軸クリープ試験と比較しながら、室温でクリープ変形挙動を示す Sn 系はんだ合金にコイルばねクリープ試験を適用する方法を明らかにした。次に、このコイルばねクリープ試験法を用いて Sn-Ag-Cu 系はんだ合金の低応力領域におけるクリープ特性を調べ、組織観察結果と合わせて考察した。

2. 方 法

2.1 材料

本研究では、線引き加工した直径 1 mm ϕ の線材を使用した。組成は融点が 456 K の Sn-37 mass%Pb と、融点が 493 K の Sn-3.0 mass%Ag-0.5 mass%Cu である。以下ではそれぞれ、Sn-37Pb 合金、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金と示す。

2.2 コイルばねクリープ試験

コイルばねクリープ試験の説明図を Fig. 1 に示す。コイルばね試験片の伸び δ を求めるために、図に Marker と記した標点用の突起を試験片に設け、測定精度 $\pm 0.1 \mu\text{m}$ のキーエンス製デジタル寸法測定器 LS-7030M を用いて、ピッチ間隔 z の変化を測定した。寸法測定器は LED 発光ダイオードによる投光部と半導体製の CCD (Charge-coupled device) 電荷結合受光素子による受光部からなり、LED 光を測定対象物に照射し、できた影の部分を CCD で電気信号に変換して画像化する仕組みである。

本試験方法では、低応力域におけるクリープ特性を高い精度で測定できるだけでなく、コイルばねの形状や巻き数を変化させることによって、荷重に対するひずみや応力を調整することができる。本研究では、室温において、種々の錘を下げて各応力下でクリープ試験を行った。融点が低く密度が高い Sn 系はんだ合金では、室温 301 K でも絶対温度表記の融点 T_m に対して $0.6T_m$ 以上であり、自重によりクリープ変形が生じるため、錘をつけずに測定することも可能である¹²⁾。

コイルばねの直径を D 、線材の直径を d 、荷重を P 、コイルばねの伸び、すなわち試験前のピッチ間隔 z からの増加量を δ とすると、コイルばねクリープ試験における最大せん断応力 τ と最大せん断ひずみ γ はそれぞれ以下のように表される^{13,14)}。

$$\tau = \frac{8PD}{\pi d^3} \quad (1)$$

$$\gamma = \frac{\delta d}{\pi D^2} \quad (2)$$

同様に、最大せん断ひずみ速度 $\dot{\gamma}$ は、コイルばね試験の伸び速度を $\dot{\delta}$ として、以下の式で表される。

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\delta} d}{\pi D^2} \quad (3)$$

単軸引張クリープ試験結果と比較するために、von Mises の関係式を用いて、以下のように相当応力 σ_{eq} と相当ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{eq}$ に変換した。

$$\sigma_{eq} = \sqrt{3}\tau \quad (4)$$

$$\dot{\epsilon}_{eq} = \frac{\dot{\gamma}}{\sqrt{3}} \quad (5)$$

コイルばねクリープ試験においては、この σ_{eq} と $\dot{\epsilon}_{eq}$ をそれぞれ応力 σ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と見なして、クリープ曲線およびひずみ速度-時間曲線を求めた。コイルばね試験片を Fig. 2 に示す。(a)はコイルばね形状の試験片を作製するため

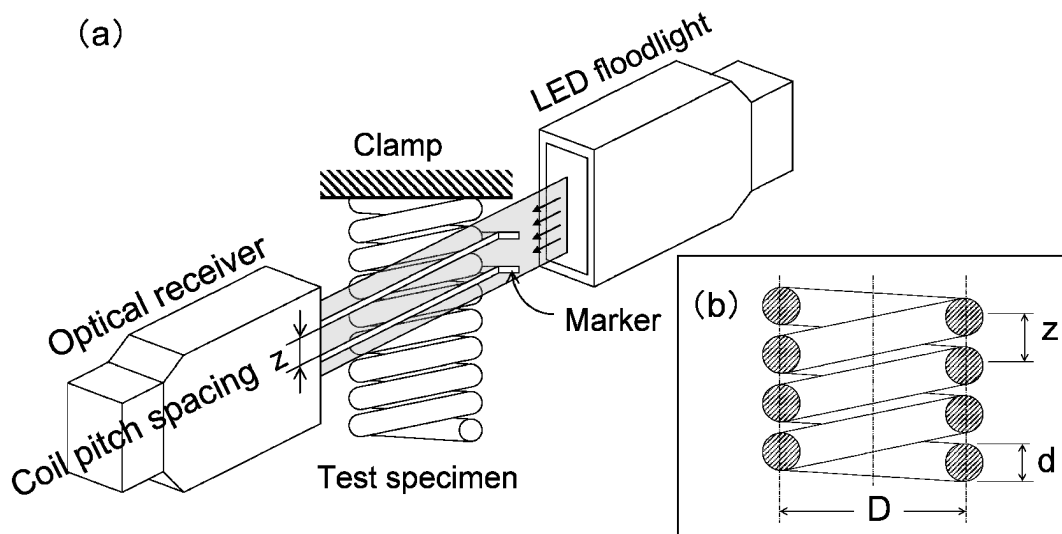


Fig. 1 Helical spring creep test system. (a) Measurement system of elongation of coil spring specimens using LED floodlight and optical receiver. (b) Cross-section of test specimen with the diameter of coil, D ; the diameter of wire-rod, d ; and the coil pitch spacing, z .

に、金属ボルトに巻きつけた様子を示し、(b)はクリープ試験後の変形したコイルばね試験片である。Sn-37Pb 合金は、直径 10 mm、ピッチ 1.5 mm の金属ボルトに巻きつけ、組織安定化のために、絶対温度表記の融点 T_m に対して $0.87T_m$ に相当する 397 K で 1 時間保持後に空冷し、コイルばね形状の試験片とした。一方、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金はピッチ 3.0 mm、直径 24 mm のボルトに巻きつけ、 $0.87T_m$ に相当する 429 K で 1 時間保持後、空冷した。これらの熱処理条件は、はんだ合金の標準クリープ試験条件¹⁵⁾として推奨されているものである。

また、線材を直線形状に成形し、同じく熱処理を施したものを単軸引張クリープ試験片とした。融点が低いはんだ合金では、鋳込みからクリープ試験までの室温保管中に、組織が変化することも考えられる¹⁶⁾。今回の一連の測定はこれに配慮して、熱処理から測定までの期間を数週間以内で行った。

2.3 単軸引張クリープ試験

コイルばねクリープ試験の検証のために、上記の単軸引張

試験片を用いて室温 301 K でクリープ試験を行った。試験片に標点を取りつけ、デジタル寸法測定器で標点間距離を測定した。錘を釣り下げて直荷重式の一定荷重試験を行い、試験結果を真応力と真ひずみに変換して、クリープ曲線およびひずみ速度-時間曲線を求めた。

2.4 組織観察

クリープ試験前の試験片について、以下の条件で組織観察を行った。エメリー紙とダイヤモンド研磨剤による観察面の湿式研磨の後、コロイダルシリカ懸濁液による機械化学研磨を行った。この試料を用いて、加速電圧 25 kV で走査型電子顕微鏡と後方散乱電子回折 EBSD (Electron Backscatter Diffraction) 方位像顕微鏡による観察を行った。また、上記の機械化学研磨を施した試料を、2%塩酸-5%硝酸-93%メチル混合液によりエッチングし、光学顕微鏡観察を行った。透過型電子顕微鏡観察用試料は、湿式研磨にて薄膜化した後、イオンミリングにより作製した。観察は加速電圧 200 kV で行った。

2.5 有限要素法解析

コイルばねクリープ試験における応力、ひずみの分布を調べるために、有限要素法による弾性解析を行った。コイルばねのピッチ間隔 z を 1.2~20 mm まで変化させた複数の有限要素法解析モデルを作成し、コイルの上部を完全拘束して、弾性ひずみを計算した。応力解析に用いた材料定数を Table 1 に示す^{16,17)}。各材料の密度も考慮し、自重により発生する応力、ひずみを求めた。この解析モデルでは、自重が一定になるようにコイルばねの巻き数を調整した。Fig. 3(a)に 3 次元ソリッド要素を用いたコイルばね試験片の有限要素法解析モデルを示す。コイルばね形状の場合、通常の全体直交座標系では応力、ひずみ分布の特徴をとらえることができない

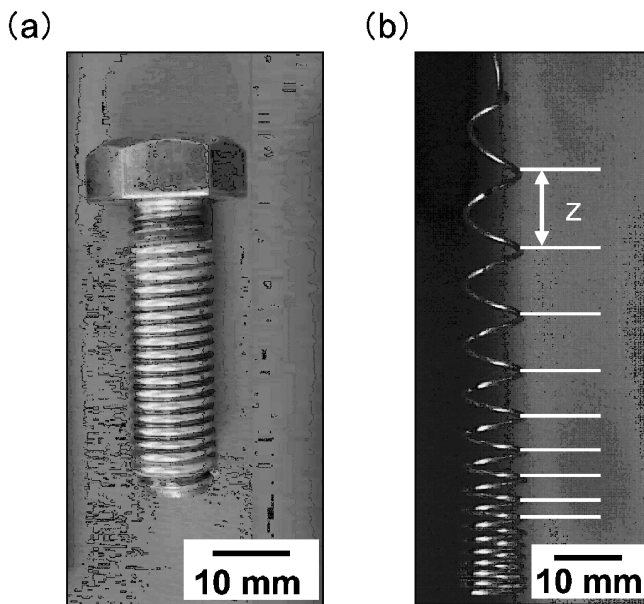


Fig. 2 Helicoid spring specimen for creep test of Sn-37Pb. (a) Helicoidal specimen shaped with the bolt before creep test. (b) Elongated helicoidal specimen after creep test.

Table 1 Material constants of solder alloys used in the present study^{16,17)}.

	Sn-37Pb	Sn-3.0Ag-0.5Cu
Young's modulus, E (GPa)	31	35
Poisson's ratio, ν	0.4	0.4
Density, ρ (Mg/m ³)	8.8	7.4

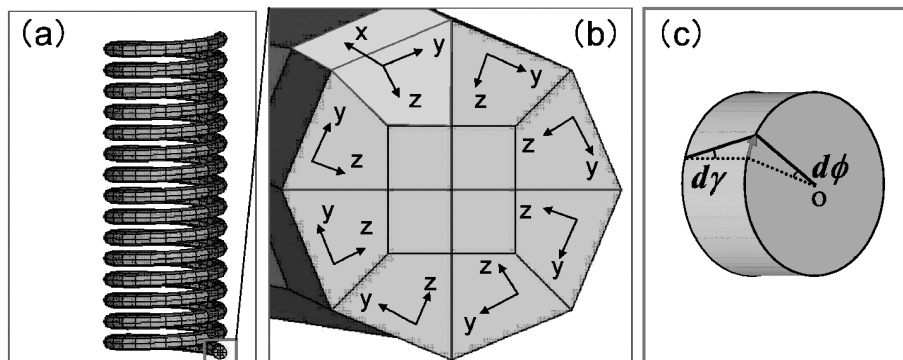


Fig. 3 Model for finite element analysis. (a) Coil-spring model. (b) Definition of element-coordinate system. (c) Relation of torsion strain, $d\gamma$ and twisting angle, $d\phi$.

い. ここでは, Fig. 3(b)に示すように, 線材の長さ方向を x 軸, 線材断面の周方向を y 軸, 中心方向を z 軸とする要素座標系を定義した. ねじり角 $d\phi$ とねじりひずみ $d\gamma$ は Fig. 3(c)のように定義されるとした.

3. 結果および考察

3.1 組織観察

クリープ試験前の各試験片について組織観察を行った. Fig. 4 に熱処理後の Sn-37Pb 合金の走査型電子顕微鏡像を示す. 界面が角張った二相組織を示しており, 黒い領域が Sn 相, 灰色の領域が Pb 相である. 方位像顕微鏡観察から, Sn 相の平均結晶粒径は約 $10\ \mu\text{m}$, Pb 相は $2\sim 10\ \mu\text{m}$ であった.

Fig. 5(a)に, Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の未熱処理材のクリープ試験前の方位像顕微鏡像を示している. ここでは Sn 相のみマッピングを行っている. 平均粒径約 $2\ \mu\text{m}$ の Sn 相の等軸結晶粒からなっていることがわかる. Fig. 5(b)に Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の熱処理材の方位像顕微鏡像を示す. 平

均粒径は約 $400\ \mu\text{m}$ であり, 熱処理により結晶粒が 200 倍に粗大化している.

Fig. 6 に, Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の(a)未熱処理材と(b)熱処理材の透過型電子顕微鏡明視野像を示す. 析出物は Ag_3Cu

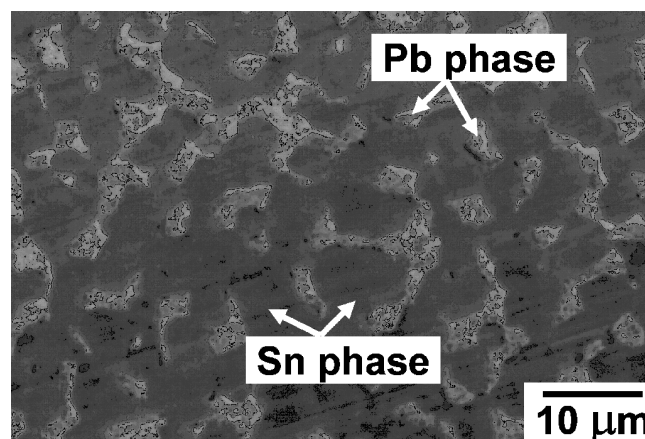


Fig. 4 Scanning electron micrograph of Sn-37Pb thermal-annealed at 397 K for one hour.

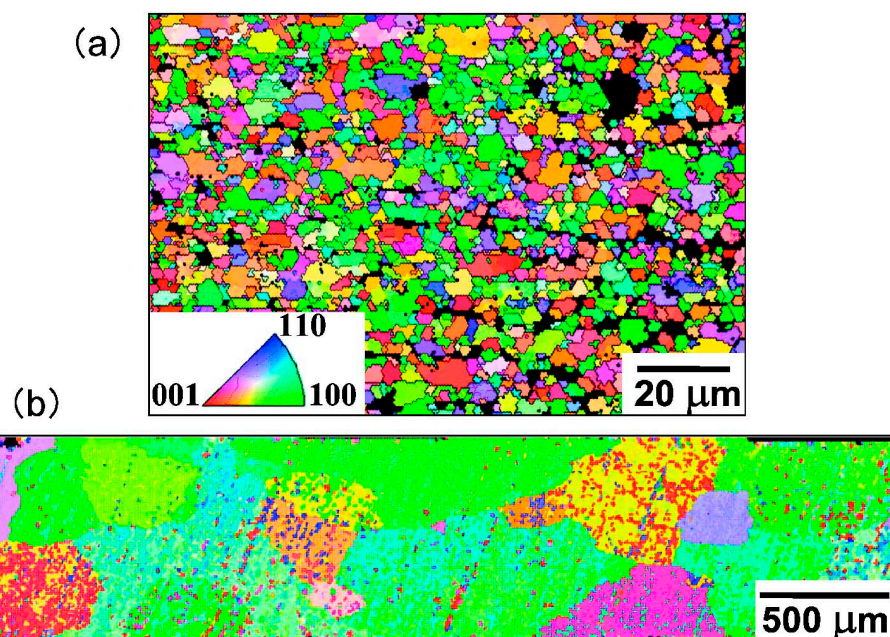


Fig. 5 SEM-EBSD orientation maps in Sn-3.0Ag-0.5Cu coil specimens. (a) As-prepared specimen. (b) Specimen annealed at 429 K for one hour.

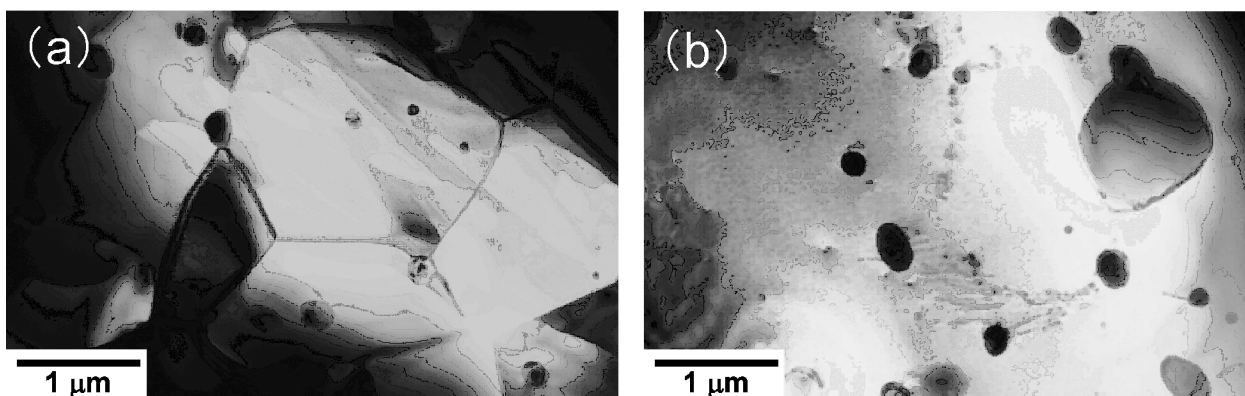


Fig. 6 TEM images of Sn-3.0Ag-0.5Cu coil specimens. (a) As-prepared specimen. (b) Specimen annealed at 429 K for one hour.

Sn や Cu_6Sn_5 等の金属間化合物^{18,19)}であり、未熱処理材では粒内の析出物は少なく、熱処理材では粒内に多く析出している。

3.2 コイルばねクリープ試験

室温でのクリープ変形が大きい Sn-37Pb 合金を用いて、0.3~0.82 MPa の低応力荷重でコイルばねクリープ試験を行った。得られたクリープ曲線を Fig. 7 に示す。ひずみ-時間クリープ曲線は上に凸の加工硬化型である。

Fig. 8 にひずみ速度-時間曲線を示す。 10^{-9} ~ 10^{-7} s^{-1} の極低ひずみ速度領域のクリープ変形が測定された。Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金についても、Fig. 12 に後述するように 10^{-11} ~ 10^{-8} s^{-1} の極低ひずみ速度領域のクリープ曲線が得られた。

3.3 試験法によるクリープ曲線の違い

Sn-37Pb 合金の単軸引張クリープ試験における、ひずみ速度-時間曲線を Fig. 9 に示す。ひずみ速度が変化する遷移クリープ領域を過ぎるとひずみ速度がほぼ一定になり、最小クリープひずみ速度が計測されている。これに対して、Fig. 8 に示したコイルばねクリープ試験では、いずれの応力で

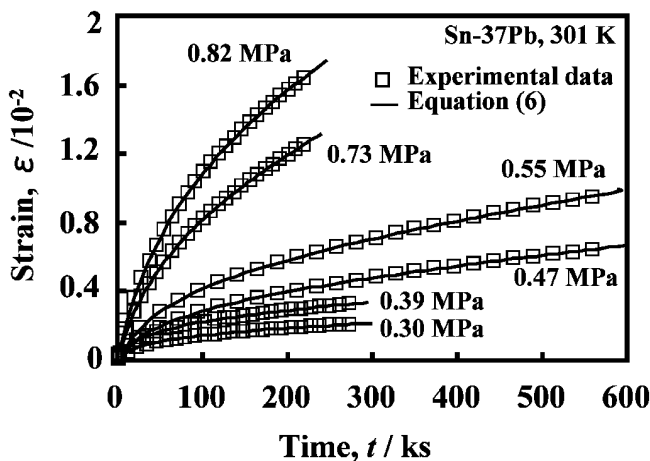


Fig. 7 Relationship between strain and time for Sn-37Pb alloy obtained by helical spring creep tests at 301 K.

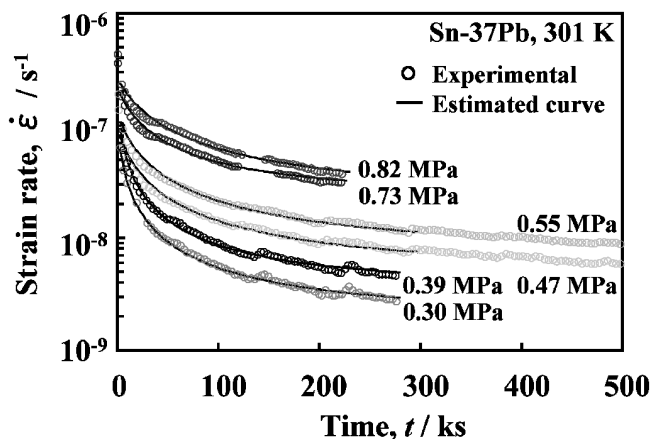


Fig. 8 Relationship between strain rate and time for Sn-37Pb alloy obtained by helical spring creep tests at 301 K.

も、ひずみ速度は時間とともに低下し続けている。同様に、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金のコイルばねクリープ試験においても、ひずみ速度が低下し続ける現象が観察された。これに類似した研究結果として、Fe-19 mass%Cr-26 mass%Ni-0.63 mass%Nb ステンレス鋼のコイルばねクリープ試験において、ひずみの増加とともにひずみ速度が減少し続ける²⁰⁾ことが報告されている。

3.4 有限要素法解析によるねじりひずみの変化

Sn-37Pb 合金のコイルばねクリープ試験を想定した有限要素法解析の結果を Fig. 10 に示す。コイルばねクリープ試験により発生するひずみのうち最大の成分はせん断ひずみ γ_{xy} であることがわかった。これは、コイルばね試験片が伸びることにより、線材にねじり変形が生じることを意味している。せん断ひずみ γ_{xy} (以下、ねじりひずみ成分) の分布を Fig. 10(a) に示した。線材の表面でひずみが大きく、線材の中心ではねじりひずみは 0 である様子がわかる。また、図中に暖色で表示したように、コイル内側の線材表面でねじりひずみが大きくなっており、Wahl¹³⁾ と Timoshenko から¹⁴⁾ のばね理論を裏付ける結果が得られた。

γ_{xy} の次に大きなひずみ成分は、線長方向の垂直ひずみ ε_{xy} であった。コイルばねピッチ間隔 z に対する ε_{xy} と γ_{xy} の変化を Fig. 10(b) に示した。 z が大きいほど γ_{xy} は減少し、 ε_{xy} は増加している。すなわち、コイルばねクリープ試験においては、試験片が伸びてピッチ間隔が大きくなると、線長方向のひずみ成分が次第に無視できなくなることを示している。実際のコイルばねクリープ試験 (Fig. 8) において、ひずみ速度が時間とともに低下し続けたのはこのためであると考えられる。

ただし、コイルばねの直径が 10 mm で、線材の直径が 1 mm である本解析モデルの場合、 z が 1.5 mm から 5 mm の範囲では、 γ_{xy} の減少は 2% 以下、 ε_{xy} の大きさは γ_{xy} の 13% 程度であり、ねじりひずみ成分が支配的である。

3.5 クリープ曲線の近似式の導入

コイルばねクリープ試験では、コイルばねの変形にともな

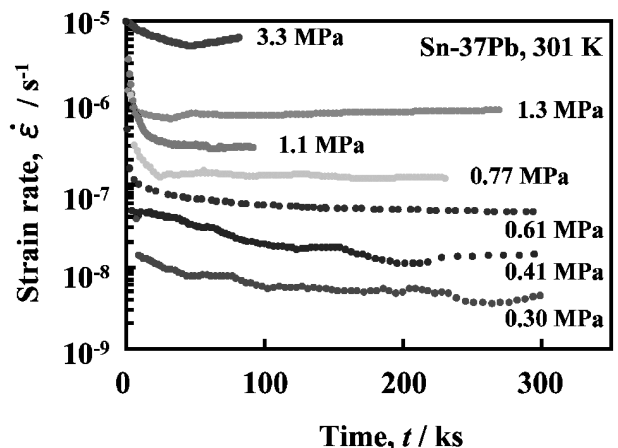


Fig. 9 Relationship between strain rate and time for Sn-37Pb alloy obtained by uniaxial creep tests at 301 K.

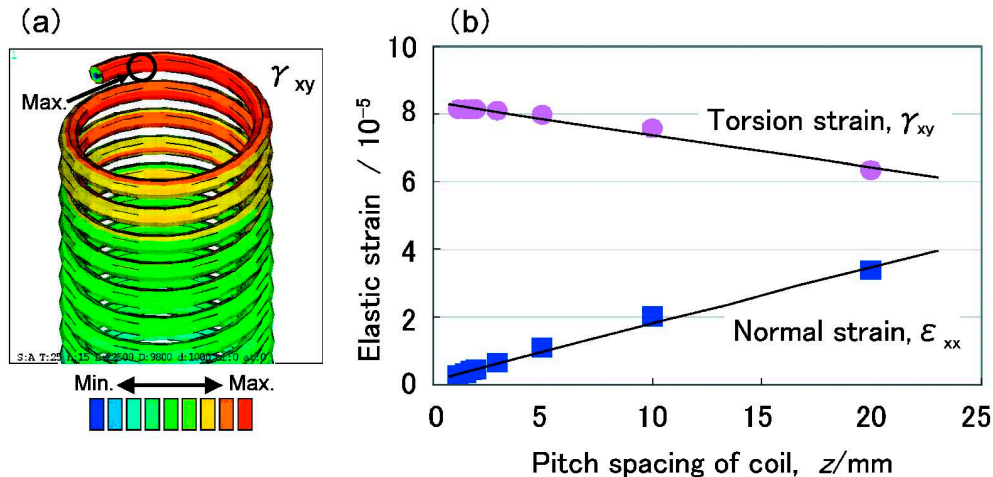


Fig. 10 Results of finite element analysis for Sn-37Pb alloy. (a) Distribution of torsion strain, γ_{xy} . (b) Relationship between calculated torsion and normal elastic strains as a function of coil pitch spacing.

い、ねじりひずみが減少するため、ひずみの増加とともにひずみ速度が減少し続け、定常クリープひずみ速度が得られない。そこで、ひずみ速度とひずみや時間の関係を表すクリープ曲線の近似式を用いて、定常クリープひずみ速度を決定する方法を導入した。

式(6)に、Li ら²¹⁾によるクリープひずみ-時間の関係式を示した。

$$\epsilon = \dot{\epsilon}_s t + \frac{\dot{\epsilon}_s}{k} \ln \left\{ 1 + \frac{\dot{\epsilon}_i - \dot{\epsilon}_s}{\dot{\epsilon}_s} (1 - e^{-kt}) \right\} \quad (6)$$

ここで ϵ はひずみ、 $\dot{\epsilon}_i$ は初期ひずみ速度、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常ひずみ速度、 k は転位の増殖速度定数に関するパラメータである。

時間 t に対するひずみ ϵ の変化に最もよくフィットする値として、 $\dot{\epsilon}_i$ 、 $\dot{\epsilon}_s$ 、 k の値を決定した。Fig. 7 には、Sn-37Pb 合金の室温におけるコイルばねクリープ試験に対して、この近似式を用いて計算した近似曲線を、実験結果に重ねて実線で示した。実験と近似曲線はよく一致しており、Li ら²¹⁾による近似式は、コイルばねクリープ試験の定常クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ を決定するのに有効と考えられる。本研究では、Sn-37Pb と Sn-3.0Ag-0.5Cu のコイルばねクリープ試験の定常クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ は、Li ら²¹⁾による近似式を用いて決定した。

3.6 応力指数とクリープ変形機構

室温における Sn-37Pb 合金のコイルばねクリープ試験と単軸引張クリープ試験から得られた、定常クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ と負荷応力 σ の両対数プロットを Fig. 11 に示す。コイルばねクリープ試験から得られた $\dot{\epsilon}_s$ は、単軸クリープ試験の $\dot{\epsilon}_s$ よりも全体的に小さくなっているが、両試験ともに良好な直線関係が得られた。それぞれの直線の傾きから応力指数 n を求めると、コイルばねクリープ試験では 2.7、単軸引張クリープ試験では 3.1 となり、両試験の応力指数はいずれも 3 程度であった。これらの n 値から、このクリープ変形は Sn/Pb 異相界面すべりが律速であると推定される¹⁹⁾。コイルばねクリープ試験の $\dot{\epsilon}_s$ が単軸クリープ試験よりも全体的に小さい理由としては、Fig. 7 に示したように、比較的高い応力でのコイルばねクリープ試験ではひずみが 1% 以上

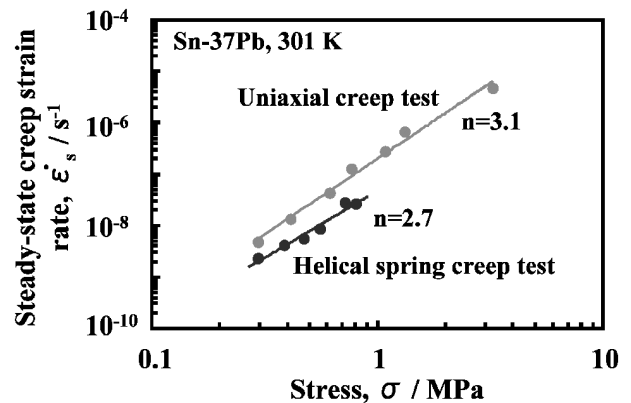


Fig. 11 Relationship between steady-state creep strain rate and stress for Sn-37Pb alloy in helical spring creep test and uniaxial creep test at 301 K.

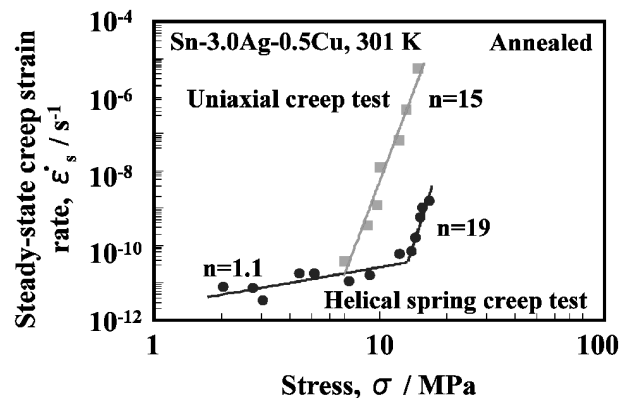


Fig. 12 Relationship between steady-state creep strain rate and stress in helical spring creep tests and uniaxial creep tests for Sn-3.0Ag-0.5Cu thermal-annealed at 429 K.

生じていることから、コイルばねの変形によりねじりひずみ成分が減少し、定常クリープひずみ速度を小さく評価した可能性が考えられる。

Fig. 12 は、熱処理した Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の室温におけるコイルばねクリープ試験と単軸引張クリープ試験から得られた $\dot{\epsilon}_s$ と σ の両対数プロットを示している。単軸クリー

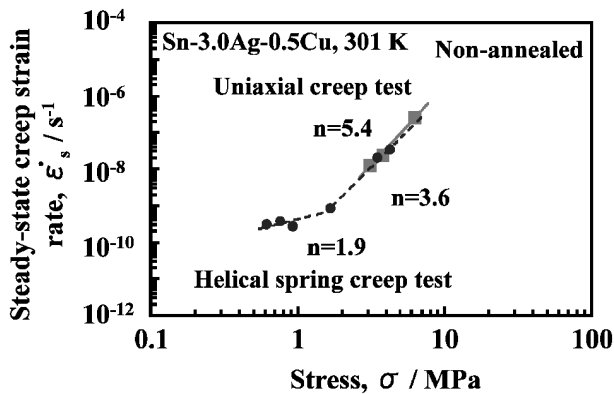


Fig. 13 Relationship between steady-state creep strain rate and stress in helical spring creep tests and uniaxial creep tests for non-thermal annealed Sn-3.0Ag-0.5Cu.

ブ試験では $\dot{\epsilon}_s$ と σ に直線関係があるのに対して、コイルばねクリープ試験の結果は、約 14 MPa 以下において直線の傾きが 19 から 1.1 に減少することがわかった。14 MPa 以上の n 値は、コイルばねクリープ試験では 19、単軸クリープ試験では 15 であった。いずれも室温における純 Sn の応力指数 $4 \sim 9^{22,23)}$ より大きい。これら Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の高い応力指数は、Fig. 6(b) に示したように、結晶粒内に Ag_3Sn や Cu_6Sn_5 等の金属間化合物が析出したことによる分散強化の影響と考えられる^{18,19)}。一方、コイルばねクリープ試験での 14 MPa 以下の n 値は 1.1 であり、粒界すべりが主たる変形機構である場合の値²⁴⁾に近い。これらの応力指数の変化から、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金では、14 MPa 以下の低応力領域において変形機構が分散強化型の転位クリープから粒界すべりに遷移すると考えられる。

なお、単軸クリープ試験の定常クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ が、同じ応力におけるコイルばねクリープ試験の $\dot{\epsilon}_s$ よりも大きい理由の一つとしては、線径に対して粒径が比較的大きいために、Sn の結晶方位による強度の異方性が強く現れたことが考えられる。単軸クリープ試験後の試験片を調べると、くびれ後に長方形の破断面が観察されており、断面内で不均一な変形が起こったことが示唆される。一方、コイルばねクリープ試験では断面積の変化はなく、粒径が大きい場合でもコイル断面は均一に変形する。

Fig. 13 は、同じく Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の未熱処理材の $\dot{\epsilon}_s$ と σ の両対数プロットを示している。熱処理材の場合と同様、コイルばねクリープ試験では、約 2 MPa において直線の傾きが減少した。応力指数 n の値は、2 MPa 以上のコイルばねクリープ試験では 3.6、単軸クリープ試験では 5.4 であり、二つの試験結果はほぼ同一直線上に乗った。2 MPa 以下の低応力側では、応力指数は 1.9 となり、この値は熱処理材の場合と同様にクリープ変形機構が粒界すべりの場合の値²⁴⁾に近い。高応力領域では、熱処理材に比べて応力指数が小さい。これは、Fig. 5 に示したように、未熱処理材では粒径が約 2 μm と小さく、結晶粒界に沿った転位クリープが生じやすいためと考えられる。

4. 結 言

本研究では、Sn-Ag-Cu 合金の低応力領域におけるクリープ特性を明らかにするために、まず、コイルばねクリープ試験を Sn 系はんだ合金に適用するための方法を検討した。次に、このコイルばねクリープ試験法を用いて、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の低応力領域におけるクリープ特性について調べた。その結果、次のことが明らかとなった。

(1) 低ひずみ速度の試験に有効なコイルばねクリープ試験では、コイルの変形が進むとねじりひずみ成分が減少するため、定常クリープひずみ速度を得ることが難しいが、単軸状態の定常クリープひずみ速度を推定する方法を用いることにより、室温でクリープ変形挙動を示す Sn 系はんだ合金に対してもコイルばねクリープ試験を適用することが可能である。

(2) Sn は結晶方位による強度の異方性が大きいため、線径に対して粒径が比較的大きい場合には、単軸引張クリープ試験よりもコイルばねクリープ試験の方が妥当な結果が得られる。

(3) 熱処理した Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金では、約 14 MPa 以下の低応力において応力指数が 19 から 1.1 へと変化し、分散強化型の転位クリープから粒界すべりへとクリープ変形機構が遷移する。この結果は、単軸引張クリープ試験からは推定できず、コイルばねクリープ試験により明らかとなった。

最後に、本研究の一部は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究 (B) (課題番号 19360318) の援助により行われたものである。ここに特記して感謝の意を示す。

文 献

- 1) B. Burton and G. W. Greenwood: *Met. Sci. J.* **4**(1970) 215-218.
- 2) D. J. Towle and H. Jones: *Acta Metall.* **24**(1976) 399-407.
- 3) G. Malakondaiah and P. R. Rao: *Acta Metall.* **29**(1981) 1263-1275.
- 4) T. Sritharan and H. Jones: *Acta Metall.* **28**(1980) 1633-1639.
- 5) R. S. Mishra, H. Jones and G. W. Greenwood: *Acta Metall. Mater.* **38**(1990) 461-468.
- 6) L. Kloc, J. Fiala and J. Čadek: *Mater. Sci. Eng. A* **130**(1990) 165-172.
- 7) L. Kloc, J. Fiala and J. Čadek: *Mater. Sci. Eng. A* **202**(1995) 11-17.
- 8) L. Kloc and V. Sklenička: *Mater. Sci. Eng. A* **234-236**(1997) 962-965.
- 9) L. Kloc, V. Sklenička and J. Ventruha: *Mater. Sci. Eng. A* **319-321**(2001) 774-778.
- 10) V. Sklenička, K. Kuchařová, M. Svoboda, L. Kloc, J. Buršík and A. Kroupa: *Mater. Charact.* **51**(2003) 35-48.
- 11) L. Kloc and V. Sklenička: *Mater. Sci. Eng. A* **387-389**(2004) 633-638.
- 12) K. Ikeda, K. Fujimoto, M. Ishibashi and H. Nakashima: *Rep. the 123rd Committee on Heat-Resisting Materials and Alloys, Japan Society for the Promotion of Sciences* **47**(2006) pp. 323-328.
- 13) A. M. Wahl: *Mechanical Springs*, second edition, (McGraw-Hill, New York, 1963) pp. 229-230.
- 14) S. Timoshenko and D. H. Young: *Elements of Strength of Materials*, fifth edition, (Van Nostrand, New York, 1968) pp. 77-80.
- 15) JSMS Committee on High Temperature Strength of Materials: *Standard Creep Testing for Solders*, JSMS-SD-8-04, (The Society of Materials Science, Tokyo, 2004) pp. 3-7.
- 16) Y. Kaga and M. Ishibashi: *Proc. 9th Sympo. on Microjoining and Assembly Technology in Electronics*, (Welding Society,

- Japan, 2003) pp. 345–350.
- 17) National Astronomical Observatory: *Chronological scientific tables*, (Maruzen, Tokyo, 2007) p. 371.
- 18) M. Kerr and N. Chawla: *Acta Mater.* **52**(2004) 4527–4535.
- 19) Y. Kariya and T. Suga: *Proc. 12th Sympo. on Microjoining and Assembly Technology in Electronics*, (Welding Society, Japan, 2006) pp. 223–228.
- 20) I. G. Crossland and B. D. Clay: *Acta Metall.* **25**(1977) 929–937.
- 21) J. C. M. Li: *Acta Metall.* **11**(1963) 1269–1270.
- 22) J. E. Breen and J. Weertman: *Trans. AIME* **203**(1955) 1230–1234.
- 23) R. J. McCabe and M. E. Fine: *Metall. Mater. Trans.* **33**(2002) 1531–1539.
- 24) M. Otsuka and R. Horiuchi: *J. Japan Inst. Metals* **48**(1984) 1143–1151.