

# 硬脆材料加工面の透過型電子顕微鏡による評価

1. はじめに セラミックス、ガラスなどの無機系硬脆材料は室温において塑性変形が効かないため、もっぱら研削、研磨などの除去的手法が加工に用いられる。そのプロセスは微小破砕により進行するため、加工機構のルーツをつきつめると原子間のボンドの切断およびそれに付随する現象にまでさかのぼらねばならない。最近、マイクロ超精密加工が盛んとなり、加工単位がナノ (nm) スケールに近づくにつれて、もはや連続体的の見方は不適切であり、原子・分子レベルでの理解が必要な状況となっている。

本トピックスではそのような世界を「見る」ことにより評価する有力な手法として透過型電子顕微鏡 (TEM) を紹介する。この装置は数年前にノーベル賞を受賞した E. Ruska により開発され、今日では確立された実験法である。ところが、機械工学の研究分野では SEM は頻々と使われても、TEM は皆無に等しいのは不思議である。以下では TEM を用いて無機材料の除去加工面をながめるとどのような世界が見えるかについて数例を述べる。

2. 加工面の観察例 TEM 像の解釈を一口でいえば、透明なものをすかして見たと思えばよい。具体的には、高速電子線を光源として目的とする試料を貫き、磁界レンズで拡大して像を得る。そして、目いっぱい使い方をして  $0.1\text{ mm} \sim 1\text{ \AA}$  の世界が観察可能で、まさに光顕レベルから原子 1 個 1 個まで<sup>(1)</sup>がカバーできる。

図 1 には炭化ケイ素セラミックスを  $0.5\text{ }\mu\text{m}$  ダイヤモンド砥粒で仕上げ研磨した面を垂直方向から TEM 観察した写真を示す<sup>(2)</sup>。この試料は肉眼では鏡面で表面粗さ  $5\text{ nm} R_{\text{max}}$  の超平滑面であり、SEM 観察ではまったくコントラストを示さず無損傷のように見える。ところが実際は、 $10\text{ nm}$  以下の深さの微小引っかき痕が無数に存在し、その周辺に残留ひずみが伴い、痕の像が強調されたのがこ



図 1 ダイヤモンド砥粒によりポリシング仕上げした炭化ケイ素におけるマイクロクラック

の写真である。ひずみ層の厚さは  $50\text{ nm}$  程度で、このような微小損傷が強度・破壊などの機械的特性にどれほど影響するのかは不明であるが、硬質砥粒で磨いたセラミックス表面はおおむねこのような組織であることが多い。

次に、シリコンは硬脆材料のモデルケースとしてよく実験試料に供され、図 2 には  $50\text{ }\mu\text{m}$  の切込み量で研削した加工面の観察例を示す。強制加工を行っているため、表面層は大きくひずみ、マイクロクラックも随所に観察された。それに加えて、試料の一部には写真に示すような線状の欠陥コントラスト、すなわち転位の発生が認められた。

シリコンにおいては室温で転位は活動しないため塑性変形はできない。ところが研削加工を微視的に見れば砥粒刃先による切削現象であるため、その近傍で局所的に高温・高圧状態となり、転位が活動できる状況が出現し得る。この例では転位の数が少ないため脆性的性格が強いが、単粒を用いたある切削実験では金属の切削時のようにカール状の切りくずが出たとの報告もあるため、条件を選べば転位が十分に活動し、延性切削ができる可能性がある。

また、刃先近傍では高温・高圧状態のため非晶質化が起り、Beilby 層の存在を示唆する観察例もある<sup>(3)</sup>。本試料においてもそれらしい箇所が見られた。この層の有無には多少の議論の余地があるが、加工条件が異なると材料の



図 2 研削加工したシリコン表面層に発生した転位

局所的応答が様相を変えるのは確かであり、我々が知らない世界がまだまだ存在するようである。

3. おわりに 加工においては、目的とする精度が達成されていくらの分野である。したがって、詳細な加工機構が解明されても、ましてや微細な組織を見て何になるという趣もあろうかと思う。しかし反面、自分で加工した試料のミクロな組織を見たいと少しくらい思うのも人情である。最近、TEM は大学や研究所などいたる所に設置されているため、その気になればいつでも使える状況にある。しかも、二昔ぐらい前ではかなりの熟練を要した観察も、今では使いやすくなり誰にでも撮れるとってよく、今後の加工面の TEM 評価が盛んになることを願う。

## 文 献

- (1) 橋本初次郎・ほか 8 名, 特集極微世界 (ナノワールド) を探る—電子顕微鏡技術の新しい展開, セラミックス, 27-12 (1992), 1143.
- (2) Kikuchi, M. ほか 4 名, Mechanochemical Polishing of Silicon Carbide Single Crystal with Chromium (III) Oxide Abrasive, *J. Am. Ceram. Soc.*, 75-1 (1992), 189.
- (3) 箕和恭子・角野浩二, スクラッチングによるシリコン結晶のアモルファス化, 日本金属学会誌, 31-12 (1992), 1079.

高橋 裕 三重大学  
鈴木重信 職業訓練大学校  
須賀唯知 東京大学

(原稿受付 1993 年 6 月 14 日)