

# ナノインデンテーションによる石英ガラスの弾性挙動の解明

北見工業大学 ○小原達也, 武知孝洋, 田牧純一, 久保明彦, 杉野 豪

## 要 旨

硬脆材料の延性モード加工における臨界切込み量に関する研究が進んでいる一方、硬脆材料の弾塑性変形領域における諸現象は未解明な部分が多い。本研究では石英ガラスをダイヤモンド砥粒で延性モード加工することを想定し、ナノインデンテーション(静的挙動)実験を行うことで石英ガラスの弾性・塑性変形領域における諸現象を検討した。

## 1. 緒 言

近年、レーザを使用した測定または加工機器、光ファイバ、光学記憶装置など光エレクトロニクス産業の発展が急速に進んでおり、石英ガラスや水晶などの光学素材が必要不可欠な材料として使用されている。しかし、光学素材のほとんどが硬脆材料と呼ばれる脆性破壊を起こしやすい難削材であり、硬脆材料の高精度研削加工、すなわち固定砥粒加工法による延性モード研削加工の高効率化が求められている。延性モード研削加工は、砥粒切込み深さを脆性破壊臨界切込み量 $d_c$ 値以下に設定することで実現可能である。延性モード加工から脆性モード加工へ移行する臨界切込み量 $d_c$ 値については多くの研究成果が得られているが、硬脆材料の弾塑性変形領域における挙動に関しては未解明な点が存在しており、これらの解明が重要課題として挙げられる。本研究では、硬脆材料である石英ガラスの弾性・塑性変形領域における諸現象を、ダイヤモンドビッカース圧子を用いてナノインデンテーション実験を行うことによって検討した。

## 2. 実験方法

ナノインデンテーション実験装置には、図1に示すエリオニクス社製超微小押し込み試験機(ENT-1100a)を使用した。本装置は荷重制御を電磁力駆動式で行い、0.01 mN から 1000 mN までの広い範囲での高精度押し込み試験が可能である。押し込み変位量の測定方式には静電容量非接触変位計が使用されており、0.3 nm の分解能を有している。

図2は、押し込み試験に使用したダイヤモンドビッカース圧子とその形状を示している。この圧子を石英ガラスと銅に押し込むことにより、ピラミッド形状の圧痕が生じる。押し込み荷重は0.1~400 mN の範囲で変化させ、1つの条件に対して押し込み試験を5回行った。負荷条件は、負荷開始から最大荷重に達するまでの時間を5秒、荷重保持時間を1秒、除荷時間を5秒とした。ナノインデンテーション実験によって形成された圧痕の観察には走査型電子顕微鏡(SEM)を用い、圧痕形状の測定にはセイコーインスツルメンツ社製卓上小型プローブ顕微鏡(Nanopics1000)を使用した。

## 3. 実験結果

### 3.1 塑性変形率

図3は、石英ガラスについて荷重10 mN で押し込み試験を行い、荷重・変位曲線を測定した結果である。除荷後は工作

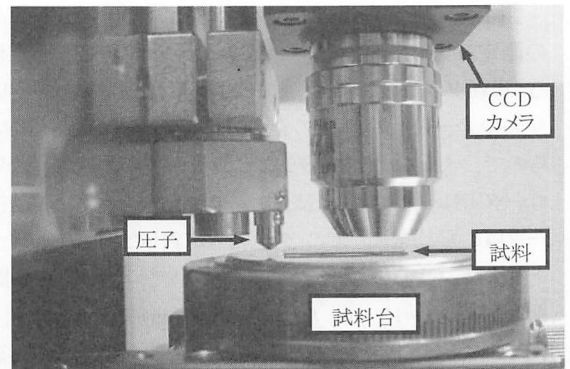


図1 ナノインデンテーション実験装置

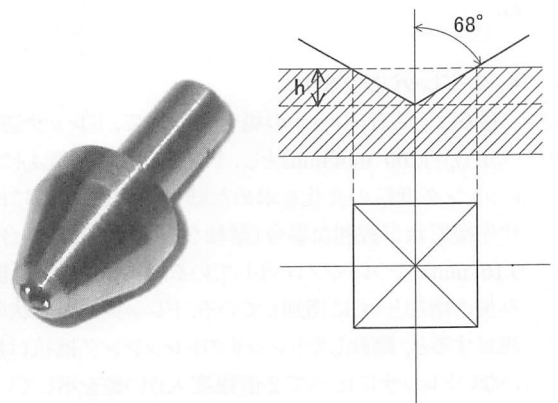


図2 単結晶ダイヤモンド圧子

物が $d_c$ だけ弾性回復するため、残留変位、つまり塑性変形量 $d_p$ は最大押し込み量 $d_{max}$ より小さくなる。

図4は、荷重を変えて押し込み試験を行い、銅と石英ガラスの2種類の工作物の塑性変形量 $d_p$ と押し込み量 $d_{max}$ の関係をプロットしたものである。2つの工作物とも $d_p$ と $d_{max}$ の間に比例関係が成立するので、その勾配( $d_p/d_{max}$ )を塑性変形率と定義する。その結果、銅について88%、石英ガラスについて45%という値が得られる。

### 3.2 圧痕対面角

図5は、押し込み荷重が400 mN 時の圧痕形状である。図中に示す圧痕対面角を算出し、荷重ごとに圧痕対面角の平均値を求めた(図8参照)。その結果、すべての荷重条件にお

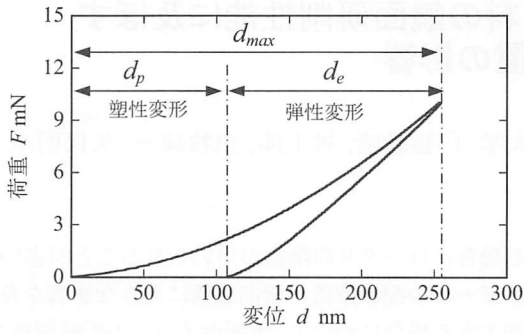


図3 荷重・変位曲線(石英ガラス)

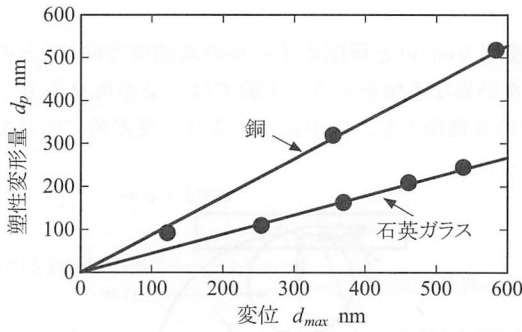


図4 静的塑性挙動

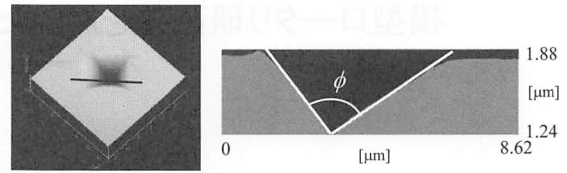


図5 圧痕形状

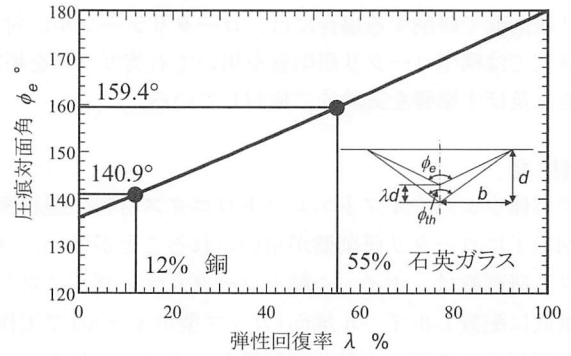


図6 圧痕対面角と弾性回復率の関係

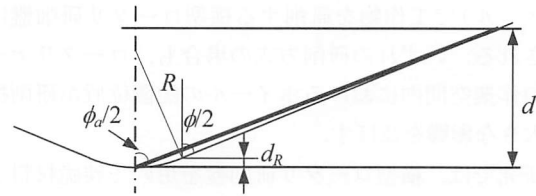


図7 丸みを持つ圧痕断面モデル

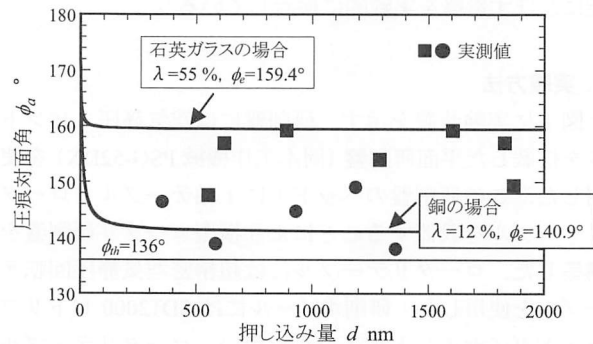


図8 押し込み量と圧痕対面角の関係

いて、圧痕対面角はピッカース圧子対面角  $136^\circ$  よりも大きくなるのがわかった。この理由として、材料の弾性回復および圧子先端の丸みに関係していると思われる。

そこで、始めに圧痕対面角に及ぼす弾性回復の影響について考える。図6は、圧痕対面角  $\phi_e$  と弾性回復率  $\lambda$  の関係を示す。図中に示す圧痕断面モデルにおいて、弾性回復率を  $\lambda$  とするとピッカース圧子対面角  $\phi_h$  と圧痕対面角  $\phi_e$  には式(1)が成立する。

$$\phi_e = 2 \tan^{-1} \left( \frac{b}{d(1-\lambda)} \right) = 2 \tan^{-1} \left( \frac{\tan(\phi_h/2)}{1-\lambda} \right) \quad (1)$$

弾性回復率  $\lambda$  が大きくなれば圧痕対面角  $\phi_e$  も大きくなる。弾性回復率  $\lambda$  は言い換えれば弾性変形率であるから、図4の結果より石英ガラスの場合には55%、銅の場合には12%となる。ここで、圧子対面角  $\phi_h = 136^\circ$  であるから、式(1)より圧痕対面角  $\phi_e$  は石英ガラスの場合に  $159.4^\circ$ 、銅の場合に  $140.9^\circ$  という値が得られる。

次に、圧痕対面角に及ぼすピッカース圧子先端丸みの影響を検討する。図7は、圧子先端丸みを考慮した圧痕の断面モデルである。 $R$  は先端曲率半径であり、 $d_R = R(1 - \sin(\phi/2))$  とすると、圧子先端丸みを考慮した圧痕対面角  $\phi_a$  は式(2)、(3)で表すことができる。

$$\phi_a = 2 \tan^{-1} \left( \sqrt{\frac{2R}{d} - 1} \right) \quad (0 \leq d \leq d_R) \quad (2)$$

$$\phi_a = 2 \tan^{-1} \left( \frac{R \cos \phi + (d - d_R) \tan \phi}{d} \right) \quad (d \geq d_R) \quad (3)$$

図8は、先端曲率半径  $R = 100$  nm とし、弾性回復率  $\lambda$  を考慮した場合における押し込み量  $d$  と圧痕対面角  $\phi_a$  の関係を示し

ている。図中のプロットは実測した圧痕対面角であり、石英ガラスの場合には■印、銅の場合には●印である。実測値にばらつきがあるものの両者とも計算値に近い結果が得られている。また、石英ガラスの圧痕対面角は銅の場合に比べて大きい値を示している。

#### 4. 結言

硬脆材料の弾性・塑性変形領域における諸現象を解明するためナノインデーション実験を行い、延性金属材料である銅と硬脆材料である石英ガラスを比較した。得られた結果を以下に示す。

- (1) 石英ガラスの塑性変形率は銅の約半分である。
- (2) 圧痕対面角はピッカース圧子対面角よりも大きくなり、材料の弾性回復および圧子先端丸みに関係している。