



ダイヤモンドのもうひとつの顔 —その強さ—

井川直哉* 島田尚一**

1. はじめに

宝石として君臨するダイヤモンドは今日の先端科学技術にとっても欠くことのできない優れた材料である。例えばコンピューター用の磁気ディスク、電子機器、通信機器から核融合まで様々な分野で利用されるレーザ光用の金属反射鏡、物理計測に利用されるシンクロトロン放射光用の全反射鏡等は理論上表面あらさ、形状精度共に10nm から1nm オーダの加工精度が必要とされているが、現在のところこれらの加工には超精密工作機械と単結晶ダイヤモンド工具を用いる超精密切削加工が最も有効であり、実際この方法によって表面あらさ10nm、形状精度100nm オーダの加工精度が実現されている¹⁾。このような高精度な切削加工に対し工具側から見た問題には、チップングと呼ばれる刃先の微小な突発ぜい性損傷とすり減りにあたる微小摩耗の2つがあげられ、いずれもその機構についてはほとんど解明されておらず、ダイヤモンド工具は全く経験に頼って製作されているのが現状である。

チップングは微小な機械的破壊であるから、耐チップング性を高めるには、材料であるダイヤモンド自身の強度特性を知ること、破壊を生じる応力を小さくするための工具設計という2方向からのアプローチがある。ここでは前者について著者らの研究室で行った最近の研究について簡単に述べる。

2. ダイヤモンドの微小破壊強度の測定

ダイヤモンドは高い強度と耐摩耗性を持ち精

*井川直哉 (Naoya IKAWA), 大阪大学, 工学部, 精密工学科, 教授, 工博, 精密加工

**島田尚一 (Shoichi SHIMADA), 大阪大学, 工学部, 精密工学科, 助手, 工修, 精密加工

密切削工具として最適であることは経験的にもよく知られているが、その機械的強度に関するデータは十分ではない。特に、ぜい性材料に特有の、強度値が破壊の規模に依存する寸法効果が著しく、切削工具のチップングを議論する場合に適用できるような微小破壊強度は全く得られていない。

球形の圧子をぜい性材料の表面に押しつけてゆくと、試料表面の接触円外側に引張応力を生じ、ついに図1に示すようなリングクラック

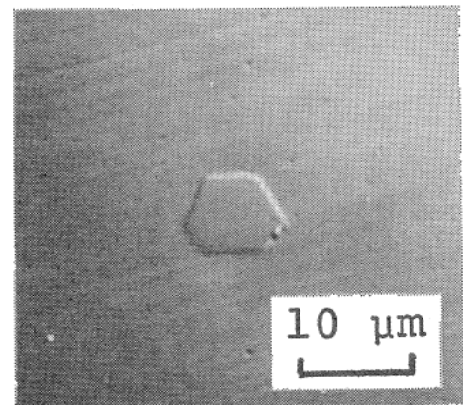


図1 ダイヤモンド研磨面のリングクラック例

が発生する。この時の荷重より破壊強度を求める方法を Hertz 強度試験と称するが、従来はクラックの発生を光学顕微鏡を用いて目視により検知していたため、圧子が小さくなると破壊荷重を正確に知ることは極めて難しい。著者らは図2に示すように、圧電素子上に載せた試料ダイヤモンドを圧子に押しつけてゆき、破壊発生時に弾性歪エネルギーの解放によって生じるアコースティック・エミッション (AE, 微小な弾性波の放射) を検知することによって、ダイヤモンドのように塑性変形を起こしにくい材料では1μm オーダの極めて小さい破壊まで正確に破壊荷重を測定できる方法を考案した²⁾。

図3は荷重測定チャートの一例を示す。マー

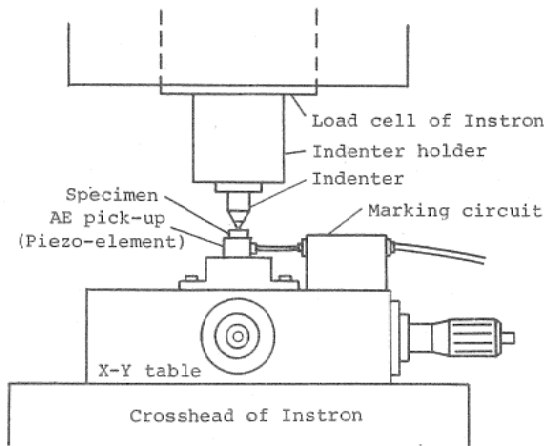


図2 AEを利用した Hertz 強度試験法

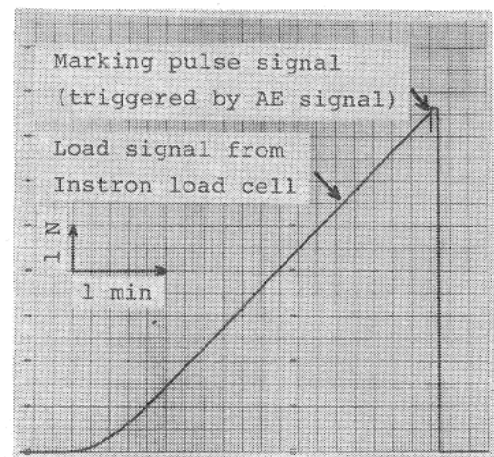
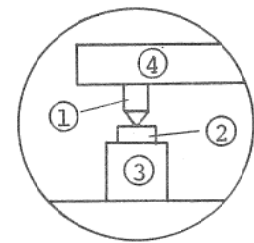
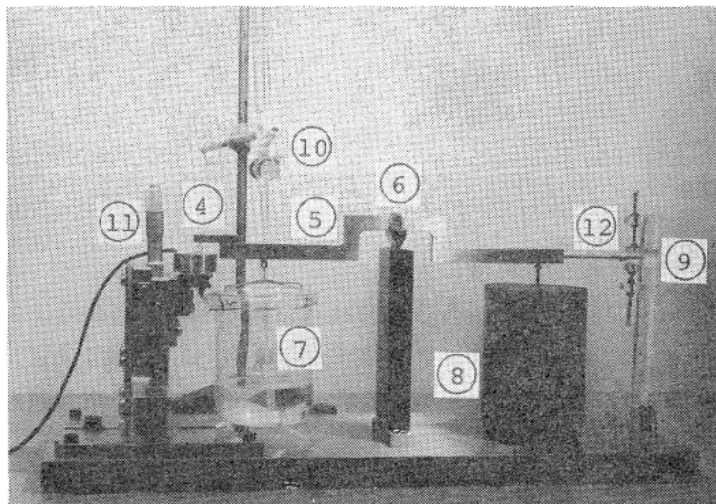


図3 破壊荷重測定チャートの一例



Close-up of indenter and specimen

- (1) Indenter, (2) Specimen, (3) Piezo-element, (4) Holder, (5) Balance arm, (6) Knife edge, (7) Water vessel, (8) Oil dumper, (9) Stopper, (10) Burer, (11) Adjustable table, (12) Counter balance.

図4 天秤式微小破壊強度測定装置

キングパルスは破壊時のAE信号を処理して発生させ、ロードセルよりの荷重信号に重ね合わせて記録する。また先端半径 $10\mu\text{m}$ 程度以下の圧子ではAE信号レベルと機械的、電気的ノイズレベルが同程度になるため、図4に示すような天秤を利用し少しずつ水を注いで荷重を増加させる測定法を用いた。

3. ダイヤモンドの微小破壊強度

先端が半径 $5\mu\text{m}$ から $500\mu\text{m}$ の球形であるダイヤモンド圧子を用いて切削工具に利用されるダイヤモンドについて研磨面の微小破壊強度特性を求めた結果を図5に示す。なお、ここでは強度を表わす値(強度特性値)として破壊時

に圧子と試料の接触円周上で作用している最大引張応力 σ_a を採用している。強度特性値は圧子半径が小さくなるに従って高くなり顕著な寸法効果を示し、圧子半径 $14\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$ 付近では特異な変化が見られる。一般にぜい性材料の破壊は材料内に存在する不均一な欠陥が応力集中源となって起こり、強度はその内の最も弱いもので決定されるが、強度が低く分布密度も低い欠陥と逆に強度、密度共に高い欠陥の2種が混在していると仮定すると、大きな圧子では破壊に有効な引張応力にさらされる範囲が広いいため強度特性値は弱い欠陥で決まり、小さな圧子では弱い欠陥が破壊に関与する確率が極めて小さくなり、強度、密度共に高い欠陥で強度特性

値が決定され、図5に示すような特異な寸法効果を示すと考えられる。粗いダイヤモンドで研磨した試料面について測定を行うと、半径50 μm 以上の大径圧子では明らかに強度特性値が低下するが、14 μm 以下の小径圧子では低下が見られず、前述した強度、密度共に低い欠陥は研磨時に表面に入ったマイクロクラックの類であると推定される。また、小径圧子では強度特性値は試料の表面状態に全く関係せず、図6に示すように、個々の試料について異なった値を示し、原石そのものの個体差が現われる。従って、このような微小破壊においては、強度、密度共に高く個々の原石に固有のミクロな内在欠陥によって破壊強度が決定されると考えられる。

4. 微小破壊を引き起こす内在欠陥

天然ダイヤモンドは光学的、電気的な性質の違いによって、Ia, Ib, IIa, IIb の4つの

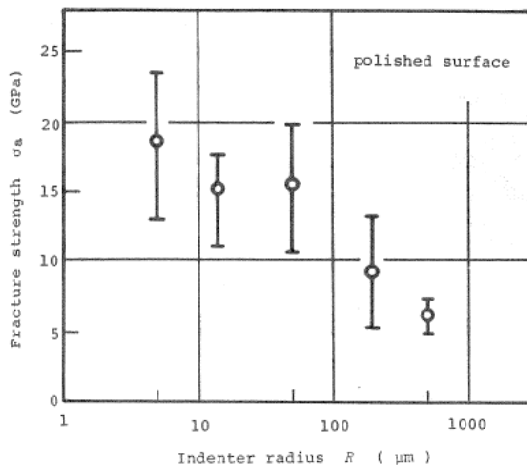


図5 ダイヤモンド研磨面の微小破壊強度特性

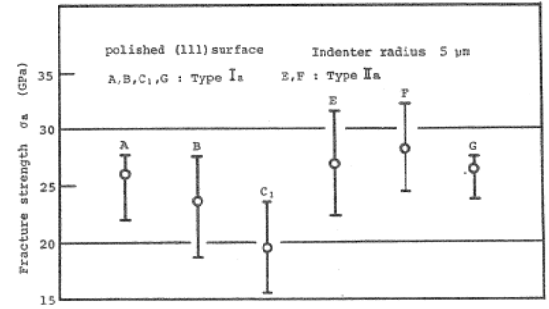


図6 ダイヤモンドの微小破壊強度 (圧子半径 5 μm)

型に分類され、I型には不純物として窒素がかなり含まれている(0.2%程度以下)。種々の試料についての半径5 μm の圧子による強度特性値(以下微小強度と呼ぶ)を測定すると、窒素がほとんど含まれていないと思われるIIa型ダイヤモンドが高い値を示すこと、また微小強度測定時の破壊応力にさらされる範囲と破壊応力値から推定される。応力集中源となる欠陥の大きさは少なくとも10nmオーダーであり、この程度の大きさを持つ欠陥に参与する多量の不純物があるとすれば窒素であることから、X線マイクロアナライザにより各試料中に含まれる窒素量の測定を行った。その結果、窒素量と微小強度に直接の相関は見られなかったが、窒素量の少ないものは比較的高い強度を示した。不純物による結晶構造の変化は赤外吸収スペクトルに表われ、ダイヤモンドでは波長7.3, 7.8, 8.5 μm 付近の吸収が代表的である(図7)。これらのピークの吸収係数と微小強度を比較した結果、図5に示すように、波長7.3 μm の吸収係数と微小強度の間には明らかな相関が認められ

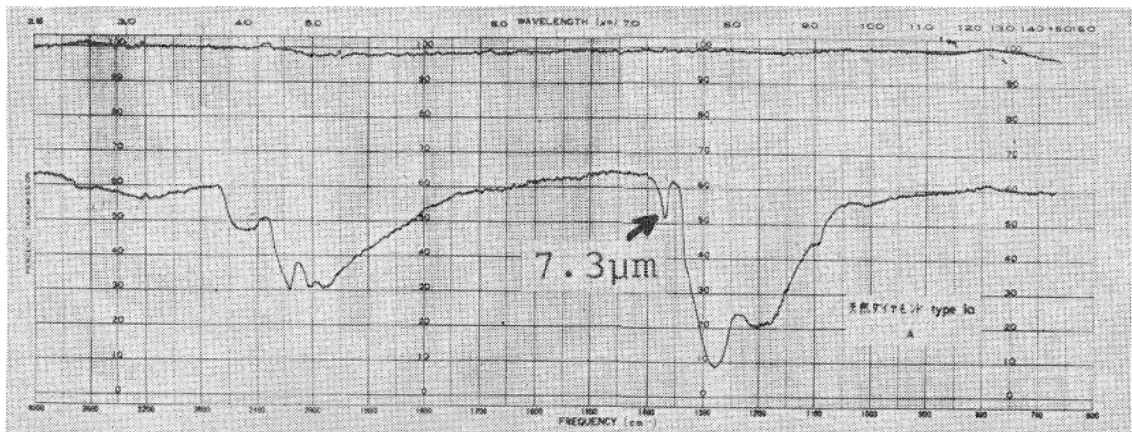


図7 ダイヤモンドの赤外吸収スペクトル (Ia型)

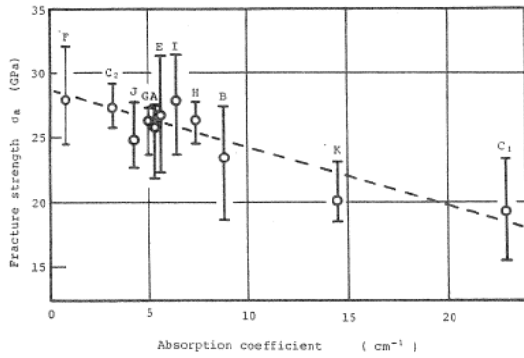


図8 ダイヤモンドの微小強度と $7.3\mu\text{m}$ 赤外吸収係数
(A~Kは試料記号, 圧子半径 $5\mu\text{m}$)

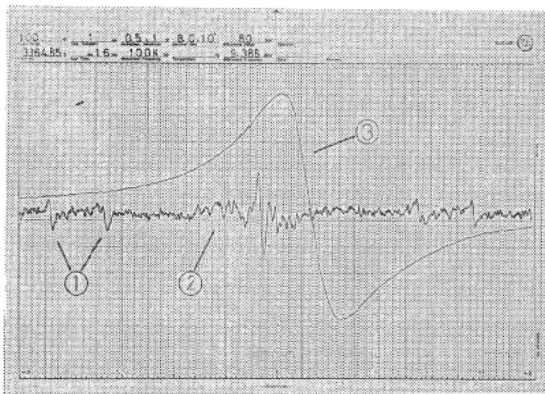


図9 ダイヤモンドの典型的な電子スピン共鳴

た³⁾。この吸収はX線スパイク反射強度との相関から (100) 面上に直径 $20\sim 200\text{nm}$ 、厚さ数原子層の円板状に折出している platelet と呼ばれる欠陥の総面積に比例するといわれており⁴⁾、応力集中源となり得る欠陥であると考えられる。この platelet の構造を知るために、IV 属の炭素結晶であるダイヤモンド中で V 属の窒素が炭素と結合すると生じる不対電子を検出するため電子スピン共鳴と測定した結果、図9に示すような、一般的にダイヤモンドに見られる3種の共鳴のうち、メインライン付近に現われる複雑な微細構造を持つ②の共鳴の相対強度と微小強度の間には明らかな相関が見られた。この共鳴は ENDOR による詳細な解析によって、N3 center と呼ばれる、3個の窒素が (111) 面に集った欠陥によるものであることが

明らかになっている⁵⁾。これらのことから、ダイヤモンドの微小破壊は原石に内在する platelet と呼ばれる内在欠陥による応力集中の結果起こり、強度値は platelet の寸法、密度によって決定されると考えられる。また、platelet は結晶成長時にダイヤモンド中に取り込まれた不純物窒素が地中で様々の熱履歴を受ける間に N3 center を形成し、さらにそれらが (100) 面に沿って折出したものでその寸法、密度は最初に取り込まれた窒素量と熱履歴によって決定され、赤外吸収スペクトル、電子スピン共鳴等によって強度の高い原石を選別できる可能性があると考えられる。

5. おわりに

以上のように世の中で最も硬いといわれるダイヤモンドにも微小な規模の破壊においては原石個々の強度差があることが明らかになった。さらに、赤外吸収スペクトル、電子スピン共鳴の測定、あるいは、より直接的には、準非破壊検査と言えらる微小球圧子による強度測定 (半径 $5\mu\text{m}$ の圧子ではリングクラック径 $2\sim 4\mu\text{m}$ 、クラック深さは $1\mu\text{m}$ 以下) を行えば原石の強度が推定できることが明らかになった。この方法は精密切削工具に限らず、ダイヤモンドダイス、スタイラス、ピックアップ、ナイフエッジ等ダイヤモンドを材料として利用する微細機構部分の設計、信頼性の評価に応用することができる。

参考文献

- 1) 小林 昭：精密機械，45，10 (1979) 1159.
- 2) 井川直哉，島田尚一：精密機械，48，2 (1982) 177.
- 3) 井川直哉，島田尚一，寺田啓治，伊達宗行，植村寿公：昭和56年度精機学会秋季大会学術講演会論文集，(1981) 461.
- 4) E. V. Sobolev, V. I. Lisoivan and S. V. Lenskaya : Sov. Phys. Dokl, 12, (1968) 665.
- 5) G. Davies, C. M. Welbourn and J. H. N. Loubser : Diamond Research 1978, (1978) 23.