MgO 単結晶表面への押込みおよび引っかきによるクラック形成過程*

——単結晶の微視的変形破壊機構に関する研究（第3報）——

吉 岡 正 人**

Crack Formation Process during Indentation or Scratching
on the Surface of MgO Single Crystals

——Study on the Mechanism of Micro-deformation and Fracture
of Single Crystals (3rd Report)——

Masato YOSHIOKA

Abrasive machining such as lapping or polishing is mainly used in the field of precision machining of brittle materials. However, the process of abrasive machining, especially micro-fracture mechanism, has not been made completely clear. In this paper, using newly made micro-scratching device, process of crack nucleation and propagation in MgO single crystal around scratching or indentation point is observed. With due regard to three dimensional structure of cracks, crack formation mechanism is discussed. Vertical cracks nucleated in MgO single crystal are classified into two kinds. One generates when indentation weight is increasing, and is unchanged after unloading. The others grow abruptly when unloading begins. The former are nearly parallel to $\{100\}$ plane, on the other hand, the latter nearly to $\{110\}$ plane. It can be considered that $\langle 100 \rangle$ cracks are produced by cleavage, while $\langle 110 \rangle$ cracks are by "dislocation pile-ups". On the basis of these fundamental mechanism of crack formation, cracks with other various shapes such as "oblique cracks" or "delta cracks" are also discussed.

1. 緒 言

前報¹⁾において、MgO 単結晶表面への圧子押込みによる塑性変形領域の形成過程およびその微視的機構について検討し、ある程度を明らかにすることが出来た。しかし、硬ぜい材料の精密加工法として用いられる砥粒加工の機構を最終的に解明するためには、変形機構と同時に、より重要な問題として、砥粒による微小破壊機構が明らかにされなければならない。特に、一般の硬ぜい材料では、少なくとも常温においてはすべりによる変形がほとんど考えられず、もっぱら微小破壊の集積により加工が進行すると考えられてきた²⁾。また、高温におけるシリコンや、MgO のような相当量のすべり変形が期待される場合でさえも、それと同時に微視的なクラックの発生もみとめられることが多く、すべり変形とクラック形成との関連をも含めて、微視的破壊の問題を検討することなしには加工機構を論ずることは出来ない。

これまでも、たとえばガラスやシリコンについて、砥粒の主たる作用を圧子の押付けによる微小破壊でモデル化した実験的研究が行われた³⁾⁴⁾。今中は、これらのモデル実験の結果をもとに、ガラスのラッピングの定式化を行い、偉大な成功をおさめた⁵⁾。しかし、この理論では、均質等方な弾性体としてガラスを取扱っており、同じ硬ぜい材料でも破壊機構の全く異なる結晶材料に対しては、そのままの形で適用することは出来ないと思われる。

このような状況から、本論文では、試作した微小クラック観察装置を使用して、MgO 単結晶表面への圧子の押込み、引っかきによるクラックの発生、成長過程を動的にとらえ、それらの観察、測定結果からクラックの形成機構、クラックチップの形成について検討した結果を述べる。

2. 実 験

2.1 微小荷重引っかき観察装置

図1に、使用した微小荷重引っかき観察装置の概略を示す。この装置は、倒立型金属顕微鏡の試料台上に単結

* 原稿受付 昭和53年9月6日。昭和50年度精機学会秋季大会学術講演会（昭和50年11月23日）にて発表。

** 正 会 員 山梨大学工学部（甲府市武田4-3-11）

図1 微小荷重引っかかり観察装置

晶ウエハを固定し、上方からおもりによる静荷重を加えて押込みまたは引っかかりを行いながら、裏側から試料を透過して圧痕または引っかかり痕の発生、成長過程を観察することが出来るようになっている。試料の大きさは5×5 mm、厚さは0.3~0.5 mmである。試料面に加えられる荷重は、おもりの交換によって変えられるが、本実験では、試料のMgO単結晶に対して顕著なクラックを生じさせ、かつ圧子先端の損傷をなるべく少なくする理由から荷重を選定し、押込みでは主として300 g、引っかかりでは50 gとした。加重は、上部のハンドルの回転によって手動で行い、試料面に衝撃力が加わらないよう注意した。引っかかりは、押込みを行ったのち、ステージを水平方向に移動させて行った。ステージの送り速度はおよそ4~5 mm/minで送りは手動である。圧子には、ダイヤモンド製円すい圧子(頂角60°, 先端半径2 μm)およびビッカース圧子を使用した。

試料面は{100}、引っかかり方向は<100>、<110>の2方向とし、試料作製および表面処理法は前報で述べたのと全く同じであるから省略する。

2.2 圧痕、引っかかり痕の観察、記録

押込みの場合、荷重増加中、全荷重が加えられた状態、除荷開始時、除荷終了時に写真撮影を行った。引っかかりの場合には、引っかかり痕先端部のクラックが成長する過程を、ステージを送りながら止めないで撮影した。

押込みまたは引っかかり終了後、クラックの三次元的構造を調べるため次の操作を行った。引っかかり痕については、超音波洗浄を行って傷周辺に飛散しているチップを取り除いた後、へき開により引っかかり面に垂直な断面を作成し、クラックの深さを測定した。

押込みの場合には、圧痕がきわめて小さく、圧痕を横切る断面を得ることが困難なので、前報でも用いた“successive etching”によって三次元的構造を求めた。ただし、クラックの深さは塑性変形領域深さに比べてずっと小さいので、1回の溶解深さは前報の場合よりずっと浅く2~3 μmとした。試料の溶解、断面の作成などについては前報で詳しく述べたので省略する。

3. 押込みによるクラックの形成

3.1 一般的特徴

図2に、押込みによるクラックの発生、成長過程を示す。圧子はビッカース圧子、荷重300 gである。図2から、押込みによるクラック形成に関して次のような特徴が観察される。

- (1) 荷重増加中に[110]、[1 $\bar{1}$ 0]方向にほぼ直線状のクラックが発生、成長する。これを<110>クラックと呼ぶことにする。この方向のクラックは、除荷開始時(図2(c))に急激に成長し、その長さは、除荷終了時には、加重中の2倍以上に達する。
- (2) 図2には見られないが、加重中に[100]または[010]方向のクラックが発生する場合もあった(図3(a)参照)。これを(1)で述べた<110>クラックと区別するため、<100>クラックと呼ぶ。直線状クラックは、ほとんどがほぼ<100>または<110>の方向を向いている。<100>クラックは<110>クラックと異なり、除荷後も長さがほとんど変化しない。
- (3) <110>クラックの先端部では、互いに直交する[100]、[010]方向のすべり線が多数交差している(図2(d))。
- (4) 除荷終了時には、圧痕周辺部に白く光る領域が現

ビッカース圧子, 300 g

(a): 荷重増加中, (b): 最大荷重負荷時, (c): 除荷開始時, (d): 除荷終了時

図2 押込みによるクラック形成過程

ビッカース圧子, 300 g

図3 結晶内部におけるクラックの状態

れるが、これは3.3節で詳しく述べるように、結晶内で押込み面に対して平行または斜めに形成されたクラック（斜めクラックと呼ぶ）である。このクラックが図2のどの段階で形成されるのかは、写真からだけではわからないが、除荷終了後に大きく成長することはまちがいない。

3.2 結晶内部におけるクラックの状態

図3に、結晶内の異なった深さにおけるクラックを示す。荷重条件は図2の場合と同じである。図3(a)において観察される<100>（矢印）、<110>クラックは、ともに表面に対してほぼ垂直に入っているが、一般に<110>クラックの方が深い。これらのいわゆる“縦割れ”は、図3(a), (b)などに見られる放射状割れのほかに、表面からの観察では圧痕に隠されていてわからないが、圧痕の下に、圧痕中心を環状にとりまく形でも存在している（図3(d)）。この環状クラックは、いわゆる“リングクラック”に似た形状を有するが、図3(e)に見られるように正確には円形でなく、<100>、<110>方向の直線状クラックからなる多角形を形成し、最深部では<100>クラックが主体になっている。

次に、表面からの観察で、圧痕周辺部に白く光って見えるクラックは、(d)の深さで露出し、表面に対して平行または斜めに入っていると考えられる。もし平行ならば、(e), (f)の異なる深さでも見られることから、これが層状構造をもつと考えられ、斜めに入っている場合は、破面の状態から階段状構造をもつことが考えられる。いずれにしても、このクラックは、圧痕中心直下ではなく、深部では中心を環状に取り囲む領域にのみ存在すること

図4 斜めクラック始端部位置の深さによる変化

が特徴的である。図4にクラック始端部の位置を深さごとに示すが、始端部位置は深さとともにほぼ直線的に圧痕中心軸より後退し、その存在領域は前報で述べた最も高密度の転位集積帯とほぼ一致する。特に最深部では、異方向の45°すべり面の交差部分にのみ斜めクラックが存在している。これらの特徴は、斜めクラックの形成機構を考える上で非常に興味深い。

4. 引っかきによるクラックの形成

4.1 一般的特徴

図5および図6は、円すい圧子による<100>、<110>両方向の引っかき（荷重50 g）の連続写真で、引っかき方向によってクラックの発生形態に大きな相違が見られ

図5 $\langle 100 \rangle$ 方向の引っかきによるクラック形成過程

図6 $\langle 110 \rangle$ 方向の引っかきによるクラック形成過程

る。しかし、この相違は、結晶方位に対する引っかきの相対的方向の相違によるもので、クラックの成長方向は、結晶方向に対しては常に一定で、どちらの場合も $\langle 100 \rangle$ 方向を向いている。これを図式的に示したものが図7で、引っかきの場合には、引っかき方向にかわりなく、図7のような一定方向の二等辺三角形クラックが連続的に形成される。 $\langle 100 \rangle$ 方向の引っかきでは、クラックの発達する方向は引っか

図7 三角形クラックの発生形態

き前方のみであるが、 $\langle 110 \rangle$ 方向の引っかきでは、左右斜め前方の $\langle 100 \rangle$ 方向の応力が等しくなるため、この2方向にクラックが発達し、図6に示したような形態になる。このような三角形のクラックは“deltas”と呼ばれ、LiFにおける引っかきでも観察されており、Steijn⁶⁾はこれを、押込み時にみられる $\langle 110 \rangle$ 方向の線状クラック（縦割れ）によって囲まれる部分が剝離した形のもので説明しているが、4.2節で述べるように、三角形クラックの深さは線状クラックのそれよりもずっと浅く、区別して考える方がよいと思われる。

三角形クラックは、圧子の移動に伴い、三角形の頂点から発生し、底辺が $\langle 100 \rangle$ 方向に一定距離前進し、先端が停止すると次のクラックが発達する過程を繰り返して形成される。この過程中、クラックが成長を開始するのは、圧子が通過した直後の位置からで、時間的には押込みの場合の除荷開始時に相当している。

4.2 結晶内部におけるクラックの状態

図8は、三角形クラックを伴う $\langle 100 \rangle$ 方向の引っかき痕および引っかき面に垂直な断面を示したものである。断面上には、表面と垂直なクラックが多数みられ、その多くは深さ20~30 μm に達している。これらの線状クラックと、表面の三角形クラックとの明確な対応は見られないことから、この2種類のクラックは別々に形

図8 引っかき痕およびその断面

成されたと考えるのが妥当であろう。断面上で見られる三角形クラックの深さも、せいぜい $10\ \mu\text{m}$ 程度で、線状クラックよりずっと浅い。

押し込み時に観察された斜めクラックは、引っかきにおいても同様に形成されると考えられるが、引っかきの場合には、圧子がある上を通過する際に破碎されてしまい、引っかき痕内ではクラックとして観察されず、条痕底部の凹凸として残るものと思われる。荷重が異なるために、押し込みの場合と正確に比較することは出来ないが、 $300\ \text{g}$ の荷重による押し込みでも、斜めクラックの深さは $20\ \mu\text{m}$ 強であったのに、 $50\ \text{g}$ の引っかきでそれ以上の深さの凹凸が引っかき痕内に生じていることから、斜めクラックより上部がチップとして離脱してしまったことが想像される。

このほか、約 $50\ \mu\text{m}$ 程度の深さに、引っかき痕に沿って表面と平行なクラックが観察される。このクラックは、斜めクラックよりずっと深く、押し込みの場合には対応するクラックが観察されていない。

5. 考 察

5.1 線状クラックの形成機構

先に述べた観察結果のうち、 $\langle 100 \rangle$ クラックは、圧子押し込みのくさび作用によるへき開クラックであると考えられる。このことは、破面がへき開面 $\{100\}$ であること、荷重増加中のみ発生、成長し、除荷後はほとんど変化しないことから推定される。

一方、 $\langle 110 \rangle$ クラックは、荷重中よりもむしろ除荷開始時に急成長する点特徴的である。類似の現象はガラスなど他の硬ぜい材料についても見られることが報告されており³⁾、圧子が表面から離れることによって圧痕下部の圧縮応力が開放され、表面が押し上げられるために起こるとされている。MgO の場合はガラスと異なり結晶体であるから、応力状態だけから割れの成長方向を論ずることは出来ないが、いずれにせよ、 $\langle 100 \rangle$ クラックの場合とは異なり、単なるくさび作用によるへき開クラックでないことは間違いない。

負荷から除荷への急激な応力状態の変化に伴う割れの形成機構を考えるため、図9に示すすべり面のモデルを用いる。前報で述べたように、図9の原点Oの位置に圧子が押し込まれると、圧痕周辺に活発なすべりが生ずる。活動するすべり面のうち、たとえば図に示した二つのすべり面I: (101) , II: $(0\bar{1}1)$ はともに 45° すべり面で、互いに 120° の角度で交わる。圧子の押し込みにより、このすべり面上には、次々に新しい転位ループが供給される。これらのループは、すべり面上のせん断応力をうけ

図9 $\langle 110 \rangle$ クラック形成モデル

てI, II面上でそれぞれ $1 \rightarrow 2 \rightarrow 3 \rightarrow 4$, $1' \rightarrow 2' \rightarrow 3' \rightarrow 4'$ のように拡張し、AA'で示された位置に達する。ループの一部はおそらく交差すべりを生じて、結晶表面にすべり線の交差となって現れるが、交差部分でたとえば、

$$\frac{1}{2}a[10\bar{1}] + \frac{1}{2}a[011] = \frac{1}{2}a[110] \quad (a: \text{格子定数})$$

のような転位反応が起これば、反応転位はすべり面上にないため動けないから、後続するすべり面I, II上の転位がこの部分に集積し、大きな応力集中を生ずる。このような状態から急激に除荷されると、結晶内部からの押し上げによって、転位の集積部分に沿ってクラックが成長してゆくことが考えられる。イオン結晶内で、このような異なるすべり面上の転位反応が起こり得ることは、引張り、圧縮試験の結果などからもすでに指摘されており⁷⁾、押し込みや引っかきにおいても十分に考えられる。また、すべり帯の交差による転位集積機構については、Parker⁸⁾らによって提唱されたような多くのものが考えられている。いずれにせよ、押し込みや引っかきによって生ずる $\langle 110 \rangle$ クラックは、上にその可能な形成機構の一例を述べたような、“転位集積によるクラック”の一種であろう。

5.2 斜めクラックの形成機構

すでに述べたように、斜めクラックは、転位高密度集積帯の位置とほぼ一致し、除荷後に大きく成長するなど、 $\langle 110 \rangle$ クラックと類似した特徴をもっている。このことから、斜めクラックもまた“転位集積によるクラック”である可能性がある。

負荷中に加えられる外力によって、単結晶内部には図10(a)に示すような塑性変形領域が形成され、領域内には、多数の刃状転位がpile-upしている。このような刃状転位のpile-upが、見かけ上のクラック核の役割を果たすことは、Stokesら⁷⁾によっても指摘されており、図10(b)に示すように、除荷による圧痕直下からの押し上げ（弾性的回復）によって、これらのクラック核がつ

図10 斜めクラックの形成機構

ながって成長し、斜めクラックを形成することが考えられる。仮に、このような機構が正しいとするならば、斜めクラックもまた、一種の“転位集積によるクラック”と考えてよいであろう。

5.3 引っかきによるクラック形成機構

引っかきにおいては、圧子周辺の応力状態が押込みの場合よりさらに複雑になっていると考えられ、その上、一度形成されたクラックも、圧子の通過によってさらに大規模な破砕を受けることなどが想像される。したがって、本実験による観察結果だけから形成機構を推定することは困難であると思われるが、ここでは、“低速度引っかきによって、押込みによって形成されるのと類似のクラックが隣接した領域に次々に形成される”という仮定のもとに、以下のような推論をすすめることにする。上の仮定に従うならば、形態上引っかきに特有な三角形クラックは、基本的には、次々に形成される斜めクラックがつながって剥離したものと考えられる。このことは、三角形クラックが、圧子通過後に成長する点、深さも斜めクラックとほぼ対応している点などから、ある程度の妥当性をうかがうことが出来る。

以上のほか、断面上には引っかき痕直下に表面と垂直および平行な線状クラックも見られ、これらを総合して、以下のようなクラック形成過程を考えることが出来る。

- (1) 圧子の進行に伴い、圧痕の下方と側方に、表面と垂直、平行なへき開クラックがまず形成される。これらは、圧子のくさび作用などの要因によると考えられる。
- (2) (1)の過程と平行して、引っかき痕周辺部のすべり系が活動し、押込みの場合と同様の機構により転位集積帯を形成する。
- (3) 圧子通過後の引っかき痕下部では、応力状態が急変するため、押込みの“斜めクラック”に相当するクラックが形成される。圧子が移動すると、隣接位置

でも同様のクラックが次々に形成されるため、これらがつながって剥離し、三角形クラックを形成する。

6. 結 言

MgO 単結晶の {100} 面への押込みまたは引っかきによるクラックの形成過程を、試作した微小荷重引っかき観察装置を使用して観察し、successive etching 法などによる結晶内部でのクラック構造の測定結果なども参考にしながら、クラックの形成機構について考察を行った。主な結論は以下の通りである。

- (1) 押込みによって $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 2 方向の放射状の線状クラックが形成されるが、前者は主として荷重増加中に、後者は除荷開始時に急激に成長する。
- (2) これら 2 方向のクラックのうち、 $\langle 100 \rangle$ クラックは圧子侵入のくさび作用によるへき開クラック、 $\langle 110 \rangle$ クラックは、除荷時の応力状態の急変によって成長する“転位集積によるクラック”と考えられる。
- (3) 上記の放射線状クラックとは別に、斜めクラックが形成されるが、これもまた“転位集積によるクラック”である可能性が大きい。
- (4) 引っかきによって形成されるクラックは、引っかき方向によらず一定の結晶方向を向いた三角形クラックの集積である。このほか、押込み時に観察された形のクラックも同時に形成されると考えられ、これらを総合して引っかきによるクラックの形成過程に対する考察を行うことが出来た。

最後に、本研究の遂行にあたり、貴重な MgO 単結晶を御提供いただいた名古屋工業技術試験所奥田博氏、ならびに実験に御協力をねがった山梨大学大学院生(当時)神宮司裕史君に心より感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 吉岡正人: MgO 単結晶における圧痕および塑性領域の形成過程, 精密機械, **43**, 2 (1977) 192.
- 2) 今中 治: 無機材料の精密加工法 (1), 機械の研究, **19**, 4 (1967) 605, など.
- 3) 谷口紀男: 硬脆材料の衝撃破砕加工法, 誠文堂新光社 (1959).
- 4) 池田正幸: ラッピングにおける砥粒分担荷重の評価, 精密機械, **35**, 12 (1969) 787.
- 5) 今中 治: ガラスのラッピングに関する研究 (第1報)~(第7報), 電試彙報, **25** (1961) 283, など.
- 6) R. P. Steijn: Sliding and Wear in Ionic Crystals, J. Appl. Phys., **34**, 2, (1963) 419.
- 7) R. J. Stokes, T. L. Johnston and C. H. Li: Crack Formation in Magnesium Oxide Single Crystals, Phil. Mag., **3**, (1958) 718, など.
- 8) E. R. Parker: Fracture of Ceramic Materials, Proc. Int. Conf. on the Atomic Mechanisms of Fracture, (1959) 181.