硬脆材料の高品位加工に関する研究*

(第1報, 低温における変形破壊挙動)

于 化 東^{*1}, 森 田 昇^{*2}, 吉田 嘉太郎^{*2}

Study on High Quality Machining of Hard and Brittle Materials (1st Report, Deformation and Fracture Behavior at Low Temperature)

Huadong YU, Noboru MORITA and Yoshitaro YOSHIDA

The results of basic experimental study on cryogenic machining of hard and brittle materials are presented in this paper. In order to understand the basic phenomenon of material deformation and fracture during machining the hard and brittle materials such as a glass and a semiconductor at low temperature, the indentation tests and single point diamond scratching tests have been carried out. The results of tests showed that the crack length and the indentation depth decreases, the hardness and the critical depth of brittle-ductile transition increases with the decrease of material temperature for both soda-lime glass and single crystal silicon. The optical microscope observations showed that the deformation behavior and cracking patterns at low temperature are different from those at room temperature. From our experiments, we can conclude that the cryogenic machining is advantageous to restrain generation and propagation of cracks during machining the hard and brittle materials.

Key Words: Hardness, Crack Propagation, Ductile Fracture, Indentation, Low Temperature, Cryogenic Machining, Semiconductor

1. はじめに

ガラスや半導体などの硬脆材料は、優れた機能を生かしてさまざまな分野に応用されている。その加工については高い形状精度と表面品位とを同時に要求される場合が多く、延性モード加工技術やELID研削技術などの新しい高品位加工法^{(1)~(5)}が研究開発されている。一方、材料温度を変化させ延性や硬度といった機械的特性を制御しながら加工を行うことで、材料の被削性や加工面品位を高めようとする試みが行われている。すなわち高温加工法^{(6)~(7)}や低温加工法^{(8)~(10)}がそれにあたり、とくに低温加工では加工能率や加工面

性状の向上などの効果が見出されている。

筆者らは硬脆材料の機械加工に伴う変形・破壊に着目し、加工雰囲気制御によって脆性破壊の規模を抑制した硬脆材料の高品位加工を目指している。既報⁽¹¹⁾では、シリカ系ガラスを対象に圧子押込み実験を行い、応力腐食反応が加工中のクラックの発生・進展に関与することを明らかにした。さらに、この応力腐食反応は加工雰囲気中の相対湿度と温度の影響を強く受け、温度の低下につれて起こりにくくなるため、低温では脆性破壊が抑制されることを報告した。

そこで、本研究では硬脆材料の低温加工に関する基礎情報をより詳細に把握するために、新たに低温加工が可能な実験装置を試作し、ソーダライムガラスと単結晶シリコンを用い室温から77Kまでの低温で押込み実験と引っかき実験を行い、温度低下に伴う変形破壊挙動を観察した。

* 原稿受付 1997年5月8日。

^{*1} 千葉大学大学院 (〒263-8522 千葉市稲毛区弥生町1-33)。

^{*2} 正員, 千葉大学工学部。

2. 低温押込みによる変形破壊挙動

2.1 実験方法 図1は低温押込み装置の外観である。本装置はマイクロビッカース硬度計（アカシ社製MV K-E），試料冷却用の低温治具および液体窒素供給器より構成されている。図2は，試作した低温治具の概念図で，液体窒素は断熱二重層チューブを通して低温治具本体の試料ホルダーの内部に導入されたのち気化し，排気口から放出される構造になっている。試料の温度は熱電対により測定され，液体窒素の流量を調節することで室温から93 Kまでの温度を任意に設定できる。冷却速度は6 K/分程度になるように調整された。圧子にはダイヤモンドビッカース圧子を用い，押込み荷重を2.94 N～9.8 N，押込み保持時間を30秒として実験を行った。圧子押込みは液体窒素中⁽¹¹⁾（試料と圧子の両方が冷却される）と空气中（試料のみが冷却される）の二つの雰囲気で行った。

2.2 実験結果及び考察

2.2.1 ソーダライムガラスの変形破壊挙動

図3は試料温度77 K（図中(a)）と295 K（図中(b)）におけるソーダライムガラスに対する圧痕の代表例である。295 K（室温）の場合には，圧痕の境界が明瞭で正方形をなし，圧痕の対角線方向と別の方向にもクラックが観察される。また，写真中白色部は反射光輝度の高い部分であり，圧痕周囲の表面下にラテラルクラックが存在することを示している。一方，77 Kの場合には，圧痕の境界は明確でなく，圧痕のサイズやクラック長さも室温のものよりかなり小さい。また，クラックが観察されない例も見られた。

図4⁽¹¹⁾はソーダライムガラスのビッカース硬さ及び

Fig.4 Relation between workpiece temperature and Vickers hardness, indentation depth for soda-lime glass⁽¹¹⁾

Fig.1 Equipment for cryogenic indenting test

Fig. 2 Schematic view of cryogenic jig

Fig. 3 Comparison of indented feature and crack propagation between at 77 K and at 295 K

Fig. 5 Dependence of crack length on workpiece temperature for soda-lime glass ⁽¹¹⁾

Fig. 6 Relation between ratio of crack length to indentation depth and workpiece temperature for soda-lime glass.

圧痕深さの温度依存性を示している。低温ほど硬さは大きくなり、圧痕深さは小さくなる。また、両者とも180 K近傍に屈折点が存在し、それ以下の温度では硬さと圧痕深さの変化率が大きい。

図5⁽¹¹⁾は押し込み荷重をパラメータとしたクラック長さの温度依存性である。図中に示すように圧痕の角から生じるラジアルクラックの先端までの距離をクラック長さとして定義し、最長のものを代表値として3個の圧痕データを平均した(以下同様)。クラック長さは低温ほど減少し、その割合は押し込み荷重に関係なく180 K以下で大きいことがわかる。このことは、クラックの抑制に低温での加工が有利であることを示唆している。一方で、低温では圧痕サイズも小さくなるので、低温の効果を評価する時、クラック長さの減少のみを強調するのでは不十分といえる。そこで、クラック長さと圧痕深さとの比(以下、破壊比率と呼び、単位長さの塑性変形を起こすとき生じるクラック長さを指す)を求めた。

図6は破壊比率と試料温度の関係である。破壊比率は試料温度の上昇とともに増大するが、180 K以上では一定になる。このことは同じ押し込み深さであれば低温ほどクラック長さが小さいことを示している。すなわち、低温加工ではクラックの発生を抑制しやすいことを意味している。

2.2.2 単結晶シリコンの変形破壊挙動 図7は低温から室温までの単結晶シリコンに対する圧痕とクラックの代表例である。図中(a)は液体窒素中(温度77 K)で押し込んだ圧痕である。また、図中(b)から(h)までは試料温度がそれぞれ113 K, 133 K, 153 K, 193 K, 213 K, 233 K及び289 Kの場合である。押し込み荷重はいずれも4.9 Nである。77 Kの場合、圧痕の境界が明瞭であり、圧痕の対角線方向に4本のクラックが見

Fig. 7 Indented feature and crack propagation at various temperature for single crystal silicon

られた。温度が上がるにつれてクラックは大きくなり、とくに133 K以上ではチッピングが発生し、温度上昇に伴いその規模を増した。また、289 K (室温) では圧痕の周囲に複数のチッピングの発生が観察された。

図8はビッカース硬さと圧痕深さの温度依存性である。温度低下に伴い硬さは増加し、圧痕深さは減少する。200 K近傍に両者とも屈折点が存在し、それ以下の温度で変化率が大きい。

図9はクラック長さと試料温度との関係を示したものである。クラック長さは温度上昇につれて大きくなるが、200 K以上では飽和する傾向を示す。図7に示したように温度上昇に伴うチッピングの発生が負荷応力を解放するため、クラック長さと圧痕深さ (図8) が飽和すると解釈できる。

図10は破壊比率の温度依存性である。温度上昇に伴い破壊比率は増大する傾向を示すが、ソーダライムガラスほど顕著な変化はない。温度上昇に伴ってチッピングの発生が顕著になるため、ここで定義する破壊比率ではシリコンに対しては十分評価できないと考える。チッピング量も考慮した評価方法が必要になると考えるが、詳細な検討は今後の課題である。

以上の結果より、ガラスとシリコンでは低温ほど硬度は高くなり、単位押込み深さあたりのラジアルクラック長さが抑制される効果が見出された。

3. 単粒引っかきによる変形破壊挙動

3.1 実験方法 図1の低温治具を用い、ダイヤモンドビッカース圧子による傾斜引っかき実験を行った。四角錐圧子の面を引っかき方向にした。

3.2 ソーダライムガラスの単粒引っかき実験

図11は温度をパラメータとした引っかき実験の結果である。引っかき速度は120 mm/minである。図中(a), (c)はそれぞれ低温 (103 K) と室温 (295 K) での引っかき痕である。図中(b), (d)はそれぞれ(a), (c)の一部の拡大写真である。切込み開始点の近傍では延性的な引っかき痕が観察されるが、切込み深さの増加につれて引っかき方向の材料内部に放射状のクラック (図中(b), (d)の白色部) が発生した。さらに切込み深さが増加するとクラックは試料表面まで到達し、大きなチッピングを起こすことがわかった。

図12は光学顕微鏡の観察で求めた臨界切込み深さ (脆性-延性遷移点に対する切込み深さ d_c を指す、ただし、ここでは材料内部にクラックが発生するときの切込み深さを指す) と引っかき速度との関係である。

Fig.8 Relation between workpiece temperature and Vickers hardness, indentation depth for single crystal silicon.

Fig. 9 Dependence of crack length on workpiece temperature for single crystal silicon

Fig.10 Dependence of ratio of crack length to indentation depth on workpiece temperature for single crystal silicon

Fig.11 Comparison between the groove scratched at room temperature and one at low temperature for soda-lime glass

低温における臨界切込み深さは室温のそれと比較して、若干大きくなっている。また、本実験の引っかかり速度の範囲では臨界切込み深さは引っかかり速度の増加につれて減少する傾向を示す。

3.3 単結晶シリコンの単粒引っかかり実験 図13は室温 (295 K) (図中(a)~(c)) と低温 (103 K) (図中(d)~(f)) での引っかかり痕の写真である。室温の場合は、切り込み深さの増加につれて加工モードが延性から脆性に移り変わった。全面的に脆性破壊 (チップング) が発生する前に切削方向に沿って放射状のクラックと微細なチップングが観察される。低温の場合は、加工モードの変化が室温のものと大体似ているが、(1)引っかかり痕が延性モードから脆性モードに変わってから全面的な脆性破壊 (チップング) が発生するまでに引っかかり方向に沿って多くの放射状クラックが発生したこと (図13(d))、(2)引っかかり痕が延性的なものであってもその両側に放射状のクラックが観察された (図13(f)参照) ことが特徴的であった。

図14は光学顕微鏡の観察より求めた臨界切り込み深さ d_c の引っかかり速度依存性である。低温の場合の d_c 値は室温のそれと比較して3倍程度大きい。このことは

Fig.12 Comparison of the critical depth of cut for brittle-ductile transition at room temperature with that at low temperature for soda-lime glass.

Fig.13 Comparison between the groove scratched at room temperature and one at low temperature for single crystal silicon

低温加工がクラックの抑制と脆性-延性遷移臨界切込み深さの増大という点で単結晶シリコンの高品位加工に有利であることを示唆している。また、dc値は、本実験の範囲では引っかかり速度と関係なくほぼ一定となった。

4. まとめ

ソーダライムガラスと単結晶シリコンを対象に低温での押込み実験と引っかかり実験を行い、変形破壊挙動の温度依存性を評価した結果、次の結論を得た。

- (1) ソーダライムガラスと単結晶シリコンのビッカース硬度は温度低下に伴い大きくなる。
 - (2) 圧痕深さとラジアルクラック長さは温度低下とともに減少する。
 - (3) クラック長さと圧痕深さの比は、温度低下とともに減少するが、その割合はソーダライムガラスで大きい。
 - (4) 単位押込み深さ当りのクラック長さが低温ほど小さいことから、低温加工はクラック抑制という点で有効である。
 - (5) 低温 (77K) での臨界切込み深さは室温のそれと比較して大きいことから、低温は高品位加工に効果的に作用するといえる。
- 今後は、この結果を研削加工に適用し、有効性と実用性を検討していく。

文 献

- (1) 宮下 政和, 精密工学会誌, 56-5 (1990), 782-787.
- (2) 橋本 洋・竹田 次郎・今井 健一郎・ケネス・ブレーデル, 精密工学会誌, 59-3 (1993), 455-460.
- (3) T.Shibata, S.Fuji, E.Makino and M.Ikeda, Precision Engineering, 18-2 (1996), 129.
- (4) 池野 順一・谷 泰弘, 日本機械学会論文集 (C編), 57-535 (1991), 1013-1018.
- (5) 大森 整, 機械と工具, 40-3 (1996), 65-73.
- (6) T.Kitagawa and K.Maekawa, Wear, 139 (1990), 251.
- (7) 加藤 正倫・金沢 重久・宮沢 伸一, 1996年度精密工学会春季大会学術講演論文集 (1996), 743-744.
- (8) 伊東 諄, 平成7年度文部省科学研究費補助金研究成果報告書 (研究課題番号06402030) (1996)
- (9) 佐藤 公子, 日本金属学会秋季大会一般講演概要 (1980) 421.
- (10) M.K.Muju and A.K.Pathak, Journal of Mechanical Working Technology, 17 (1988), 325-332.
- (11) 于 化東・森田 昇・吉田 嘉太郎, 砥粒加工学会誌, 41-3 (1997), 97-101.

Fig.14 Comparison of the critical depth of cut for brittle-ductile transition at room temperature with that at low temperature for single crystal silicon