

MgO 単結晶の微小引掻による塑性変形領域*

吉 岡 正 人

(昭和52年 8 月31日受理)

The Plastically Deformed Zone in MgO Single Crystals Produced by Micro-scratching

by Masato YOSHIOKA

Abstract

Abrasive grains used in the field of precise machining, attack the surfaces of materials by following two different ways. One is pushed on them and crushes, and the others are pulled and scratch the surface.

In this study, giving attention to the latter case especially, MgO single crystal which is one of "semi-brittle" materials, is scratched with a stylus of hardness tester. Plastically deformed zone produced around scratched area is measured by means of successive etching technique. From the arrangement of dislocations in deformed zone, slip system active on scratching is induced. It is assured that the slip system is fundamentally equal to what is active when deformed by indentation.

Furthermore, the dependence of deformed area on scratching loads and scratching direction is also discussed.

1. 緒 言

硬脆材料の精密加工法としては、現在でも砥粒加工法が最も広く用いられ、なかでも遊離砥粒を用いたラッピング、ポリシングなどは、比較的精度の低い装置を用いてそれよりも高精度の仕上加工面が得られる¹⁾ことなどの理由から、ガラスなどの光学製品、シリコン、ゲルマニウムをはじめとする半導体素子の最終仕上工程として重要な位置を占めている。しかしながら、砥粒加工の際に個々の砥粒によって行われる押込や引掻作用およびその結果生ずる加工物表面の微小な変形や破壊といったいわゆる加工の素過程については、いまだに不明な点も数多く残されている。とくに結晶材料を加工する場合には、使用する砥粒が細かくなり、加工単位がミクロン以下のオーダーになると、これらの素過程が結晶構造そのものに由来する異方性の影響を大きくうけるようになり、同一条件で加工を行った

場合でも、材料の種類によって加工能率、加工面あらさ、加工変質層深さなどに大きな相違を生ずる可能性がある。そのため、現状では最適加工条件の設定や加工変質層深さのみつもりなどは、ほとんどの場合材料種別ごとに経験的手段によって行われ、加工機構に対する統一的理論などは皆無に近い状態である。

このような状態を少しでも改善し、砥粒加工機構を統一的に把握するためには、砥粒の作用と加工物の“微視的”な変形、破壊挙動との対応を解明することが不可欠であると思われる。

筆者は上記の目的をもつ一連の研究を行い、すでに得られた成果をいくつか発表してきた²⁾。本研究もその一環として行われたもので、とくに結晶の微小変形機構を明らかにするために、いわゆる semi-brittle^{注)}な材料の一つとして MgO 単結晶をえらび、劈開面

注) Stokes は、ceramics をその機械的性質によって三種類に分類しているが、そのうち、限られた少数のすべり系によってのみある程度のすべりが可能であるものを“semi-brittle”と呼んでいる³⁾。

* 昭和50年度精機学会春季大会 (1975. 4) にて発表

{100} 上での模型砥粒の引掻によって形成される微小変形領域の測定および変形機構についての検討を行ったものである。

2. 実 験

2.1 試料

実験に使用した MgO 単結晶は、名古屋工業技術試験所において作成されたもので、すでに報告した、圧子による押込実験⁴⁾に使用したものと全く同じ単結晶ブロックから取り出したものである。試料の形状寸法、作成法および表面処理についても押込の場合と全く同じであるからここではくり返さない。

2.2 引掻装置および方法

単結晶表面上での引掻には、試作した微小荷重装置を用いた。この装置は、リン青銅薄板バネの反力を利用して試料表面に一定の荷重(1~10gの範囲で可変)で圧子を押付ける装置であるが、詳細については既報²⁾であるので省略する。圧子には三角錐ダイヤモンド圧子を用いている。引掻はまず試料表面に所定の荷重で圧子の押込を行い、試料を固定した試料台を水平方向に移動させて行った。引掻方向は、図-1に示すように、単結晶 {100} 面(劈開面)上で<100>、<110>の二方向とした。圧子押付荷重は1, 5, 10gとし、引掻速度は約4 mm/min. である。圧子稜方向と引掻方向との関係については特に指定せず任意とした。

2.3 塑性変形領域の測定

引掻痕周辺の微小塑性領域を測定するために“successive etching 法”⁵⁾を用いた。この方法は、引掻表面から数μずつ深さ方向に化学研磨を行いながら、各深さごとにエッチピット分布を測定する方法で、結晶内部の転位の三次元的構造を知る上で有効である。化

表-1 化学研磨液およびエッチング液

	組 成	使用温度 (°C)	所要時間 (分)
化学研磨液	85%オルトリン酸	105~120	1~3
エッチング液	85%オルトリン酸 2 濃硫酸 1 混合(体積比)	室 温	2~5

学研磨液およびエッチング液は表-1に示したものをを用いた。化学研磨による研磨深さは、精密化学天秤による試料の重量減測定から換算した。

なお、上述の測定法から明らかであるが、本報で用いている“塑性変型領域”の述語は、厳密には、“転位が移動した痕跡の認められる領域”を意味するものであり、いわゆる“micro-plasticity”の領域に相当するが、適当な訳語がないので、便宜上“塑性”とした。もち論、これは、巨視的な降伏現象をおこした領域を意味するものではない。

3. 結果および考察

3.1 引掻痕の外観

引掻痕周辺の塑性変形領域測定の結果を述べるまえに、引掻痕の特徴について概観する。これまでにも、硬脆材料の表面に対する引掻試験が、たとえばガラス⁶⁾、半導体⁷⁾、水晶⁸⁾などを対象として行われ、塑性変形よりもむしろ傷周辺の破壊状況に主眼をおいた観察結果が報告されている。MgO に対する引掻試験についても二、三の報告があるが⁹⁾¹⁰⁾、いずれも本実験にくらべて垂直荷重の値が大きく、そのため引掻痕は貝殻状の二次破砕面が集積した形態となっており、塑性変形の明りょうな痕跡は認められていない。これに対して、図-2に示すように、本実験で用いた荷重の範囲(1~10g)では、引掻痕の両側にわずかに微小な線状のクラックが認められるだけで(図-2(a))、引掻痕そのものは明らかに塑性的な変形によって形成されているのが確かめられた。これらの線状クラックは、成長方向が定まっており、<100>方向の引掻では引掻方向に対して必ず左右前方にむけて発達している。しかもその角度は、引掻方向に対して約60°とほぼ一定である。また、荷重1g程度では、クラックの発生が全く認められない場合もあった(図-2(b))。

クラックの形成は、硬脆材料の加工機構を考えるうえで、塑性変形とともに重要な因子をなすものと考えられ、非常に興味深い問題ではあるが、これについては、より荷重が大きい場合に見られる貝殻状クラックをも含めて別の機会に検討する予定であるから、ここ

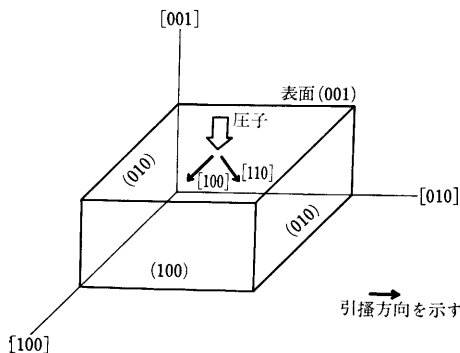


図-1 引掻方向

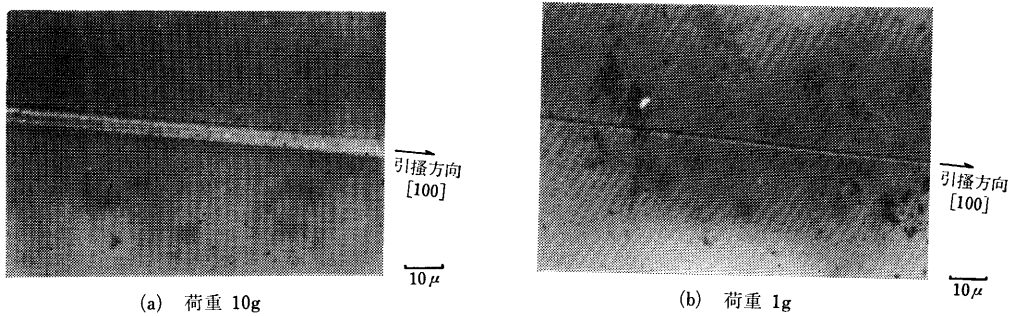


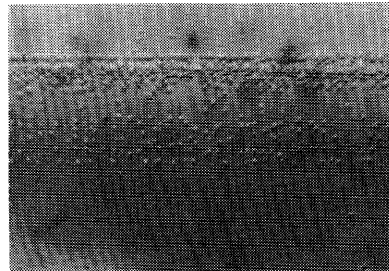
図-2 引掻痕の外観

ではこれ以上ふれない。

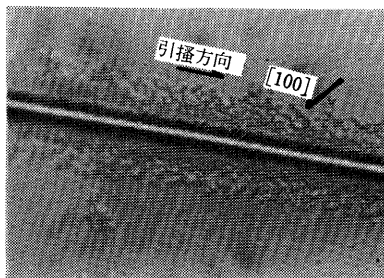
3.2 結晶内部の塑性変形領域

3.2.1 $\langle 100 \rangle$ 方向引掻の場合

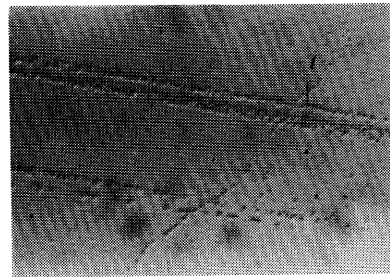
図-3に、引掻表面下の異なった深さにおけるエッチピットの分布状態を示す。引掻方向は $\langle 100 \rangle$ 、垂直荷重は 10g である。図-3に見られるように、エッチピットは、引掻表面においては、引掻痕のすぐ外側に密集して分布しており、とくに方向性が見られないが、さらにその外側（塑性変形領域の外縁部）には、 $\langle 110 \rangle$ 方向に列状に並んでいるものが認められる（図 3(a)矢印）。ところが、表面からの深さが次第に大きくなる



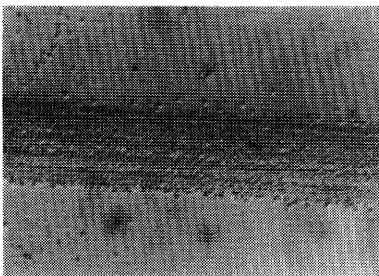
(c) 26μ



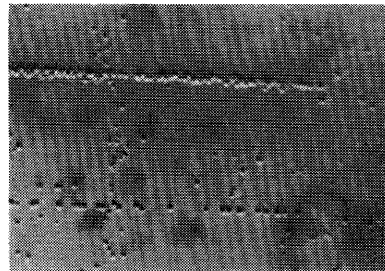
(a) 深さ 0μ
(引掻表面)



(d) 30μ



(b) 15μ



(e) 48μ

20μ

図-3 $\langle 100 \rangle$ 方向引掻による単結晶内部のエッチピット分布 (10g)

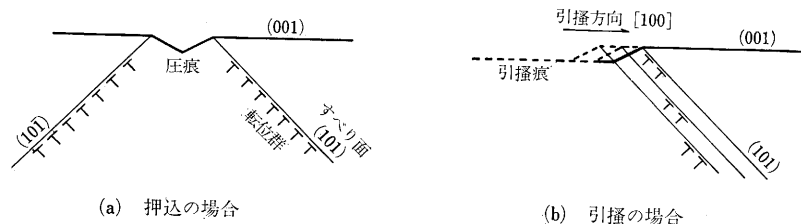


図-4 圧子と試料面との接触位置を示す概念図

と、 $\langle 110 \rangle$ 方向のエッチピット列は見られにくくなり、それにかわって $\langle 100 \rangle$ 方向のエッチピット列が顕著に現れてくるようになる。とくに、図-3(c)以下の各深さでは、引掻痕に平行な $\langle 100 \rangle$ 方向のエッチピット列が著しく、また、引掻痕の直下部分にエッチピットの全く見られない無転位領域が出現し、深さが増すとともにその幅が広がる傾向を示している。最深部(図-3(e))では、引掻方向に平行なエッチピット列が、引掻痕をはさんでその両側に各一列ずつ残り、やがてある深さで消滅する(この深さを、押込変形の場合と同様に“塑性変形領域の深さ”と呼ぶことにする。)

以上に述べた、エッチピット分布の深さに対する変化の特徴は、既に報告した圧子押込点周辺のエッチピット分布の変化⁴⁾にきわめてよく似ている。わずかに異なる点は、表面付近に見られる $\langle 110 \rangle$ 方向のエッチピット列が、押込の場合ほど厳密に $\langle 110 \rangle$ 方向に一致しておらず、列自体がやや湾曲していたり、方向に不揃いな点が見られることである。これは、引掻の場合、圧子と試料表面との接触位置が時間的に変化するためと考えられる。図-4(a)に示すように、押込の場合には、圧子と試料表面との接触位置がほぼ変化しないため、分解剪断応力の値が最も大きく作用すると考えられる圧痕外周部に接する同一のすべり面上を多数の転位が継続して運動する。したがって、転位の位置を示すエッチピットは、そのすべり面と、試料面との交差する $\langle 110 \rangle$ 方向に直線状に配列する。ところが、引掻の場合には、最大分解剪断応力の作用するすべり面が、圧子の移動するに従って順序隣接位置にうつる(図-4(b))ため、後続する転位が必ずしも同一すべり面上にはなく、押込の場合ほどエッチピット列の並び方に厳密な方向性がみられないのであろう。

このような相違はみられるとしても、エッチピットパターンの変化の特徴は、基本的には押込の場合とほとんど変わらない。したがって、本実験のような、軽荷重、低速度のゆるい条件の引掻では、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻痕周辺に形成される塑性変形領域は、押込による

変形領域を引掻方向に水平移動して重ねあわせを行って得られる領域にはほぼ一致し、変形にともなうすべり機構についても、押込変形が継続して隣接位置で起こったものとみなすことができるであろう。

3.2.2 $\langle 110 \rangle$ 方向引掻の場合

図-5は、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻において、引掻痕の周辺に見られるエッチピットの分布状態を、異なった深さごとに示したもので、垂直荷重は図-3の場合と同じ10 gである。引掻表面におけるエッチピットの分布状態は、 $\langle 100 \rangle$ 方向引掻の場合(図-3)にくらべてより一層無秩序のように見えるが、エッチピット密集部分の最も外側には、一定の方向性を持つ列状の配列がわずかに認められ、その方向は $\langle 110 \rangle$ 方向に近いものと $\langle 100 \rangle$ 方向に近いものとに区別できる。26 μ (図-5(c))までの深さでは、この両方向のエッチピット列が不規則な分布の中にも識別できるが、32 μ (図-5(d))より深部では、 $\langle 100 \rangle$ 方向の配列が辛うじて認められるだけで、 $\langle 110 \rangle$ 方向の配列は全く見られない。38 μ (図-5(e))の深さでは、エッチピットの配列の方向性はきわめて希薄となり、 $\langle 100 \rangle$ 方向引掻や押込の場合にくらべて規則性は著しく減少している。

以上の観察結果から、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻では、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻や押込の場合ほど、エッチピット列の配列に著しい方向性が見られないが、引掻表面および比較的浅い領域で観察される $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 100 \rangle$ 方向に近いエッチピット列のうち、 $\langle 110 \rangle$ 方向のものはより浅い領域のみにしか見られない特徴は、前二者の場合と同様であることがわかる。押込の場合に検討したように⁴⁾、 $\langle 100 \rangle$ 方向、 $\langle 110 \rangle$ 方向のエッチピット列が、それぞれ試料表面と45°、90°の角度で交わるすべり面上の転位の運動を示すものであることを考慮すると、基本的には、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻においても他の場合と同様のすべり機構が作用しているものと考えられる。なお、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻において、特に最深部でエッチピット列の並びに方向性が認められにくいのは、前項で述べたのと同様の理由によるものであろう。

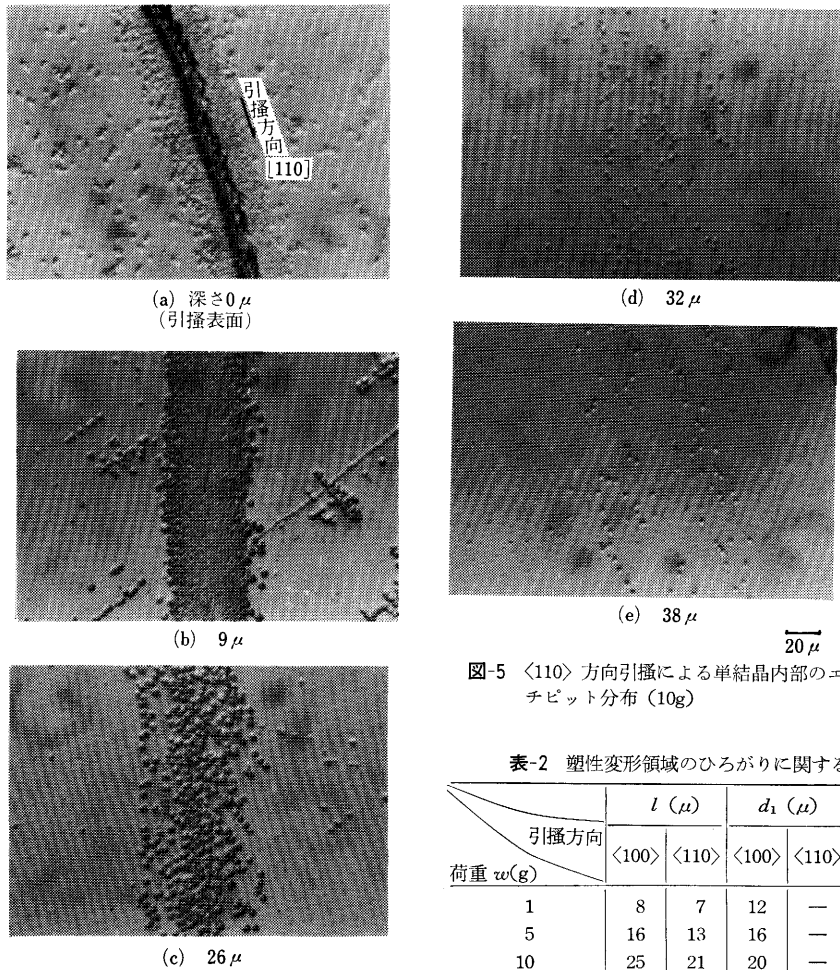


図-5 $\langle 110 \rangle$ 方向引掻による単結晶内部のエッチピット分布 (10g)

表-2 塑性変形領域のひろがりに関する測定値

引掻方向 荷重 w (g)	l (μ)		d_1 (μ)		d_2 (μ)	
	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
1	8	7	12	—	26	18
5	16	13	16	—	48	36
10	25	21	20	—	61	45

3.3 荷重の影響

前節では、垂直荷重 10g の場合を例にとって、塑性変形領域を形成する転位の分布やすべり機構などに対する考察を行った。これらの諸特徴は、荷重が 5g, 1g の場合にも基本的には全く同様に現れており、荷重の変化に伴っては、塑性変形領域の水平方向、深さ方向へのひろがりの程度に相違が見られるだけである。荷重による相違点を量的に表示するために、次の諸点について測定を行った。すなわち、

- (1) 表面におけるエッチピット密集領域の幅： l
- (2) $\langle 100 \rangle$ 方向引掻の場合、無転位領域（前節、図-3(c)参照）の現れる深さ： d_1
- (3) エッチピットが消滅する深さ（転位の到達深さ）： d_2

である。

$\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ 両方向の引掻について、 l , d_1 , d_2 の測定結果をまとめたものが表-2である。これらの測定結果をもとに、引掻方向に対して垂直な断面上の塑性変形領域を模型的に画いたものが図-6および図-7である。

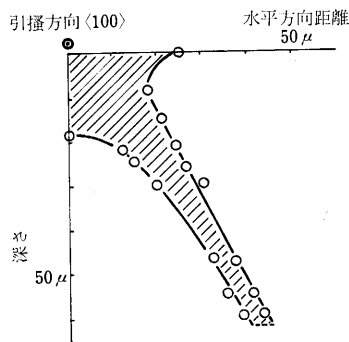
さらに、 d_2 を荷重 w に対して図示すると図-8が得られ、これから d_2 の w 値にほぼ

$$d_2 = Dw^\alpha \quad (D, \alpha : \text{定数})$$

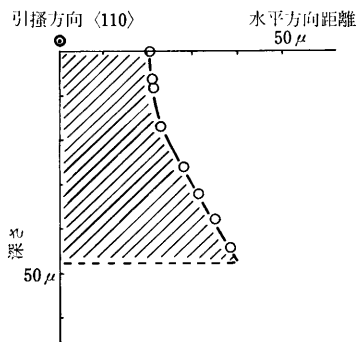
なる関係が成立することが確かめられた。 d_2 を μ , w を g で表し、 $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻に対する値を $_{100}, _{110}$ の添字をつけて示すことにすると、

$$D_{100} = 26, D_{110} = 18$$

$$\alpha_{100} = 0.37, \alpha_{110} = 0.42$$



○ 測定値
図-6 塑性変形領域の断面
($\langle 100 \rangle$ 方向引掻, 荷重 10g)



○ 測定値
図-7 塑性変形領域の断面
($\langle 110 \rangle$ 方向引掻, 荷重 10g)

となる。すでに報告した¹¹⁾, 荷重 50~300g の範囲での圧子押込による塑性変形領域の深さ $d_{ind}(\mu)$ と押込荷重 $w(g)$ の間の関係

$$d_{ind} = 26W^{0.36}$$

と上式とを比較すると, α , D の値とも $\langle 100 \rangle$ 方向引掻に対する値が押込の場合に非常に近い。このことか

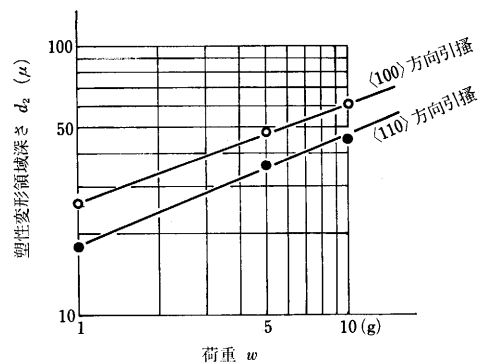


図-8 塑性変形領域の深さと荷重の関係

らも, $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻による塑性変形領域が, 押込による塑性変形領域を水平移動して重ね合わせを行って得られる形状にはほぼ等しいことがわかるであろう。

3.4 引掻方向による相違

図-8 から明らかなように, 塑性変形領域の深さ d_2 は, $\langle 100 \rangle$ 方向引掻の方が $\langle 110 \rangle$ 方向引掻よりも20~40%程度大きい。これは, 引掻にによるすべりの機構が, 基本的には押込の場合と同じであるにもかかわらず, 引掻方向によって各すべり系に作用する分解剪断応力に差を生ずる結果と考えられる。ここで, 特に45°すべり系のみが活動する塑性変形領域底部の状況を考えるため, 45°すべり系のみについて各すべり面と引掻方向の相対的位置関係を図示すると図-9のようになる。図-9(a)が $\langle 100 \rangle$ 方向, (b)が $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻をあらわしている。押込変形では, 圧子形状の非対称性を無視すれば, 四つの45°すべり面に作用する分解剪断応力がすべて等しいから, 転位分布は各すべり面上で等しく, したがってエッチビットパターンも完全な四回対称となる。ところが, 引掻変形では, 表面と圧子との間の摩擦力などのために, 各すべり面上に働らく分解剪断応力に差が生ずるため, 四方向に完全に対称

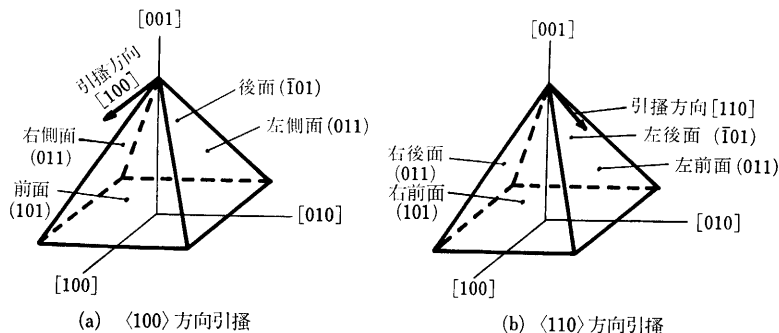


図-9 引掻方向に対するすべり面の相対的位置

なパターンを重ねあわせにならない。Bowden, Brookes ら⁹⁾は、MgO と同様の結晶構造をもつ LiF 単結晶について、摩擦力を含む外力の、各すべり面に対する Schmidt 因子の比較から、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻では四つのすべり面上で分解剪断応力はすべて等しく、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻では、引掻前面および後面にくらべて側面上でより大きな剪断応力が働らくとしている。さらに、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻側面上では、 $\langle 110 \rangle$ 方向引掻の場合よりも大きな応力が働らく、その差は、圧子と試料表面との間の摩擦力が大きいほど大きくなると述べている。

本実験の結果は、彼らの計算から予想される転位の分布状況と定性的には一致している。しかしながら、計算では、一軸方向の外力に対する Schmidt 因子の比較だけをもとに剪断応力が算出されており、実際の引掻痕周辺の応力は当然三次元的分布となっていることから、数値的な比較は困難であろう。引掻の場合の応力分布については、三次元応力計算によって求められる必要があり、具体的な方法について現在検討中である。

なお、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻において、エッチビットパターンが押込型四回対称形の完全な重ねあわせとならず、引掻痕の真下部分に無転位領域が現れるのは、引掻側面 (011), (0 $\bar{1}$ 1) (図-9 参照) 上に働らく分解剪断応力が、前面 (101) および後面 (1 $\bar{0}$ 1) のそれよりも大きくなる結果と解釈できるが、これは Bowden らの計算結果とも一致している。

4. 結 言

MgO 単結晶の {100} 面上で、ダイヤモンド圧子による軽荷重、低速度の引掻を行い、引掻傷周辺に形成される塑性変形領域を測定した。さらに、塑性変形領域を構成する転位の分布状態から、引掻変形にともなう結晶内部のすべり機構についても検討し、以下の結論が得られた。

(1) 少なくとも本研究において行ったような、軽荷重、低速度のゆるい条件下の引掻では、引掻痕周辺に形成される塑性変形領域は同じ荷重による押込変形によって生じた塑性変形領域を水平移動し、重ねあわせ

た形状で近似的にあらわすことができる。

(2) 塑性変形領域内部の転位の分布状況も、基本的には押込変形の場合と同じ特徴をもっている。したがって、引掻変形は、押込変形が隣接位置でつぎつぎに生じたものとみなすことができる。

(3) 変形にともなうすべり機構については、1~10g の荷重範囲では、荷重の影響がほとんど見られない。すべり領域のひろがりの荷重依存性は、押込の場合とよく似た傾向を示している。

(4) 塑性変形領域内部の転位配列の規則性は、押込、 $\langle 100 \rangle$ 方向の引掻、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引掻の順に低くなる。これは、引掻の場合には、圧子と試料表面との接触位置が時間とともに変動するために、最大剪断応力の作用するすべり面が順次隣接位置へ移動するためと考えられる。

(5) 塑性変形領域の深さ、四つのすべり面上の転位の到達深さなどについては引掻方向の影響が認められた。本実験の結果は、Bowden らの応力計算から予想される結果と、定性的に一致している。

最後に、本実験に対して熱心に協力された、山梨大学学生、木次弘行、末岡秀之両君、ならびに図面作成に協力いただいた山梨大学工学部風間篤志技官に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 今中 治：非金属材料の精密加工法（下），地人書館（1964）307.
- 2) 吉岡正人：精密機械，39（1973）1134など.
- 3) R. J. Stokes：Mechanical behavior of polycrystalline ceramics, Ceramic Microstructures, Ed. R. M. Fulrath and J. A. Pask, John Wiley & Sons, (1968) 379.
- 4) 吉岡正人：精密機械，43（1977）192.
- 5) 坂元正義：日本物理学会誌，18（1963）40.
- 6) 今中 治：工業材料，10（1962）115.
- 7) 井田一郎ほか：精密機械，35（1969）107.
- 8) H. H. Schlössin：IDR Research（1969）16.
- 9) F. P. Bowden and C. A. Brookes：Proc. Roy. Soc. A 295（1966）244.
- 10) R. P. Steijn：Jour. Appl. Phys., 34（1963）419.
- 11) 吉岡正人：昭和51年度精機学会秋季大会学術講演会前刷（1976）277.