

# Au-20Sn および Au-12Ge はんだの力学特性評価とナノレベル組織解析<sup>†</sup>

西山 達也\* 小川 武史\*\* 坂本 博夫\*\*\*

## Evaluation of Mechanical Properties and Nano-Structure Analysis of Au-20Sn and Au-12Ge Solders

by

Tatsuya NISHIYAMA\*, Takeshi OGAWA\*\* and Hiroo SAKAMOTO\*\*\*

Au alloys have great potentialities as solder joints of electronic packaging. However, studies on mechanical properties of Au solders, especially on creep properties, are very limited. Mechanical properties of Au-20Sn and Au-12Ge were measured by indentation tests ranging between nano and macro scales. First, macro indentation creep tests were carried out at various temperatures, i.e. 295K, 323K, 373K, 398K and 423K. It was found that the indentation creep deformation was observed at room temperature for Au-20Sn, while above 373K for Au-12Ge. Second, the indentation creep properties were measured for  $\zeta$  and  $\delta$  phases of Au-20Sn using a nano-indentation testing machine in order to investigate the influences of microstructure on the creep properties. Finally, we evaluated anisotropy of textured microstructure of Au-12Ge, where the dent shapes were distorted. This behavior was attributed to the three dimensional configurations, namely pile-up and sink-in. Based on the results of nano-indentation tests, numerical model for the microstructure of Au-12Ge was established and the mechanisms of the pile-up and sink-in were discussed.

**Key words:** Au solder, Indentation test, Indentation creep, Microstructure, Anisotropy, Plastic properties, Finite element method

### 1 緒 言

Au は展延性に優れ、Cu, Ag に次ぐ高い電気伝導度を有している。加えて、金属の中で化学的に最も安定であり、大気中で酸化を起こさないなど、優れた物理的、化学的特性を有している。このことから、Au およびその合金は、IC や LSI と基板を接合する際のバンプとして用いられている。<sup>1)</sup> また、Au メッキを施した電子部品と異種金属を接合する場合、いわゆる Au 食われを起こすため、Au メッキを施した部材の接合には Au または Au 合金が使用される。さらに、はんだの鉛フリー化に伴う高温鉛フリーはんだの代替材料としても注目される<sup>2)</sup> など、その用途は多様になってきており、接合方法や接続信頼性に関する研究が行われている。<sup>2), 3)</sup> しかし、Au 合金の力学特性に関する研究は少なく、特にクリープ特性に関する研究は報告されていない。Au 合金の力学特性の評価が行われていない理由は、Au 合金が高価であり、標準試験片を用いるとコスト面での負担が大きいことにある。

インデンテーション法は小さな試験片によって実施可能であり、従来から行われている硬さやヤング率などの測定に加えて、最近では複数圧子法による応力-ひずみ線図の推定<sup>4), 5)</sup> クリープ特性<sup>6)~10)</sup> および疲労強度の評価<sup>11)</sup> なども行われている。また、微小領域の力学特性評価を行えることから、電子デバイスの実接合部における力学特性評価<sup>12)</sup> や、微視組織の局所的な力学特性がマク

ロな力学特性に及ぼす影響の検討<sup>13), 14)</sup> などとも試みられている。

本研究では、ナノからマクロ領域までのインデンテーション試験を用いて、Au 系はんだの Au-20Sn および Au-12Ge の力学特性評価を行った。まず、マクロ領域のインデンテーション試験から押込みクリープ特性を求めた。次に、室温でもクリープ特性を示した Au-20Sn にナノインデンテーション試験を行い、微視組織の各相におけるクリープ変形挙動を検討した。一方、圧痕形状が異方性を示した Au-12Ge については、異方性の発生原因について塑性変形挙動の検討を行なった。

### 2 材料および試験片

供試材は、実装材料として実績のある Au-20Sn および Au-12Ge 合金である。いずれも共晶合金であり、融点  $T_m$  はそれぞれ 553K および 629K である。試験片は高さ 10mm、直径 10mm の Cu の円柱に、深さ 1.5mm、直径 8mm のくぼみを加工して供試材を鑄込んだものを用いた。鑄込み部には Ni メッキを施した。この Cu 鑄型試験片は、約 1g の Au 合金で試験片を作製できる。一方、Au-20Sn のナノインデンテーション試験のために、深さ 1mm、直径 5mm の黒鉛の鑄型に供試材を鑄込み、鑄造試験片を作製した。この試験片には、組織安定化および各相の粗大化のため、融点の約 0.87 倍の温度<sup>15)</sup> で 50 時間の熱処理を施した。試験片表面はエメリー紙 (~ #2000) で研

<sup>†</sup> 原稿受理 平成 19 年 1 月 10 日 Received Jan. 10, 2007 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

\* 青山学院大学大学院 〒229-8558 相模原市淵野辺, Graduate Student, Aoyama Gakuin Univ., Fuchinobe, Sagami-hara, 229-8558

\*\* 正会員 青山学院大学理工学部 〒229-8558 相模原市淵野辺, Faculty of Sci. and Eng., Aoyama Gakuin Univ., Fuchinobe, Sagami-hara, 229-8558

\*\*\* 三菱電機先端技術総合研究所 〒661-8661 尼崎市塚口本町, Mitsubishi Electric Co., Advanced Tech. R & D Center, Tsukaguchi-honmachi, Amagasaki, 661-8661

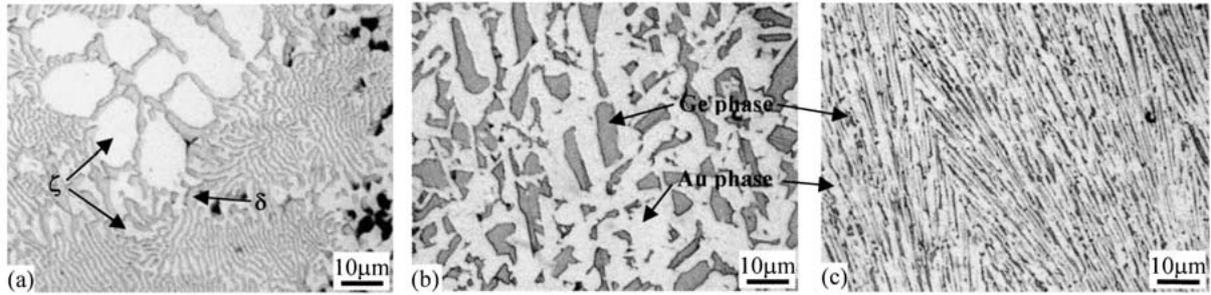


Fig. 1 Microstructures of Cu mold specimens, showing Au-20Sn (a), grained structure of Au-12Ge (b) and textured structure of Au-12Ge (c).

磨した後、 $0.3\mu\text{m}$  のアルミナ粒子、 $0.06\mu\text{m}$  のコロイダルシリカでバフ研磨を施した。押し込み試験力  $F < 2\text{N}$  のインデンテーション試験においては、加工層の影響が無視できないため、さらに電解研磨を施した。

試験片の顕微鏡写真を Fig. 1 に示す。Au-20Sn の微視組織は、初晶である dendroid ( $\zeta$  初晶: 11mass% Sn) と共晶凝固したラメラ状組織 ( $\delta$  相: 38mass% Sn および  $\zeta$  相) からなっており、試験片部位による相違は見られなかった。一方、Au-12Ge では試験片内の微視組織は様でなく、鑄込み中央部では、Ge 相が Au 相の中に比較的大きな粒状で存在する共晶組織となっているが、鑄込み端部では Ge 相が細い繊維状に存在している。微視組織の違いは冷却速度に起因すると考えられる。なお、Au 相に含有する Ge は約 1mass% であり、Ge 相に Au はほとんど固溶しない。<sup>16)</sup> Au-12Ge においては粒状組織 (Fig. 1 (b)) と繊維状組織 (Fig. 1 (c)) の試験結果を区別した。

### 3 マクロレベルのクリープ特性

#### 3.1 実験方法

試験は宮本<sup>8)</sup>および Ogawa<sup>17)</sup>と同様の方法で行った。試験には(株)島津製作所の電磁力式微小材料試験機マイクロサーボ MMT-100NB10 を用いた。変位の測定には(株)キーエンスの高温渦電流変位センサー AH-809 を用いた。下部のヒーターで試験片を熱し、試験片側部に熱電対を接触させて温度制御を行っている。温度制御の精度は  $\pm 0.2^\circ\text{C}$  であり、試験温度に達してから 1 時間以上経過した後試験を開始した。ビッカース圧子を用い、最大試験力  $F_{\text{max}} = 10\text{N}$ 、負荷除荷速度  $|dh/dt| = 0.2\mu\text{m/s}$  ( $h$  は押し込み深さ)、 $F_{\text{max}}$  の保持時間  $t_s = 1200\text{s}$ 、試験温度  $T = 295\text{K}$ 、 $323\text{K}$ 、 $373\text{K}$ 、 $398\text{K}$  および  $423\text{K}$  とした。

#### 3.2 実験結果および考察

インデンテーション試験における  $F_{\text{max}}$  の保持過程から、クリープ特性を求めた。<sup>6), 8)</sup> 求められた押し込みクリープひずみ速度  $\dot{\epsilon}_i (= 1/h \cdot dh/dt)$  と押し込み応力  $\sigma_i (= F/A_s)$  ( $A_s$  は圧子の接触面積) の関係を Fig. 2 に示す。図には、各条件について Au-20Sn は 5 回、Au-12Ge は 4 回の実験結果を示している。実験結果にはかなりのばらつきがあるが、図から  $\dot{\epsilon}_i$  と  $\sigma_i$  はノートン則 ( $\dot{\epsilon}_i = C_i \sigma_i^{m_i}$ ) に従う傾向が認められる。ここで、 $C_i$  および  $m_i$  は押し込みクリープ定数および押し込みクリープ指数である。Au-20Sn が顕著なクリープ挙動を示すことは注目すべき結果である。Au-12Ge の 295K および 323K ではクリープ変形が認めら

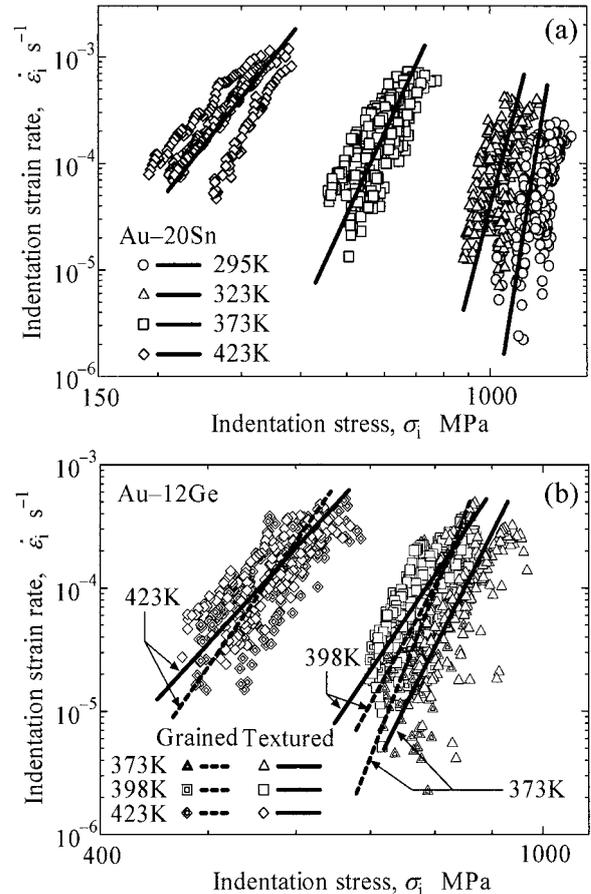


Fig. 2 Variations of  $\dot{\epsilon}_i$  with  $\sigma_i$  for different temperatures for Au-20Sn (a) and Au-12Ge (b).

れなかったが、後述するとおり Au-12Ge の繊維状組織では圧痕形状に異方性が見られた。いずれの材料でも  $\dot{\epsilon}_i$ - $\sigma_i$  関係は顕著な  $T$  依存性を示している。実験結果のばらつきが大きい原因として、個々の試験における試験温度の誤差が考えられる。図中の直線は、個々の試験で得られた  $\log(C_i)$  および  $m_i$  値を平均して求めたものであり、各試験条件の平均的なクリープ特性を表している。以下では、これらの特性に基づき検討を行う。

Fig. 2 の直線から求めた  $C_i$  および  $m_i$  の変化を、基準化した温度  $T/T_m$  に対して Fig. 3 に示す。Au-20Sn と Au-12Ge のクリープ特性値を比較すると、 $C_i$  および  $m_i$  ともに融点で基準化すると近い値になっており、鋼などの金属材料の一般的な傾向と同様である。一方、Au-12Ge の粒状組織と繊維状組織の結果を詳細に比較すると、粒

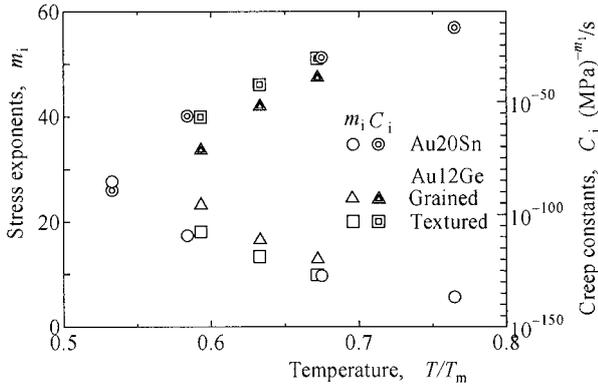


Fig. 3 Variations of creep properties with temperature.

状組織の  $m_i$  がやや大きく、 $C_i$  が小さい傾向がある。

以上で得られた押し込みクリープ特性値およびマルテンス硬さ  $HM (= F/26.4h^2 : \text{ISO14577})$  を Table 1 に示す。ここで、 $HM$  は負荷過程の  $F = 0.8F_{\text{max}}$  における  $F$  および  $h$  から求めており、理想的な押し込み変形を仮定すると、試験力を接触面積で除した値である。Table 1 の押し込みクリープ特性値は、標準的な引張試験で求められた材料特性値とは異なる。しかし、両者は相関関係を持っており、材料特性値を導く種々の方法が提案されている。<sup>(9)~(10)</sup> 最も簡便な方法としては、応力  $\sigma \approx \sigma_i/3$  とすることが知られている。<sup>(18), (19)</sup> Table 1 に示した押し込みクリープ特性値を用いてシミュレーション解析を行なうためには、上述のいずれかの方法によって材料特性値に変換する必要がある。

4 ナノレベルのクリープ特性 (Au-20Sn)

室温においてクリープ挙動を示した Au-20Sn について、微視組織の各相におけるクリープ特性を明らかにするため、ナノインデンテーション試験を行った。試験機は株式会社島津製作所のナノスコピック表面検査装置 SPH-1 であり、バーコヴィッチ圧子を用いた。SPH-1 は室温 ( $T = 295\text{K}$ ) でのみ試験可能である。試験機のコンプライアンスは

Table 1 Indentation creep properties and hardness,  $HM$ .

Material	$T$ K	$T/T_m$ -	$C_i$ (MPa) <sup>-<math>m_i</math></sup> /s	$m_i$ -	$HM$ N/mm <sup>2</sup>
Au-20Sn	295	0.53	$3.3 \times 10^{-90}$	27.6	1462
	323	0.58	$4.1 \times 10^{-57}$	17.3	1274
	373	0.68	$2.4 \times 10^{-31}$	9.7	763
	423	0.77	$4.3 \times 10^{-18}$	5.6	385
Au-12Ge (Grained)	295	0.47	-	-	898
	323	0.51	-	-	888
	373	0.59	$3.3 \times 10^{-72}$	23.2	919
	398	0.63	$9.4 \times 10^{-53}$	16.5	933
Au-12Ge (Textured)	423	0.67	$4.0 \times 10^{-40}$	12.9	704
	295	0.47	-	-	1011
	323	0.51	-	-	992
	373	0.59	$1.2 \times 10^{-57}$	18.1	1027
Au-12Ge (Textured)	398	0.63	$2.4 \times 10^{-43}$	13.3	953
	423	0.67	$1.0 \times 10^{-31}$	9.8	709

$0.00318\text{nm}/\mu\text{N}$ ,<sup>(20)</sup> 試験条件は  $F_{\text{max}} = 500\mu\text{N}$ ,  $|dF/dt| = 10\mu\text{N/s}$ ,  $t_s = 100\text{s}$  とした。

SPH-1 の AFM 機能によって観察された圧痕の例を Fig. 4 に示す。微視組織の各相の寸法と比較して、圧痕寸法は十分に小さく、単一相の力学特性の評価が可能である。試験から得られた  $F-h$  曲線を Fig. 5 に示す。ζ 初晶と ζ 相の  $F-h$  曲線はほぼ一致しており、同様の力学特性を示している。一方、δ 相は軟質で、クリープ挙動を示している。このことから、Au-20Sn が室温でクリープ変形を起こす場合、δ 相に変形が生じ、ζ 相は変形抵抗になると考えられる。

5 ナノレベルの弾塑性特性 (Au-12Ge)

5・1 圧痕形状の異方性

Au-12Ge の繊維状組織においては、圧痕形状に異方性が認められた。 $F_{\text{max}} = 4.9\text{N}$ ,  $t_s = 10\text{s}$  および  $T = 295\text{K}$  として硬さ試験を行なった後の圧痕様相を Fig. 6 に示す。図 (a) の粒状組織の圧痕は正方形であるが、図 (b) の繊維状組織の圧痕は、繊維の長手方向よりも垂直方向に引き延ばされている。Fig. 7 に示すように、圧痕の  $\theta$  方向を定義し、対角線長さ  $d_\theta$  を測定した。 $\theta \approx 0$  および  $90^\circ$  の測定結果を Fig. 8 に示す。粒状組織の圧痕対角線長さ  $d_{\text{grained}}$  も併記した。図より  $d_{90}$  は  $d_0$  より明らかに大きい値となっており、繊維状組織による異方性を持つことがわかる。

このような圧痕形状の異方性は、材料の塑性変形特性に起因して、特定の方向にのみ材料表面の盛り上がり (パイルアップ) または沈み込み (シンクイン) が生じることによって起因すると考えられる。そこで、レーザーテック(株)

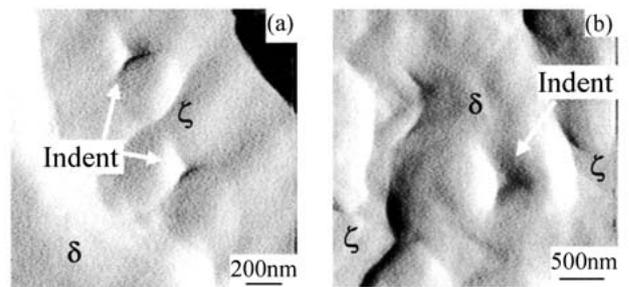


Fig. 4 AFM image of nano-indentation for ζ phase (a) and δ phase (b) of Au-20Sn.

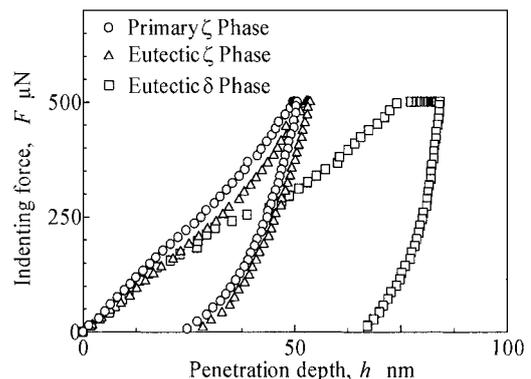


Fig. 5  $F-h$  curves for each phase of Au-20Sn.

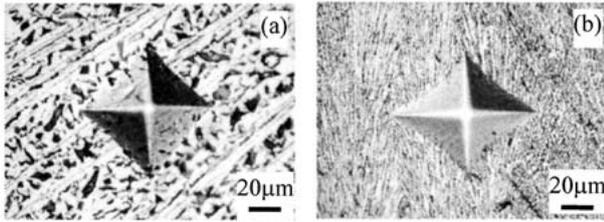


Fig. 6 Micrographs of dents on grained structure (a) and textured structure (b) of Au-12Ge.

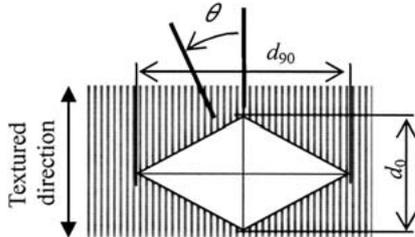


Fig. 7 Definition of angle,  $\theta$ , for the textured structure of Au-12Ge.

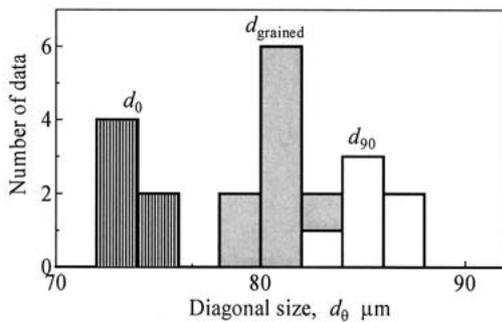


Fig. 8 Diagonal sizes of dents for Au-12Ge showing anisotropy.

の走査型レーザー顕微鏡 1LM21 を用いて、圧痕角部近傍における材料表面の高さを測定し、その結果を Fig. 9 に示す。図の横軸は圧子角部接触端を原点とした水平方向の位置を示している。圧痕の長手方向となった繊維垂直方向の断面形状には、顕著なパイルアップが認められる。一方、他の断面には顕著なパイルアップまたはシンクインは認められなかった。

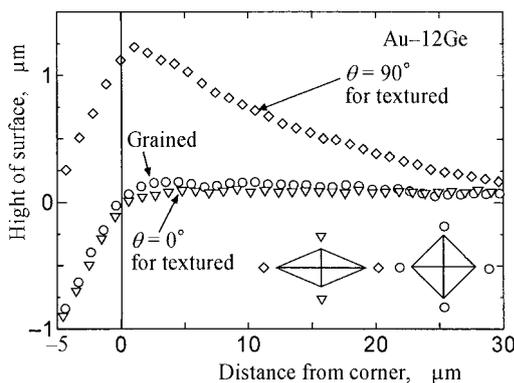


Fig. 9 Hight of indented specimen surface near the corners of the dents.

## 5・2 異方性原因の推定

パイルアップやシンクイン挙動が起こる原因を推定するために塑性変形特性を変化させ、硬さ試験を模擬した有限要素法 (FEM) 解析を行った。結果を Fig. 10 に示す。解析には汎用非線形構造用解析プログラム MSC. MARC および Mentat 2005 を使用した。用いた材料は等方性の塑性体とし、モデルには四辺形軸対称要素 (要素数: 610, 接点数: 669) を用いた。材料特性については、等方性と思わせる Au-12Ge の粒状組織の結果を参考に、真応力  $\sigma$  と真ひずみ  $\varepsilon$  の関係を  $\sigma = 800\varepsilon^n$  MPa (Fig. 10 (a)) および  $\sigma = A\varepsilon^{0.2}$  MPa (Fig. 10(b)) とした。ここで、 $n$  は加工硬化指数、 $A$  は塑性係数である。結果は省略するが、Au-12Ge の粒状組織に対して、 $F_{\max} = 2N$  の 2 圧子法 (後述する弾塑性特性推定法<sup>4) 5)</sup> を行い、 $\sigma = 827\varepsilon^{0.24}$  MPa の塑性特性が得られている。ヤング率は 99GPa とした。圧子は剛体として扱い、ピッカース圧子のくぼみの深さと投影面積の比が一致するような半頂角  $70.3^\circ$  の円錐圧子とした。Fig. 10 には、 $h = 12.6\mu\text{m}$  まで押し込み負荷を行い、さらに除荷した後の断面形状が示されている。図の横軸は圧子先端からの軸方向の距離を示している。図 (a) より明らかなように、 $n$  値の減少に伴ってシンクイン挙動からパイルアップ挙動に遷移する傾向を示している。一方、図 (b) に示されているように、 $A$  の影響は比較的小さいが、 $A$  が小さいほどパイルアップ挙動を顕著に生じる傾向がある。

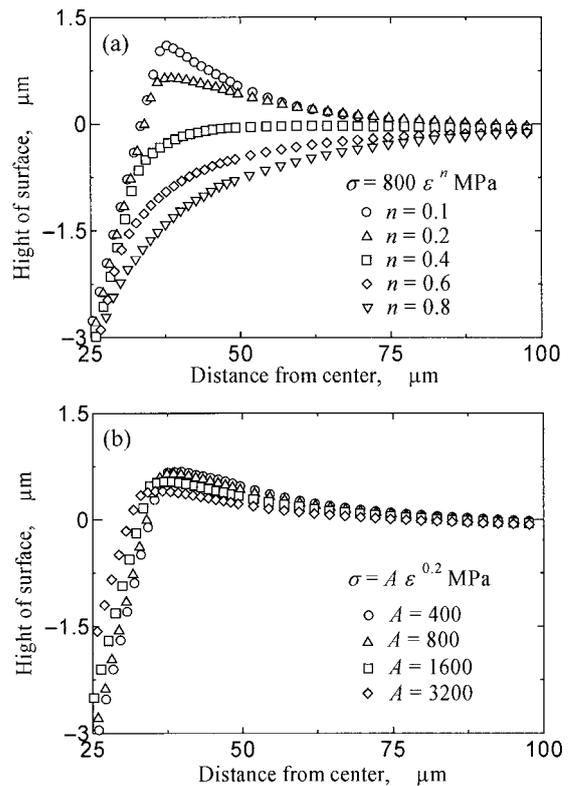


Fig. 10 Sectional appearances obtained by FEM simulations for materials with various plastic properties of strain hardening exponent,  $n$  (a), and plastic coefficient,  $A$  (b).

5・3 ミクロスケールモデルによる異方性の解析

繊維状組織の長手方向と垂直方向でどのように塑性変形特性が異なるかを調べるため、単一の繊維構造を代表体積要素と考へて、FEM ミクロスケールモデルの解析を行った。<sup>21)</sup>

FEM 解析モデルを Fig. 11 に示す。図 (a) のように Ge 相および Au 相が、上下左右に整列しているものと仮定し、その一対の Ge 相と Au 相、すなわち、図 (b) に示す単一セルを取り出した直方体の 3 次元 FEM 解析を行った。紙面に垂直方向の寸法は、Ge 相が  $0.334\mu\text{m}$ 、Au 相が  $0.587\mu\text{m}$  である。セルの周期対称性条件は、隣接セルとの幾何学的適合性を考慮して  $\partial u/\partial y = \partial u/\partial z = 0$  ( $x = 1.174\mu\text{m}$ )、 $\partial v/\partial x = \partial v/\partial z = 0$  ( $y = 6.50\mu\text{m}$ )、および  $\partial w/\partial x = \partial w/\partial y = 0$  ( $z = 0.587\mu\text{m}$ ) とした。ここで、 $u$ 、 $v$ 、 $w$  は  $x$ 、 $y$ 、 $z$  方向の変位である。また、セルの対称性を利用して 1/4 モデルとした。セルの対称条件を  $u = 0$  ( $x = 0$ )、 $v = 0$  ( $y = 0$ ) および  $w = 0$  ( $z = 0$ ) とした。このモデルは三次元直方体要素で構成されており、要素は  $x$  方向に 14 分割、 $z$  方向に 7 分割および  $y$  方向に 68 分割することで、要素数 6664、接点数 8280 となっている。負荷方向は繊維長手方向の  $y$  方向および繊維垂直方向の  $x$  方向とした。以上のモデルに用いた Ge 相および Au 相の寸法は、微視組織の顕微鏡観察に基づく実測値を平均して決定した。実測結果は省略するが、得られた Ge 相の体積含有率は 30.5% であり、質量含有率からの換算値と一致している。

Au 相および Ge 相の材料特性値は、ナノインデンテーション試験による 2 圧子法<sup>4), 5)</sup>によって求めた。SPH-1 を用いて微視組織の各相に対し、対稜角  $\phi = 115^\circ$  および  $\phi = 100^\circ$  の 2 種類の三角錐圧子で試験を行い、得られた  $F-h$  曲線から弾塑性特性の推定を行なった。 $F-h$  曲線の一例を Fig. 12 に示す。Ge 相は負荷部における弾性域の割合が著しく大きいことから弾性体と仮定した。Au 相に対しては、圧子形状の異なる 2 種類  $F-h$  曲線から、2 組

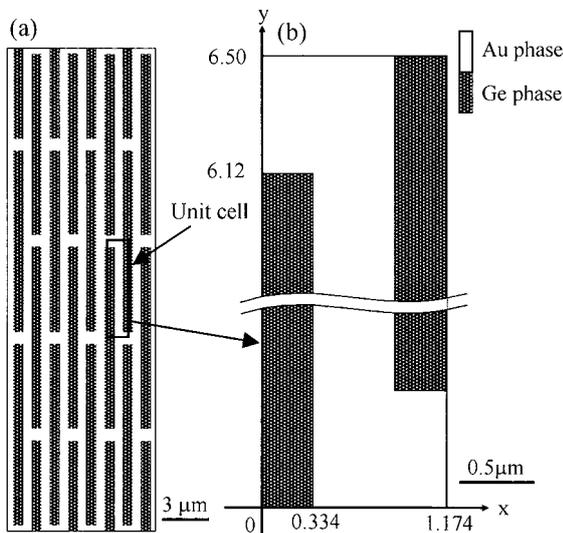


Fig. 11 FEM micro-scale model for textured microstructure of Au-12Ge, showing the overall appearance (a) and the unit cell model (b).

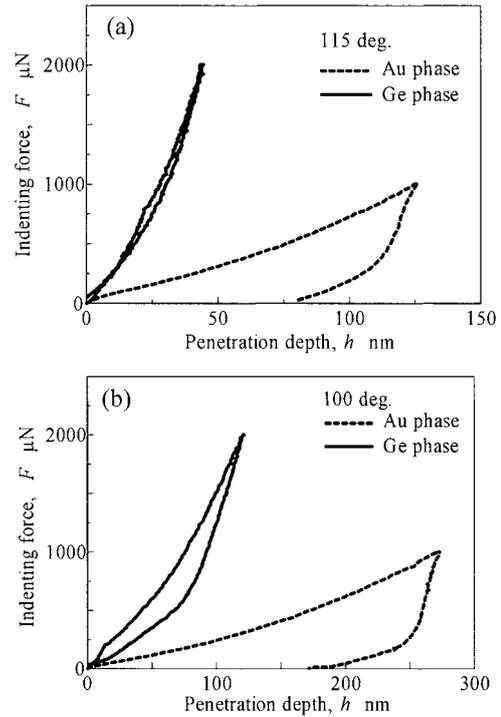


Fig. 12  $F-h$  curves of nano-indentation tests using indenters with the tip angles of 115deg. (a) and 100deg. (b).

の代表ひずみ  $\epsilon_r$  に対応する代表応力  $\sigma_r$  を求め、 $\sigma-\epsilon$  曲線をべき乗硬化則 ( $\sigma = A\epsilon^n$ ) に基づき推定した。複数圧子法による解析方法および各圧子の無次元関数  $\Pi$  は、大野ら<sup>20)</sup>によって求められている。FEM 解析に用いた材料特性値を Table 2 に示す。Au 相には 2 圧子法により得られた塑性特性を用いた。なお、弾性率に関しては、Au と Ge が互いにほとんど固溶しないことから文献値<sup>22), 23)</sup>を使用した。

FEM モデルから得られた  $\sigma-\epsilon$  関係を Fig. 13 に示す。図中の破線および一点鎖線は FEM モデルへの入力データである Au 相と Ge 相の  $\sigma-\epsilon$  関係を示している。また、塑性特性の近似式を図中に示した。 $\theta = 0^\circ$  および  $90^\circ$  の結果を比較すると、降伏応力  $\sigma_y$  はほぼ同一の値となっているが、塑性特性は異なっている。 $\theta = 90^\circ$  では  $\theta = 0^\circ$  よりも  $n$  および  $A$  値ともに小さく、この結果は、Fig. 10 に示した  $n$  および  $A$  値の減少に伴いソールアップの傾向が強くなることと定性的に一致している。しかし、Fig. 13 の  $\sigma-\epsilon$  関係を用いてインデンテーションの FEM 解析を行ってもソールアップは生じなかった。すなわち、Fig. 13 の定量性には問題があるが、ナノインデンテーション法によって材料微視組織の構成要素に対する力学特性を求

Table 2 Mechanical properties of Au and Ge phases of Au-12Ge solder used for FEM micro-scale model.

	$\sigma_y$ MPa	$E$ GPa	$A$ MPa	$n$
Au phase	239	78	743	0.196
Ge phase	-	103	-	-

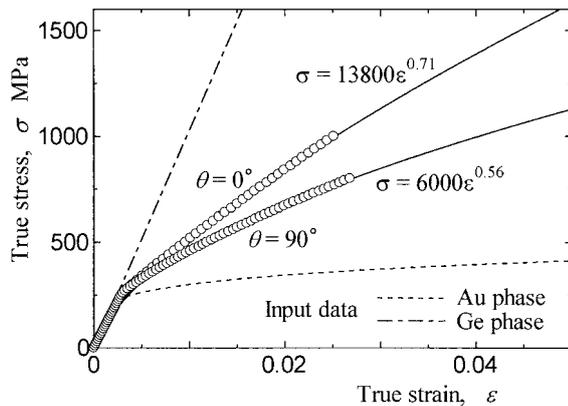


Fig. 13 Stress-strain response for the directions of  $\theta = 0^\circ$  and  $90^\circ$  obtained by FEM micro-scale model.

め、その結果を用いたミクروسケールの FEM モデルを構築し、変形機構の定性的な検討を行うことができた。定量的にも一致するモデル化を行うためには、インデンテーション試験における圧痕の寸法効果など、さらに多くの検討課題が残されている。

## 6 結 言

代表的な Au はんだである Au-20Sn および Au-12Ge 合金の力学特性を評価するために、インデンテーション試験を行なった。得られた主な結果は以下のとおりである。

(1) Au-20Sn は 295K 以上、Au-12Ge は 373K 以上の温度でクリープ挙動を示した。また、両材料のクリープ特性の相違は融点で基準化すると小さくなる。

(2) Au-20Sn は、室温において  $\delta$  相のみでクリープ変形を生じ、 $\zeta$  相はクリープ変形の抵抗となる。

(3) Au-12Ge の繊維状組織は異方性を有しており、繊維の長手方向にパイルアップが生じ、圧痕の対角線が長くなる。

(4) インデンテーション試験の FEM 解析から、パイルアップおよびシンクインの挙動は、主として加工硬化指数  $n$  の差異に起因していることがわかった。Au-12Ge に対するミクروسケールの FEM 解析を行なうことにより、繊維状組織による異方性発生機構に定性的な検討を加えた。

本研究の一部は、文部科学省 21 世紀 COE プログラムの一環として行なわれた。記して謝意を表する。

## 参 考 文 献

- 1) Japan Institute of Electronics Packaging, "Dictionary of electronics packaging technology", pp.673-679 (2000) Kogyo Chosakai Publishing.
- 2) M. Ishikawa, S. Nonaka, H. Sasaki, M. Kohinata, A. Mishima and H. Yoshida, "Bonding and sealing technology for fine parts and device using Au20wt%Sn solder paste", 10th Symposium on Microjoining and Assembly Technology in Electronics, pp.95-100 (2004).
- 3) S. Fujiwara, K. Matsumoto and M. Harada, "Effect of aluminum pad thickness for reliability of interconnection

between gold alloy bump and aluminum pad for flip chip bonding using ultrasonic wave", 10th Symposium on Microjoining and Assembly Technology in Electronics, pp.277-282 (2004).

- 4) J. L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder and J. Michler, "Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters", Acta Materialia, Vol.51, pp.1663-1678 (2003).
- 5) T. Ohno, A. Yonezu, T. Ogawa and J. Akimitsu, "Evaluation of mechanical properties and strength characteristics of micro region using indentation method", Zairyo Shiken Gijyutsu, Vol.49, No.3, pp.149-156 (2004)
- 6) W. D. Nix, "Mechanical properties of thin films", Metallurgical Transactions A, Vol.20, No.11, pp.2217-2245 (1989).
- 7) P. M. Sargent and M. F. Ashby, "Indentation creep", Materials Science and Technology, Vol.8, No.7, pp.594-601 (1992).
- 8) A. Miyamoto, T. Ogawa and T. Ohsawa, "Prediction of mechanical properties of lead free solder using indentation method", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.51, No.4, pp.445-450 (2002).
- 9) M. Fujiwara and M. Otsuka, "Characterization of micro-indentation creep in  $\beta$ -Sn single crystals at elevated temperatures", The Japan Institute of Metals, Vol.63, No.6, pp.760-769 (1999).
- 10) S. Sasaki, S. Izumi, T. Murakami, A. Nitta, J. Kusumoto and Y. Watanabe, "Estimation of creep constitutive law for Cr-Mo-V material in turbine rotor using indentation creep test", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.53, No.7, pp.801-805 (2004).
- 11) A. Yonezu, T. Hirakawa, T. Ogawa and M. Takemoto, "Fatigue damage progression in plastics during cyclic ball indentation", Journal of Acoustic Emission, Vol.23, pp.156-163 (2005).
- 12) T. Nakamura, T. Ogawa, T. Ohsawa and T. Hayashi, "Evaluation of mechanical properties of in-service solder joints by indentation method", Mechanical Engineering Congress, 2006 Japan, Vol.1, pp.735-736 (2006).
- 13) H. Kouketsu, K. Takahashi, T. Ogawa and T. Ohsawa, "Influences of microstructure and specimen size on creep properties of solders", Transaction of the Japan society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.71, No.712, pp.80-85 (2005).
- 14) T. Nishiyama, H. Kouketsu, K. Takahashi, T. Ogawa and T. Ohsawa, "Influence of microstructure on creep properties of solders", Journal of Japan Institute of Electronics Packaging, Vol.9, No.3, pp.162-170 (2006).
- 15) Committee on High Temperature Strength of Materials, "Standard Creep Testing for Solders", pp.45 (2004) The Society of Materials Science, Japan.
- 16) T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian and L. Kacprzak, "Binary alloy phase diagrams", pp.373-375 (1990) ASM International.

- 17) T. Ogawa, R. Kaga and T. Ohsawa, "Microstructure and mechanical properties predicted by indentation testing of lead-free solders", *Journal of Electronic Materials*, Vol.34, No.3, pp.311-317 (2005).
- 18) M. Fujiwara, "Oshikomi kuriipu shikenhou", *Kinzoku*, Vol.71, No.3, pp.256-263 (2001).
- 19) R. Hill, "The mathematical theory of plasticity", pp.254-257 (1950) Baifukan.
- 20) T. Ohno and T. Ogawa, "Static strength and microscopic mechanical properties of austenitic stainless steels at low temperature", *Proceeding of the 2004 Annual Meeting of the Japan society of Mechanical Engineers Materials & Mechanics Division*, Vol.2005, pp.293-294 (2005).
- 21) H. Toda, N. Inoue, R. Shinmura and Toshiro Kobayashi, "Finite element analysis of effect of PFZ layer around reinforcement on deformation behavior of whisker-reinforced Al composite", *The Japan Institute of Metals*, Vol.59, No.9, pp.925-932 (1995).
- 22) National Astronomical Observatory of Japan, "Rikanenpyou", pp.446 (1996) Maruzen Company.
- 23) J. J. Wortman and R. A. Evans, "Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio in silicon and germanium", *Journal of Applied Physics*, Vol.36, No.1, pp.153-156 (1965).