

## 銅めっき薄膜機械特性の微細組織依存性<sup>†</sup>

玉川 欣治\* 作谷 和彦\* 三浦 英生\*\*

### Effect of Micro Texture of Electroplated Copper Thin Films on Their Mechanical Properties

by

Kinji TAMAKAWA \*, Kazuhiko SAKUTANI \* and Hideo MIURA \*\*

The mechanical properties of copper thin films formed by electroplating were compared with cold-rolled copper films using tensile test and nano-indentation. Both the Young's modulus and tensile strength of the films were found to vary drastically depending on the microstructure of the films. Though the Young's modulus of the cold-rolled film was almost same as that of bulk material, that of the electroplated thin film was about a fourth of that of bulk material. The microstructure of the electroplated film was polycrystalline and a columnar structure with a diameter of a few hundreds-micron and the strength of the grain boundaries of the columnar grains seemed to be rather week. The superplastic deformation was observed in the film due to the cooperative grain boundary sliding. In addition, there was a sharp indentation depth dependence of Young's modulus of the film. There was also a plane distribution of Young's modulus near the surface of the film depending on the distribution of the diameter of the columnar grains.

**Key words :** Electroplated copper film, Micro texture, Columnar structure, Mechanical property, Stress-strain curve

#### 1 緒 言

ナノテクノロジーの発展に伴い、材料寸法の微細化が進み、半導体デバイスや磁気ヘッドあるいは光ディスクなど、最先端の薄膜応用製品では1nm以下の寸法制御で1 bitの情報を記録する構造が製造されている。<sup>1)</sup>このような製品では構造単位を形成する原子数が数百から数万個と、正に数えることが可能な世界に入っている。製造方法にもアトミックマニピュレーションが導入されつつあり、原子1個単位の組成制御が視野に入りつつある。このような世界では、材料の物性が単なる平均的な化学組成では議論できず、局所的な原子配列や組成で決定されることになる。結晶欠陥や不純物の混入も含め1原子単位の構造変化がその局所的な物性を支配することになる。したがって、空間的な物性分布の存在が材料あるいは構造の使用段階で顕在化することになり、この空間分布を考慮した信頼性設計が不可欠となる。

材料寸法の微細化は、このようなバルク的な結晶組成分布のみでなく、材料の物性がバルク的な性質よりもむしろ表面や界面の影響を受け決定されることを意味している。単純な寸法の微細化を考えても相対的に表面に存在する原子の構成比率が高くなり、材料の全自由エネルギー中に占める表面エネルギーの影響度合いが高くなることで様々な物性変化が生じ得る。最も単純な構造がカーボンナノチューブであり、全原子が表面を形成しているという特徴的な構造を持つことで、従来には無い強度物

性や電磁気的な物性が発現していることは周知の通りである。<sup>2)~4)</sup>また、室温では脆性挙動を示すシリコン結晶もナノメートルの寸法領域では明瞭な塑性変形挙動を示すことなどが報告されている。<sup>5)</sup>

寸法が微細化することで、バルク材料では実現困難な結晶組織が形成され、大きな物性変動が生じることも考えられる。特に薄膜材料においては、結晶組織が柱状組織となると、結晶粒界が面内方向には存在するが、膜厚方向には存在しないため、結晶粒界の性状に依存して、機械的な性質にも著しい異方性が現れる場合があることが報告され始めている。<sup>6), 7)</sup>したがって、構造の微細化は結晶組織の多様性を引き起こし、結果として様々な物性の多様性を発現させる可能性がある。

材料を薄膜化するには多く方法を選択することができる。従来の材料製造方法でも使用されている圧延でも厚さ数 $\mu\text{m}$ の金属箔を製造することは複数の金属材料で可能である。いわゆる薄膜の製造方法として広く使用されているのはスパッタリング法で、比較的低温で薄膜の形成が可能であり、かつ複雑な合金系でもその組成維持が容易であることから多くの金属材料で使用されている。また、一部の金属ではめっき法も材料表面への皮膜形成に使用されている。以上の全ての方法を使用して薄膜化が可能な材料のひとつに銅がある。銅はその高熱伝導性や低電気抵抗かつ低コストという特長から最も多用されている金属のひとつである。従来は Fig. 1にも示すよう

<sup>†</sup> 原稿受理 平成19年1月17日 Received Jan. 17, 2007 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

\* 東北大学大学院工学研究科附属エネルギー安全科学国際研究センター 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉, Fracture and Reliability Res. Inst., Graduate School of Eng., Tohoku Univ., Aoba-ku, Sendai, 980-8579

\*\* 正 会 員 東北大学大学院工学研究科附属エネルギー安全科学国際研究センター 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉, Fracture and Reliability Res. Inst., Graduate School of Eng., Tohoku Univ., Aoba-ku, Sendai, 980-8579

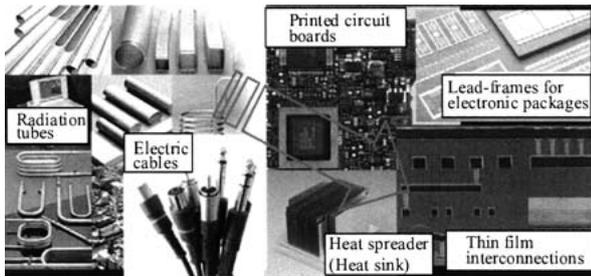


Fig. 1 Expansion of application of copper alloys.

に放熱管や電気ケーブルに多用されてきた。さらに今後は、既に  $1\mu\text{m}$  以上の幅を有する配線では銅材料が使用されている電子部品搭載用のプリント基板や半導体デバイスにおいても  $100\text{nm}$  以下の線幅の薄膜配線材料として活用されることが期待されている。このため、いわゆる薄膜の製造方法として先に述べたスパッタリング法やめっき法が使用されている。

圧延や鋳造等の従来法と比較して新しい薄膜形成方法で製造した銅薄膜の微細組織も従来のバルク材料とは大きく異なる場合があり、膜の機械的特性も従来のバルク材料から大きく変化する可能性がある。そこで本報告では今後半導体デバイス製造工程において多用される、めっき法で作製した銅薄膜の結晶組織と機械的特性について実験的に検討した概要について述べる。

## 2 銅薄膜結晶組織の多様性

めっき銅薄膜は、硫酸銅溶液を使用し、直流電流 ( $25\text{mA}/\text{cm}^2$ ) 環境でステンレス (SUS304) 基板上に厚さ約  $10\mu\text{m}$  成長させた。めっき液内には不純物等は添加していない。成長しためっき膜は容易にステンレス基板から引き剥がすことができ、銅めっき薄膜単体を試験片として使用した。なお、膜厚のばらつきは  $0.1\mu\text{m}$  以下である。また、従来材料の代表として厚さ  $17\mu\text{m}$  の圧延銅箔も実験に使用した。

走査型電子顕微鏡を使用しためっき薄膜の断面組織観察例を Fig. 2 に示す。図は、めっき薄膜の一部を取束イオンビームで加工して貫通孔の側面を観察したものである。めっき薄膜の表面粗さは約  $200\text{nm}$  で粒状組織を形成していた。しかし、断面構造は明確な柱状組織からなっていることが確認された。平均粒径は数  $100\text{nm}$  程度の微細粒で膜の法線方向に成長している。また、各結晶粒 (柱

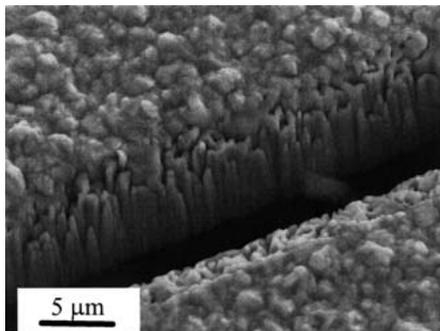


Fig. 2 Cross-sectional texture of an electroplated copper thin film.

状組織) が明確に観察されることから、粒間のいわゆる結晶粒界近傍は疎な組織となっているものと推測される。このような膜法線方向への柱状組織の成長は電解めっき (直流電流) 固有のものと考えられる。

この柱状組織の面内配列状況をより鮮明に観察することを目的に取束イオンビームを二次元で走査し、膜厚方向の約  $5\mu\text{m}$  (膜厚方向中央部近傍) で加工を中止して組織を観察した例を Fig. 3 に示す。図は膜の法線方向から結晶組織を観察したものである。膜面内には直径数  $100\text{nm}$  の結晶が配列している状況が明確に現れている。さらに、各結晶粒の境界 (結晶粒界) が選択的に除去され、各結晶が鮮明に捉えられていることもわかる。したがって、本めっき膜は結晶粒界が容易に加工されるほど密度が低い (疎な) 状態で形成された柱状組織からなっていることが確認された。

この柱状組織の結晶配向性を X 線回折法で測定した結果を Fig. 4 に示す。図の横軸は回折角 ( $2\theta$ )、縦軸は回折強度 (相対値) である。図中には各回折ピークに対応する銅の結晶方位も示している。本めっき薄膜は基本的にはランダム配向の多結晶構造であるものの、やや強い (111) 配向性を有していることがわかる。これは、めっき膜の成長過程において、銅結晶の最稠密面である (111) 結晶面が優先的に成長したためと考えられる。なお、今回試作した複数のめっき薄膜においては、主として (111) 配向性が強い膜が得られたが、一部には (110) 結晶面が優先的に成長した膜の存在も認められたことから、めっき条件が一定でもめっき薄膜の結晶配向性は必ずしも一定ではないことも明らかとなった。

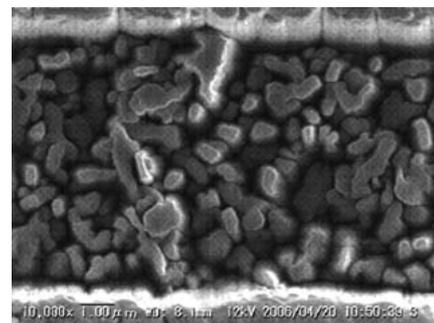


Fig. 3 Columnar grains of an electroplated copper thin film.

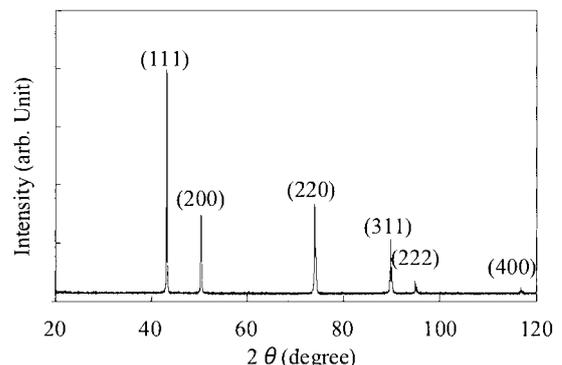


Fig. 4 X-ray diffraction pattern of an electroplated copper thin film.

このような結晶組織は従来のバルク材料とは明らかに異なるものである。そこで、市販の圧延箔の結晶組織を同様に評価した例を Fig. 5 に示す。図は X 線回折パターンを示したもので、図中には走査型電子顕微鏡で観察した箔の結晶断面構造例も示している。圧延箔は明確に (200) 結晶配向性を示している。この (200) 結晶配向性は冷間圧延後に熱処理で二次再結晶を生じさせた銅材料では一般的に観察されているものである。また、図中に示した膜断面構造観察写真からも明らかなように膜は緻密な構造で結晶粒界を明確に観察することはできない。

このように、 $\mu\text{m}$  オーダーの厚さの銅薄膜では、結晶構造（結晶組織や配向性）は多様性を有し、製造方法にも依存して大きく変化し得るものであることが明らかとなった。特にめっき薄膜で観察された、疎な粒界からなる柱状組織では、膜の厚さ方向と水平（面内）方向では物性が大きく異なる、すなわち異方性が発現することが考えられる。そこで次に、めっき膜と圧延箔の機械的特性の相違の有無を評価することを目的に各膜単体試験片に対し引張試験を実施し、応力-ひずみ曲線を測定した。

### 3 銅薄膜面内の変形挙動

銅薄膜の引張試験は、試験片（薄膜あるいは箔）を長さ 15mm、幅 3mm の短冊状に切断加工し、引張試験治具に瞬間接着剤で固定し、Fig. 6 に示した装置を使用して行った。負荷はロードセル（容量 50N）で荷重制御を与え、試験片表面の変形（伸び）は、青色レーザー顕微鏡

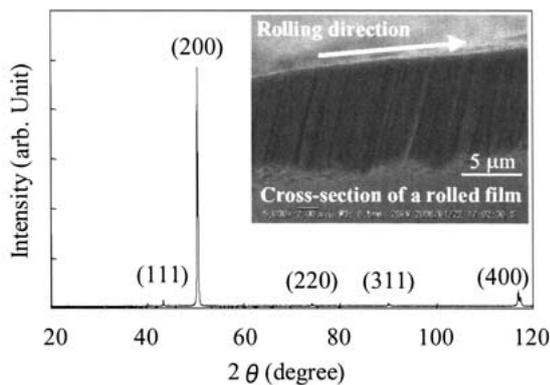


Fig. 5 X-ray diffraction pattern of a cold-rolled copper thin film.

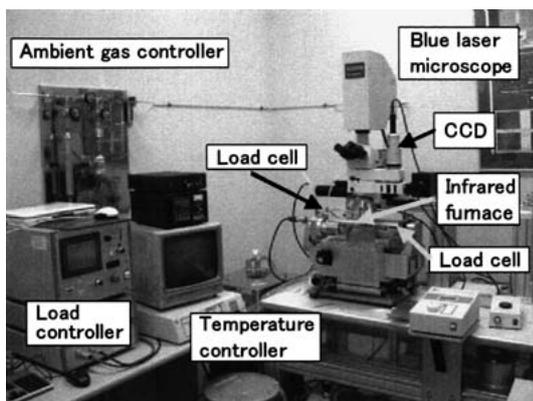


Fig. 6 Equipment of tensile test of thin films.

で試験表面に形成したマーカー位置を観察し、負荷前後の観察画像を画像処理（差分処理）することで決定した。本装置ではロードセルは試験片両端に設置しており、顕微鏡の観察位置（中央）は負荷の有無によらず一定に保たれるように制御しており、負荷前後の相対変形を容易に測定することが可能となっている。本報告における変形の測定分解能は 10nm である。また、赤外線加熱炉による室温から約 1000°C までの温度制御と、真空あるいは任意のガス雰囲気制御も可能である。

銅薄膜の代表的な応力-ひずみ曲線の測定例を Fig. 7 に示す。圧延箔とめっき薄膜では弾性率、引張強度、破断ひずみいずれの値も相互に大きく異なることが明らかになった。各 20 試料の測定結果の平均値をまとめて Table 1 に示す。なお、圧延箔の測定結果の最大ばらつきは  $\pm 10\%$  以内、めっき薄膜では  $\pm 20\%$  以内であった。圧延箔の弾性率は約 86GPa、引張強度は約 730MPa であった。一方、めっき薄膜の各値はそれぞれ約 29GPa、380MPa であった。このように、両膜（箔）間で、弾性率は約 3 倍、引張強度は約 2 倍もそれぞれ異なっている。特に、弾性率はバルク銅の約 130GPa に対し、圧延箔で約 86GPa、めっき薄膜で約 29GPa とそれぞれバルク材料と比較して大きく減少している。なお、破断ひずみについては、圧延箔では約 0.01 一定であったが、めっき薄膜では 0.05 から最大で約 0.3 に達するものも存在しており、試験片間で大きなばらつきを示した。また、めっき薄膜においては、塑性変形の進行過程において加工硬化は実質的に認められず、超塑性変形のような変形挙動を示していることが最も大きな特徴となっている。以上、銅薄膜の機械特性（強度物性）はその製造方法に依存して大きく変化することが明らかになった。

化学的な材料組成に顕著な相違は認められてはいないので、この強度物性の変化は結晶構造の変化に依存したものと考えられる。材料の破壊強度は例えば平均結晶粒径や結晶の配向性で変化することは知られているが、め

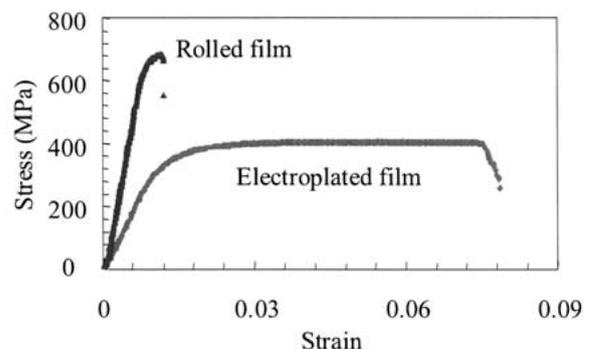


Fig. 7 Example of stress-strain curves of copper thin films.

Table 1 Mechanical properties of copper films.

	Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)
Electroplated Film	29	380
Rolled Film	86	730
Bulk	130	280-310

き薄膜で得られた著しい低弾性化や破断伸びの急増はバルク材料で報告された事例は無い。また、面心立方構造からなる銅のめっき膜の結晶配向性は主に (111) 結晶方位あるいは (110) 結晶方位となることが確認されているが、この結晶の配向性と Fig. 7 に示した応力-ひずみ挙動には特に相関性は認められないとも確認されている。したがって、この大きな機械特性の変化の主因は結晶の内部構造の変化、すなわち、柱状組織に起因したものと考えられる。

結晶粒間の結合力が弱い柱状組織からなる材料（構造）に対し、面内方向（柱の長軸方向に対し直交する方向）に負荷を加えた場合に、協調粒界すべりという変形挙動が生じる場合があることがセラミック材料で報告されている。<sup>8), 9)</sup> Fig. 8 にこの概念説明図を示す。この協調粒界すべり過程では、各柱状組織を構成する結晶は実質的には変形せず、あたかも各結晶粒が結晶転位の発生（成長）過程における原子のように振舞い全体の変形が進行する。これは結晶粒界の結合力が弱い場合にのみ発生する現象であり、駆動力は柱状組織の結晶の直径（半径）の2乗に比例して減少すると言われている。したがって、粒径の小さい柱状組織ほどこの現象が生じ安くなる。今回試作しためっき薄膜の平均結晶粒径は Fig. 3 にも示したように数 100nm と十分小さく、かつ膜厚（柱状組織の高さ）も約 10 $\mu$ m と柱形状のアスペクト比は数 100 にも達しており、かつ結粒界は収束イオンビームの照射により結晶部と比較して著しく早く除去されるなど低密度化していることは明らかのため、このような協調粒界すべり現象は容易に生じ得るものと考えられる。

膜面内の引張試験において、この弱い結晶粒界が主として変形を担っていると考えると、破断伸びの増加も定性的には理解できる。また、Fig. 7 の応力-ひずみ曲線では明確な加工硬化現象が認められないのも、柱状組織を構成する結晶間で、転位の発生と増殖、およびその拘束という顕著な過程が発生しづらい環境にあると考えたと容易に理解できる。この仮説は、破断した試験片形状からも裏付けられるものと考えている。すなわち、Fig. 9 (a) に示すように、破断伸び約 0.2 で破断しためっき薄膜の破断部近傍でも、塑性変形に起因したくびれ部の発生は実質的には認められない。さらに走査型電子顕微鏡を用いた膜斜め上方からの破断面観察 (Fig. 9 (b)) から、いわゆる延性破面を特徴付ける組織の存在は認められず、

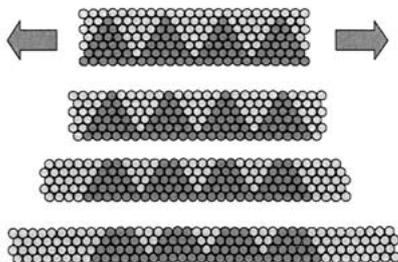


Fig. 8 Basic idea of deformation of columnar structure based on cooperative grain boundary sliding.

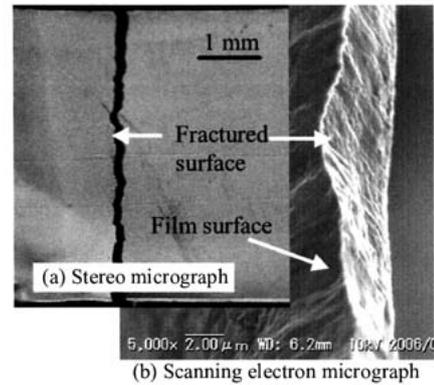


Fig. 9 Outlook of a fractured electroplated copper thin film.

むしろ脆性破壊に近い破面状態であった。また、破断領域以外では顕著な粒界割れ等の発生は認められなかった。以上の検討結果から、めっき薄膜で認められたバルク材料とは大きく異なる応力-ひずみ挙動は、めっき薄膜固有の、結晶粒界の弱い微細柱状組織に起因したものであることが明らかとなった。

Fig. 10 にめっき薄膜の代表的な応力-ひずみ曲線の構造支配因子をまとめて示す。初期の弾性変形領域では、銅の柱状結晶と密度が低いと考えられる粒界の複合材料的な特性が現れるため、実効的な弾性率はバルク銅の値より低下する。特に変形過程で一部協調粒界すべり現象が生じる場合は、一層見かけの弾性率は低下するものと考えられる。負荷がさらに増加し、膜全域で協調粒界すべり現象が開始すると、膜の応力-ひずみ特性としては、加工硬化を伴わない超塑性的な変形挙動が進行し、最終破断に至る。この変形過程は主として粒界すべりで生じると考えられることから、破断した破面には延性破面のような組織変化は現れない。

以上、本研究のめっき銅薄膜で得られた機械的特性は、銅の結晶の変化に起因したのではなく、柱状組織というバルク材料では存在しない特有の結晶組織（構造）に起因した、薄膜構造体としての特性であることが明らかとなった。しかし、本構造は実際の半導体デバイス等銅薄膜応用製品では発現するものと考えられることから、さらに詳細に膜内部の機械的特性評価を進めた。

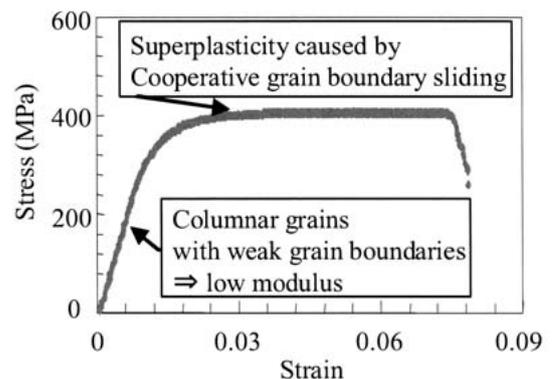


Fig. 10 Dominant factors of stress-strain curve of an electroplated copper thin film.

#### 4 銅薄膜内部の弾性率分布

柱状組織からなる、めっき銅薄膜の膜面内方向の応力-ひずみ特性がバルク材料と著しく異なることが明らかになったことから、膜内部の局所的な機械的特性分布をナノインデンテーション法で測定した。実験には米国 MTS 社の薄膜機械的特性評価システム Nano Indenter DCM-SA2 を使用した。本装置の変位分解能は 0.2pm、荷重分解能は 1nN である。負荷時のひずみ速度は約 0.05 (1/s) とした。また、負荷過程において、連続剛性測定法 (CSM: Continuous Stiffness Measurement) を採用した。本 CSM 法は、通常のナノインデンテーションの負荷過程において、荷重コイルに交流電流を印加し、圧子に周期的に微小振動力を発生させ、各周期の除荷過程で弾性率を測定する方法である。本手法を応用することで、1 回の圧子押込みの負荷過程全域で連続的に、弾性率や硬さの薄膜厚さ (押込み深さ) 方向分布を測定することができる。なお、この交流振幅を十分小さくすることで、加工硬化などの副作用は極力除去することができる。

Fig. 11 に圧延箔の弾性率の押込み深さ依存性測定例 (20 試料) を示す。圧延箔表面近傍の数 10nm の領域には低弾性率層の存在が認められるが、これは箔表面の表面粗さの存在に起因したインデンテーション圧子の接触不安定性によるものと考えている。それ以降の膜内部の弾性率は  $125 \pm 10$  GPa と安定した値が得られている。この測定結果はバルク銅の弾性率 (約 130 GPa) と良く一致しており、膜厚方向の特性はバルク銅と同等であることが確認できた。

同様に柱状組織を有するめっき銅薄膜の弾性率の押込み深さ依存性測定例 (20 試料) を Fig. 12 に示す。めっき銅薄膜においては、表面から約 50nm の深さで弾性率は最大値 (バルク銅と同等の約 110 GPa) を示した後、単調に減少する挙動を示した。深さ 800nm の位置における平均弾性率は、 $80 \pm 10$  GPa であった。この値は、膜面内で得られた約 29 GPa と比較すると 2 倍以上の値ではあるが、バルク値からは約 40% も小さな値となっている。この膜厚さ方向における弾性率の減少現象は、膜の柱状組織を考慮すると説明することが可能である。すなわち、インデンテーション開始直後は、圧

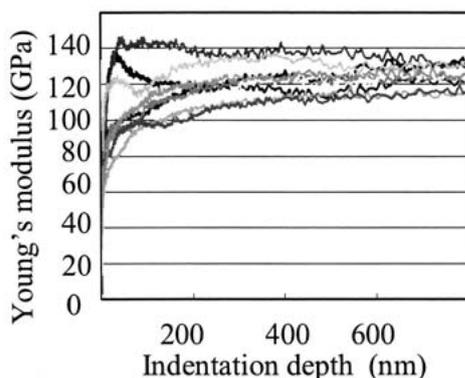


Fig. 11 Indentation depth dependence of Young's modulus of cold-rolled copper thin films.

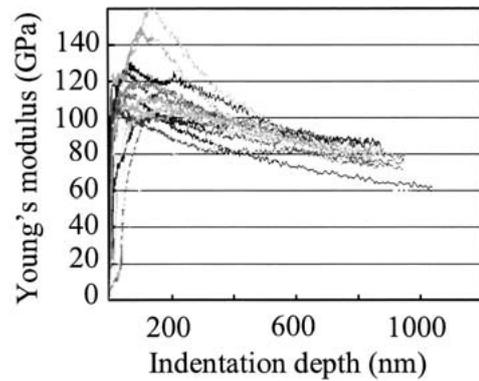


Fig. 12 Indentation depth dependence of Young's modulus of electroplated copper thin films.

子先端に接触する結晶粒は数個以下であり、いわゆる金属銅としての応答が期待できる。しかし、押込み深さが深くなると、密度が低い (あるいは結晶粒間の結合力が弱い) と考えられる粒界が多数混在することになり、銅の結晶 (柱状結晶) の占積率が低下するとともに、柱状結晶のたわみ変形なども一部には生じる可能性が考えられる。このため、構造体としての実効的な平均弾性率が低下するものと考えられる。なお、インデンテーション開始時点で粒界近傍に圧子が接触したと考えられる場合には、弾性率はバルク値に漸近せず、始めから低い値を示す場合も多数測定されているので、この解釈は妥当であると考えている。なお、めっき膜においては膜面内方向の平均 (代表) 弾性率が約 29 GPa であるのに対し、厚さ方向の弾性率は膜内部でも約 80 GPa あることが確認されたことから、膜の機械的な特性には明らかに異質性が存在していることが明らかになった。これは結晶組織が柱状組織であることに起因した現象であるが、実際の半導体デバイス等今後めっき法で作製した銅薄膜を使用する場合には信頼性上重要な検討課題となる可能性が高い。

圧延箔の機械的特性は膜 (箔) 内部でもほぼ均質と見なせるのに対し、めっき銅薄膜では内部で大きな分布が存在することが予測されることから、めっき膜表面を二次元的に走査してナノインデンテーション試験を行い、深さ約 100nm の位置における弾性率の分布を測定した例を Fig. 13 に示す。本測定例では、 $3 \mu\text{m}$  角の領域内を 300nm ピッチで測定している。膜面内では弾性率は約 10 GPa から約 130 GPa の間で大きく分布していることがわかる。この弾性率の空間分布形状は同一試料においても測定位置により大きく変化することも確認されている。表面近傍で弾性率が大きく変動する要因には、インデンテーション圧子が始めに接触する位置、すなわち結晶粒内部であるか粒界近傍であるか、を挙げることができることは既に述べた。さらに、今回試作した試料では、めっき膜内部に細かい針状 (柱状) 組織と粗大柱状組織が混在していることも弾性率分布形成の要因であることが明らかになった。

Fig. 14 に粗大粒と微細針状結晶の混在状態観察例 (走査型電子顕微鏡観察例) を示す。針状結晶の直径は

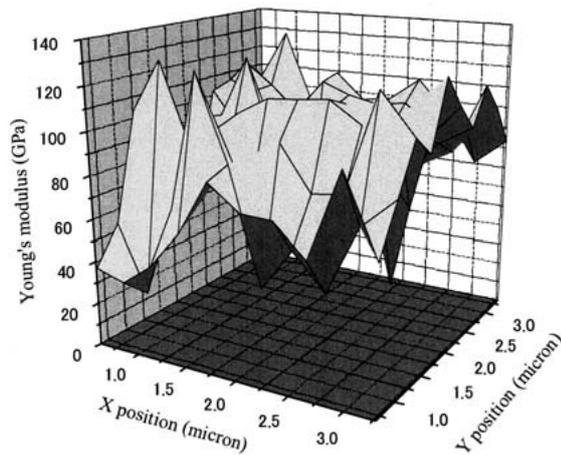


Fig. 13 Distribution of Young's modulus of electroplated copper thin films.

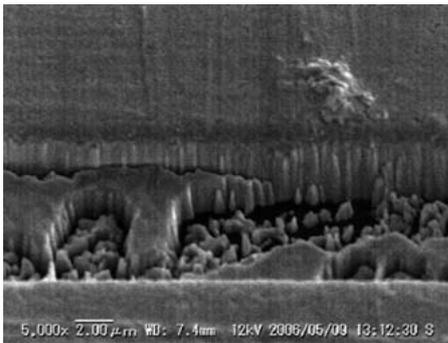


Fig. 14 Example of micro texture of an electroplated copper thin film (Mixture of a large grain and thin columns).

Fig. 3でも示したように100nmから300nm程度であるが、一部には写真に示したような本数 $\mu\text{m}$ 以上の粗大粒も成長していた。この原因は電流密度分布の存在や不純物の影響等が考えられるが詳細は不明である。いずれにしても、柱状組織と言えどもめっき膜内部で結晶粒径にも大きな分布が生じ、結果として弾性率に代表される膜の機械的特性にも三次元的な分布が生じる場合があることが明らかになったことから、今後はその制御技術の確立も重要な課題になるものと考えられる。

## 5 結 言

半導体デバイス用の薄膜配線材料として使用される電解めっき法で作製した銅薄膜の機械的特性を実験的に検討した。その結果、めっき銅薄膜は直径数100nmの柱状組織からなり、各結晶粒間の結晶粒界はイオンビーム等で容易にエッチング除去される密度が低い、あるいは結合力の弱い構造となる場合があることを明らかにした。この膜の面内方向に引張負荷を加えると、協調粒界すべ

り現象に基づくと考えられる超塑性的な変形挙動を示すとともに、弾性変形領域における実効的な弾性率もバルク銅の数分の一程度にまで低下することを明らかにした。さらに、膜厚方向にも実効的な弾性率分布（インデンテーションの押し込み深さ依存性）が存在し、膜全体としては結晶組織に依存した複雑な三次元弾性率分布が存在することも明らかにした。半導体デバイス等めっき銅薄膜応用製品の信頼性向上には、膜の機械的特性の異方性も考慮した膜の物理化学特性の微視的均質性制御技術の確立が重要と考えられる。

本研究の一部は、日本学術振興会科学研究費補助金事業および東北大学21世紀COEプログラムの助成を受けたものである。ここに謝意を表す。

## 参 考 文 献

- 1) International Technology Roadmap for Semiconductors 2005 (2005).
- 2) M. Yu, B. Files, S. Arepalli and R. Ruoff, "Tensile loading of ropes of single wall carbon nanotubes and their mechanical properties", *Physical Review Letters*, Vol.84, No.24, pp.5552-5555 (2000).
- 3) J. Salvétat, J. Bonard, N. Thomson and A. Kulik, "Mechanical properties of carbon nanotubes", *Applied Physics A-Materials Science & Processing*, Vol.69, No.3, pp.255-260 (1999).
- 4) M. Kiuchi, Y. Isono and S. Sugiyama, "Development of on-chip micro tensile testing device for mechanical-electrical characteristics of carbon nanowires", *Proc. of Mechanical Engineering Congress, 2004 Japan*, Vol.1, pp.367-368 (2004).
- 5) H. Kito, T. Kikuchi and Y. Isono, "Development of micro fatigue tester based on AFM technique for MEMS materials", *Proc. of Mechanical Engineering Congress, 2004 Japan*, Vol.1, pp.371-372 (2004).
- 6) H. Ogi, N. Nakamura and M. Hirao, "Advanced resonant ultrasound spectroscopy for measuring anisotropic elastic constants of thin films", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol.28, pp.657-663 (2005).
- 7) N. Nakamura, H. Ogi and M. Hirao, "Resonance ultrasound spectroscopy for measuring elastic constants of thin films" *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol.43, No.5B, pp.3115-3118 (2004).
- 8) H. Muto and M. Sakai, "A novel deformation mechanism for superplastic deformation", *Key Engineering Materials*, Vol.166, pp.103-108 (1999).
- 9) H. Muto and M. Sakai, "The large-scale deformation of polycrystalline aggregates : cooperative grain-boundary Sliding", *Acta Materialia*, Vol.48, pp.4161-4167 (2000).