硬脆材料の高品位加工に関する研究* (第 2 報, 水蒸気圧がクラック進展挙動に及ぼす影響)

于 化 東^{*1}, 森 田 昇^{*2}, 吉田 嘉太郎^{*2}

Study on High Quality Machining of Hard and Brittle Materials (2nd Report, Effect of Humidity on Crack Generation and Propagation)

Huadong YU, Noboru MORITA, Yoshitaro YOSHIDA

In order to clear the behavior of material deformation and fracture during machining the hard and brittle materials such as a glass, the indentation tests have been carried out in various environment. The results of the experiments showed that the crack length and velocity of crack propagation, depends on a percent relation humidity in the environment, and on the stress of the surface of glass, and increases with increasing the percent relation humidity in the environment. The experimental data also showed that the dependence of crack length and velocity of crack propagation on humidity will be stronger with increases applied load. Experimental results are discussed in this paper.

Key Words: Stress Corrosion Cracking, Crack propagation, Brittle Fracture, Humidity, Glass

1. 緒言

硬く脆いという性質を示すガラスや半導体材料の一般的な機械加工では、脆性破壊を主体とした除去機構により加工が進行するため、高品位な加工面を得るのが困難とされている。これを解決する手法として、サブミクロン以下で一定に制御された切込み深さを与える延性モード加工技術が国内外で研究され、その除去機構を基礎的に理解する目的で単粒押込み実験や引っかかり実験などの基礎研究が盛んに行われてきた^{(1)~(3)}。その結果、硬脆材料の加工における変形・破壊メカニズムの支配因子として、切込み深さや切削速度といった直接的な干渉条件のほかに、温度や水分といった雰囲気条件も少なからず影響を及ぼすことが見出されている^{(4)~(6)}。とくに、小峰ら⁽⁶⁾は水中やスピン

ドル油中などの各種雰囲気中でガラス(BK-7)材への圧子押し込み実験と引っかかり実験を行い、クラックの発生・進展を最も促進する雰囲気媒質のひとつが水分であることを示したが、その具体的な機構や水蒸気圧との関連については検討するまでに至っていない。

本研究では硬脆材料の延性モード加工をより高品位に実現することを目的として、温度や大気といった雰囲気条件が変形・破壊挙動に及ぼす影響を調べている。前報⁽⁷⁾ではソーダライムガラスと単結晶シリコンを対象として、室温から77Kまでの低温における加工現象について基礎的に明らかにした。本報では雰囲気の水蒸気圧に着目し、相対湿度をハラメータとした圧子押し込み実験を行い、クラックの発生・進展挙動に及ぼす水蒸気圧の影響について明らかにした。

2. 実験方法

* 原稿受付 1997 年 7 月 16 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。

図1は、本実験に用いた相对湿度調整機能を備えた実験装置の外観であり、図2はその構成である。装置はアクリル製のチャンバ、マイクロビッカース硬度計（アカシ社製MVK-E型）、温湿度計（チノー社製HN-L18型）、真空ポンプおよび乾燥・湿空気混合供給システムから構成されている。

ここで相对湿度（%RH）とは、採取湿潤空気中の単位体積当りの水蒸気質量を絶対湿度と定義した場合、採取湿潤空気中の水蒸気のマール分率と同温、同圧の平らな純粋水面と平衡にある飽和湿潤空気中の水蒸気のマール分率との相対比のことで、本研究ではこの相对湿度を実験パラメータとして用いた。

実験において相对湿度の調整は、チャンバ内のガス置換、すなわちチャンバ内の乾燥空気（小沢酸素社製純空気）と湿り空気との混合比を調整することによって行われる。また、真空排気後のチャンバ内の吸着水分を十分減らす目的で、乾燥剤（ P_2O_5 ）をチャンバ内に設置してある。チャンバ内の温度、湿度は温湿度計により測定され、チャンバ内の圧力は圧力ゲージにより計測される。試料はソーダ石灰ガラス（トウシンリコウ社製顕微鏡用プレパラート）である。押し込み実験は常温、大気圧下で相对湿度を変化させて行われた。押し込み荷重は50gf～1000gf、押し込み時間は5秒である。圧子押し込み後、同一の相对湿度下で10分が経過したのちクラック長さを測定した。

3. 実験結果と考察

3.1 クラック進展速度の経過時間依存性 圧子を硬脆材料の表面に押し込む時、クラックは除荷した直後に発生し極短い時間で急速に進展するが、その後は緩慢かつ安定に進展することが知られている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。そのため、クラック長さを測定する場合、同一の雰囲気中でも除荷後から測定するまでの時間、すなわち経過時間によってその測定値が異なることを考慮しなければならない。

図3は、押し込み荷重1000gf、相对湿度6.2%RHにおけるクラック長さ及びその進展速度の経過時間依存性である。クラック長さは、試料表面に生じるラジアルクラック中から一つのものを代表値とした3試料の平均値である。クラック長さは経過時間の対数に比例して増加する。一方、クラック進展速度は経過時間に対して指数関数的に減少することがわかった。また、この実験条件でクラックの進展が完全に停止するのに3時間以上も要することがわかった。以下の実験では作業能率を考慮して、クラック進展速度が十分小さくなる

Fig.1 Equipment for variable environment indenting test

Fig. 2 Schematic view of experimental system

Fig.3 Relations between crack length, velocity of crack propagation and time

と判断される押込み後10分を経過したのち、クラック長さを測定することにした。

3.2 クラック長さの押込み荷重依存性及び相対湿度依存性 図4は相対湿度をパラメータとした場合のクラック長さの押込み荷重依存性である。クラック長さは、試料表面に生じるラジアルクラック中から最長のものを代表値とした5試料の平均値である。クラック長さは押込み荷重の増加とともに増大し、相対湿度の増加とともに増大する。同一荷重で押し込んだ場合、300gf以下の軽荷重のときには低湿度でクラックが生じないことがわかる。

図5は、図4の結果について押込み荷重をパラメータとして相対湿度とクラック長さの関係を求めたものである。相対湿度の増加とともにクラック長さは大きくなるが、その傾向は押込み荷重と関連して3種類のタイプに分類される。すなわち、領域Ⅰ、つまり押込み荷重が小さい場合には、クラック長さは相対湿度とよい比例関係にある。とくに10%RH以下の相対湿度でクラックが生じないという実験事実は、領域Ⅰにおけるクラック生成の駆動力が相対湿度に依存した応力腐食^{(10)~(13)}に起因していることを強く示唆している。

領域Ⅱでは、クラック長さは、相対湿度が10%RH以下で相対湿度に強く依存するが、相対湿度が10%RH以上になると漸増の傾向にある。このことは、相対湿度に関連して、圧痕稜部またはクラック先端での応力が一定値に達するとクラックが急激に生成・進展するような臨界応力が存在することを示している。領域Ⅲ、すなわち押込み荷重が大きい場合には、水分の有無に関係なくクラックが発生するが、その長さは相対湿度によく比例している。この領域では相対湿度とともに押込み荷重がクラック進展の支配因子といえる。

以上の結果から、相対湿度すなわち雰囲気中の水分はクラックの発生・進展に関与し、それは負荷荷重に依存した応力腐食に支配された現象であると考えられる⁽¹⁰⁾。高品位な加工を考える場合、理想的には低湿度下で低荷重にて加工を行うことが有効といえる。

3.3 クラック進展速度の相対湿度依存性 前節でクラック長さの押込み荷重、相対湿度依存性を示したが、環境中の水分がクラックの発生、とくにクラックの進展過程に及ぼす影響を把握するために、除荷後の経過時間に対するクラック進展長さ、進展速度と相対湿度との関係を詳細に調べた。

図6は、相対湿度をパラメータとした場合の押込み除荷後の10秒後から24時間後までのクラック進展長さ

Fig.4 Dependence of crack length on indenting load

Fig.5 Dependence of crack length on percent relative humidity

Fig.6 Dependence of crack propagation on time after the indentation

の時刻歴である。押し込み荷重は、図3の場合と異なり500gfである。クラック進展長さは、除荷後の短時間内に速やかに進展するが、その後は緩やかに成長し、飽和する傾向を示す。また、相対湿度が高いほどその進展長さは大きくなることわかった。

図7は、図6の結果より求めたクラック進展速度の経過時間依存性である。図中の曲線は、図6に示した実験データから最小二乗法によりクラック長さと経過時間との近似式を求め、この近似式を経過時間に対し微分して得られたクラック長さの進展速度と経過時間との関係式により引いたものである。また、図中にプロットしたデータは、図6に示した各々の隣接の実験データから直接求めたクラック進展速度である。クラック進展速度の対数は経過時間の対数に反比例する傾向を示す。とくに0%RHでは、進展速度が他のそれより小さくなっている。このことは雰囲気中の水蒸気圧が応力腐食反応に基づくクラック進展機構の律速因子であることを強く示唆している。クラック進展速度と相対湿度との関係をより詳細に考察するために、経過時間がそれぞれ10秒、60秒、1、2、6及び12時間のときのデータを抽出してプロットしたものを図8に示す。クラック進展速度は、どの経過時間に対しても同様の傾向を示し、相対湿度の増加とともに増大することがわかった。

Wiederhornは、亀裂引っ張り破壊試験結果に基づきクラック進展速度と負荷荷重及び湿度との関係を導いている。すなわち、負荷荷重が小さい場合には、クラック進展速度は次式で表される⁽¹⁰⁾。

$$v = (\alpha H^n \exp(\beta \sigma)) / n \quad (1)$$

ここでは、 α 、 β 、 n は実験条件で決まる定数、 σ は負荷荷重、 H は雰囲気中の相対湿度である。この式から、 σ が一定値の場合、 v 及び H の対数は n を勾配とする直線関係にあることがわかる。図8の実験結果は、上式に従っておりクラックの進展速度が負荷荷重と湿度に依存することを明確に示している。

以上の結果より、環境中の水分は、クラックの発生を左右することだけでなく、押し込み除荷後のクラック進展を促進させる因子であり、応力腐食に基づいて本実験の結果を解釈するのが妥当であるといえる。

4. 結言

ソーダライムガラスを用いて押し込み荷重、押し込み除荷後の経過時間、環境中の相対湿度をパラメータと

Fig.7 Relation between velocity of crack propagation and time after the indentation

Fig. 8 Relation between velocity of crack propagation and percent relative humidity

して、クラックの発生及びクラック進展速度の雰囲気依存性を明らかにした。得られた結論を以下に示す。

1. クラック長さは押し込み荷重と雰囲気中の水分に依存する。押し込み荷重が小さい場合には相対湿度が支

配的であるが、押込み荷重が大きい場合は両者の効果が重畳される。

2. クラック進展長さは、押込み除荷後の経過時間の対数に比例して増加するが、一定時間ののち飽和する。

3. 除荷後のクラック進展長さは相対湿度に依存する。

4. クラック進展速度は、除荷後の経過時間、相対湿度に依存する。

以上より、雰囲気中の水分による応力腐食はクラック進展を支配する主因であるので、ガラスなどのような硬脆材料を加工する時、原則として小負荷、低湿環境が高品位加工に有利であると言える。

謝辞

本研究の実験に協力いただいた卒業研究生近藤 誠君に感謝申し上げます。

参考文献

- (1) 橋本ほか3名, 精密工学会誌, 59-3 (1993), 455-460.
- (2) Peter N.Blake and Ronald O. Scattergood, J. Am. Ceram. Soc., 73-4 (1990), 949-957.
- (3) 宮下, 精密工学会誌, 56-5 (1990), 782-787.
- (4) Jほか2名, 砥粒加工学会誌, 41-3 (1997), 21-25.
- (5) 伊藤ほか4名, Journal of the Ceramic Society of Japan, 102-11 (1994), 1082-1085.
- (6) 小峰ほか2名, 応用物理, 33-2 (1964), 125-130.
- (7) Jほか2名, 機論, 64-623, C(1998), 2762-2767.
- (8) Robert E Cook and Eric G Liniger, J. Am. Ceram. Soc., 76-5, (1993), 1096-1105.
- (9) 吉岡・澤, 精密工学会誌, 60-8 (1994), 1154-1158.
- (10) S.M.WIEDERHORN, Journal of The American Ceramic Society, 50-8(1967), 407-414.
- (11) R.W.Cahn, E.A.Davies and I.M.Ward, Glasses and the vitreous state, ISBN 0 521 35582 6, New York, (1991), 386-392.
- (12) TERRY A. MICHALSKE and BRUCE C. BUNKER, J. Am. Ceram. Soc., 70-10, (1987), 780-784.
- (13) TERRY A. MICHALSKE and STEPHEN W. FREIMAN, J. Am. Ceram. Soc., 66-4, (1983), 284-288.