

# 熱強化ガラスの強度と破壊に関する研究

2006年3月

徳永 仁夫

# 目 次

第1章 序論	1
1.1 緒言	1
1.2 従来の研究の概要	2
1.3 本論文の構成	4
第2章 金属薄膜を用いたき裂長さ測定法とその応用	6
2.1 緒言	6
2.2 測定原理	7
2.3 イオンスパッタリング法	8
2.4 イオンスパッタリング法による Au 薄膜の作成	9
2.5 測定回路	10
2.6 Au 薄膜の電気抵抗と切欠き長さの関係	11
2.6.1 Au 薄膜の電気抵抗と切欠き長さの測定	11
2.6.2 Au 薄膜の電気抵抗と切欠き長さの関係式	12
2.7 CSF 法を用いたき裂進展試験およびき裂長さ測定	16
2.7.1 CSF 法	16
2.7.2 試験片	17
2.7.3 イオンスパッタリング法による Au 薄膜の作成	18
2.7.4 き裂進展試験および Au 薄膜の電気抵抗測定	19
2.7.5 Au 薄膜を用いたき裂長さ測定方法	19
2.8 DT 法を用いたき裂進展試験とき裂長さ測定法	21
2.8.1 DT 法	21
2.8.2 試験片	24
2.8.3 予き裂の導入	25
2.8.4 Au 薄膜の作成およびグリッド加工	26

2・8・5	KrF エキシマレーザ	27
2・8・6	き裂進展試験および Au 薄膜の抵抗の測定	29
2・9	実験結果および考察	31
2・9・1	CSF 法を用いたき裂進展試験におけるき裂長さ測定結果	31
2・9・2	DT 法を用いたき裂進展試験におけるき裂長さ測定結果	35
2・10	結言	38
第 3 章	熱強化ガラスのき裂進展特性評価	41
3・1	緒言	41
3・2	破壊力学的背景	42
3・2・1	応力腐食割れ機構と Slow or Subcritical Crack Growth	42
3・2・2	き裂進展則とき裂進展パラメータ	43
3・2・3	疲労パラメータを用いた静疲労寿命予測	45
3・3	CSF 法を用いたき裂進展試験	45
3・3・1	試験片	45
3・3・2	表面圧縮残留応力の測定	46
3・3・3	Au 薄膜の作成	46
3・3・4	き裂進展試験	47
3・3・5	き裂長さ測定方法	48
3・3・6	半楕円状表面き裂の応力拡大係数	49
3・3・7	き裂進展速度の算出	51
3・4	押し込み誘起微小き裂進展試験	53
3・4・1	IF 法とき裂近傍の残留応力	53
3・4・2	押し込み誘起微小き裂の成長現象	54
3・4・3	試験片	55
3・4・4	押し込み誘起微小き裂進展試験	56
3・4・5	残留応力拡大係数	56

3・5	実験結果および考察	57
3・5・1	CSF 法を用いたき裂進展試験結果	57
3・5・2	IF 法を用いたき裂進展試験結果	62
3・5・3	CSF 法を用いたき裂進展試験と IF 法を用いたき裂進展試験の比較	66
3・5・4	き裂進展特性評価に基づく静疲労寿命予測	70
3・6	結言	71
第4章	熱強化ガラスの静疲労および動疲労特性	73
4・1	緒言	73
4・2	熱強化ガラスの疲労	74
4・2・1	静疲労および動疲労現象	74
4・2・2	静疲労試験とき裂進展パラメータ $n$ 値	74
4・2・3	動疲労試験とき裂進展パラメータ $n$ 値	75
4・2・4	等価時間の概念	76
4・3	実験方法	77
4・3・1	試験片および負荷条件	77
4・3・2	予き裂の導入	77
4・3・3	熱処理	79
4・3・4	疲労試験	79
4・4	実験結果および考察	80
4・4・1	静疲労試験結果	81
4・4・2	静疲労寿命予測値と実験値の比較	82
4・4・3	動疲労試験結果	84
4・4・4	き裂進展パラメータ $n$ 値の比較	88
4・5	結言	90

第 5 章	熱強化ガラスの拡張個別要素法による衝撃破壊解析	92
5・1	緒言	92
5・2	拡張個別要素法	93
5・3	力学モデル	93
5・4	ばね定数の決定法	95
5・5	運動方程式	96
5・6	数値積分法	96
5・7	拡張個別要素法を用いた熱強化ガラスモデルの作成	97
5・7・1	解析モデル	97
5・7・2	熱強化ガラスモデル	98
5・8	数値計算例	100
5・9	熱強化ガラスモデルの衝撃破壊解析	103
5・9・1	解析モデル	103
5・10	数値計算例	104
5・11	熱強化ガラスモデルを用いたき裂伝ば速度解析	107
5・12	数値計算例	108
5・13	結言	111
第 6 章	総括	113

## 主要記号表

$K_I$	: 応力拡大係数
$V$	: き裂進展速度
$R$	: Au 薄膜の電気抵抗
$R_0$	: Au 薄膜の初期電気抵抗
$l$	: Au 薄膜の長さ
$W_g$	: Au 薄膜の幅
$x$	: Au 薄膜上の切欠き長さ
$a_g$	: Au 薄膜上のき裂長さ
$c$	: 半楕円状き裂表面長さの半長
$a_d$	: 半楕円状き裂深さ
$a$	: き裂長さ
$E$	: ヤング率
$\rho$	: 密度
$\alpha, \beta, \gamma$	: Au 薄膜の校正のための係数
$L_1$	: 四点曲げ上部スパン
$L_2$	: 四点曲げ下部スパン
$\phi_1$	: 小川の式の修正係数
$\phi_2$	: Evans の式の修正係数
$P$	: 荷重
$W$	: Double Torsion 試験片の幅
$d$	: Double Torsion 試験片の厚さ
$d_n$	: Double Torsion 試験片の正味厚さ
$\nu$	: ポアソン比
$\beta_{DT}$	: Double Torsion 試験片の形状によって決まる定数
$W_m$	: Double Torsion 試験片の支点間距離
$a_1, a_2$	: Double Torsion 試験片の両端面からのき裂長さ
$\Delta a$	: Double Torsion 試験片の上下面のき裂進展距離の差
$b$	: $\Delta a$ の垂直方向き裂厚さ
$V_n$	: 公称き裂進展速度
$n$	: き裂進展パラメータ $n$ 値
$A$	: 疲労パラメータ
$t$	: 負荷時間

$b_{CSF}$	: CSF 法に用いる曲げ試験片の幅
$h$	: CSF 法に用いる曲げ試験片の高さ
$V_0$	: 電源電圧
$R_V$	: 可変抵抗器の抵抗
$\varphi$	: 離心角
$E(k)$	: 第 2 種完全楕円積分
$M_f(\varphi, a_d/c)$	: 無限体中の半楕円状表面き裂の修正係数
$a_d, c$	: 半楕円状き裂の短軸, 長軸長さ
$t_b$	: CSF 法における試験片の板厚
$K_{IC}$	: 破壊靱性値
$V_c$	: 応力拡大係数が破壊靱性値に達したときのき裂進展速度
$K_{res}$	: 残留応力拡大係数
$\chi$	: ビッカース圧子の形状や材料特性に依存する係数
$P_i$	: ビッカース圧子押し込み荷重
$K_{app}$	: 見かけ上の応力拡大係数
$Y$	: 応力拡大係数の形状係数
$\alpha_i$	: 材料, 環境および押し込み荷重に依存する定数
$K_{th}$	: 応力拡大係数の下限界値
$\sigma_{\mathcal{X}}$	: 臨界破壊応力
$\sigma_a$	: 負荷応力
$t_f$	: 破断時間
$A_s$	: 静疲労試験における材料や環境に依存する定数
$\dot{\sigma}$	: 応力速度
$\sigma_f$	: 破壊応力
$B_d, B'_d, B''_d$	: 動疲労試験における材料や環境に依存する定数
$t_{eq}$	: 等価時間
$m_i$	: 要素質量
$I_i$	: 要素の慣性モーメント
$F_i$	: 要素に働く合力
$M_i$	: 要素に働く合モーメント
$C_b, D_i$	: 減衰定数

$\phi$	: 要素回転変位
$u$	: 要素変位ベクトル
$i, j$	: 要素番号
$c_e$	: 粘着力
$\Phi_c$	: 摩擦角
$\alpha_e$	: 間隙ばね設定基準
$\beta_e$	: 間隙ばね破壊基準
$e$	: 間隙比
$s_n, s_s$	: ばね定数の現実あわせ係数
$h_{en}, h_{es}$	: ダッシュポット粘性定数
$h_{pn}, h_{ps}$	
$L_{ij}$	: 要素間距離
$r_i, r_j$	: 要素半径
$\delta L_{ij}$	: 間隙ばねの伸び量
$r$	: 初期要素半径
$z_i$	: 要素 $i$ の $z$ 座標
$z_{upper}$	: 熱強化ガラスモデルにおける最上面要素の $z$ 座標
$C$	: 要素半径調節のための係数
$M_a, M_b$	: 熱強化ガラスモデル番号
$M_c, M_d$	
$R_A$	: 支持反力

# 第1章 序 論

## 1.1 緒言

ガラスは圧縮に対しては強いが、引張りに対しては弱く、加えてその表面に微小な傷が存在する確率は高いため、引張荷重が加えられた場合、この傷が起点となって弾性限度よりもかなり低い応力であっても破壊が生じる。熱強化ガラスはこの欠点を補うために軟化点付近まで加熱したガラスを急速に冷却することにより表面に圧縮残留応力を生じさせたもので、内部には表面圧縮残留応力とバランスする引張残留応力が存在し、それらが放物線状に分布している。この残留応力の働きにより、通常のガラスと比較して3倍程度の強度を有すること、破壊が生じても細かな破片にばらばらになり、鋭い破面ができにくいことなどから安全ガラスとして車両、船用窓ガラス、建築用ガラスなどに広く使用されている。このように機械や構造物の一部として利用されている熱強化ガラスの破壊には、微小なき裂が長時間の使用の下で進展し破壊に至るいわゆる疲労破壊や外部からの衝撃による衝撃破壊が多く見られる。一般にガラスを含むセラミックス材料の疲労現象は水分存在下における応力腐食割れに起因する時間依存型の現象であり、このゆっくりとしたき裂の成長を SCG(Slow or Subcritical Crack Growth)と呼ぶ。熱強化ガラスの強度設計においても、この SCG による材料強度の劣化を考慮し、その疲労特性を把握しておくことが必要である。この疲労特性を規定するものがき裂進展挙動、すなわちき裂進展速度  $V$  と応力拡大係数  $K_I$  との関係 ( $K_I-V$  特性) であり、これが材料の疲労現象解明のための基礎的データとなる。特に、放物線状に残留応力が分布する熱強化ガラスにおいては、表面に存在する傷が長時間の使用の下で成長すると圧縮残留応力の効果は小さくなり強度は低下し、さらに傷が引張応力層に達すると、突然の破壊を引き起こすことが考えられるため、熱強化ガラスの残留応力が表面の傷(き裂)の進展および材料の強度、疲労特性に及ぼす影響を解明することは強度設計においてきわめて重要である。

以上のような観点から、本論文では、まず熱強化ガラスにおけるき裂の進展(SCG)に

着目し、き裂進展挙動の解明を行った。具体的には、まず熱強化ガラスをはじめとするセラミックスのき裂進展挙動の解明において重要な基礎技術となるき裂長さ測定法を提案した。この測定法は試験片表面に作成した Au 薄膜のき裂進展にともなう電気抵抗の変化からき裂長さを求めるものである。本測定法をセラミックスの破壊力学試験法として広く用いられている CSF 法 (Controlled Surface Flaw Method), DT 法 (Double Torsion Method) に適用し、セラミックスのき裂進展評価に用いることの有効性を検討した。次に材料として熱強化ガラスおよび通常のフロートガラスを用いて CSF 法, IF 法 (Indentation Fracture Method) によるき裂進展試験を行い、き裂進展特性への残留応力の影響を検討した。また、き裂進展特性と疲労寿命との関連を調査するために動疲労および静疲労試験を行った。さらに熱強化ガラスの残留応力が衝撃破壊やき裂伝ばに及ぼす影響を検討するため、拡張個別要素法という計算力学的手法を用いて内部に放物線状の残留応力分布が存在する熱強化ガラスモデルを提案した。また提案したモデルを用いて衝撃破壊特性への残留応力の影響を解析的な立場から検討した。

以上のように本論文では実験的、解析的手法によって熱強化ガラスのき裂進展挙動、疲労特性、衝撃破壊挙動を調査し、強度と破壊に及ぼす残留応力の影響を明らかにし、強度設計や疲労寿命予測に必要な知見を得ることを目的としている。

## 1.2 従来の研究の概要

熱強化ガラス内部に存在する残留応力に関する研究として、土肥ら<sup>(1)</sup>は曲率法を用いて熱強化ガラスにおける放物線状に分布する残留応力とその量を定量的に測定し、これらが試料の板厚、加熱温度および冷却速度により変化することを報告している。また、高津ら<sup>(2)</sup>, Bartenev<sup>(3)</sup>, Kalman<sup>(4)</sup>らは数値計算を用いてこの残留応力に関する研究を行っている。熱強化ガラス中を進展するき裂伝ば現象に関してもいくつかの研究が行われている。荒谷ら<sup>(5)</sup>は表面圧縮残留応力が小さくなるとき裂進展速度も小さくなる傾向があると述べており、高津ら<sup>(6)</sup>は破碎試験によって熱強化ガラスの破碎パターンに関する

研究を行い、熱強化ガラス表面の圧縮残留応力がき裂の生成および進展に影響を及ぼすと述べている。このように熱強化ガラス中のき裂の進展現象及び破壊に関する研究がなされているが、それらの多くは衝撃による熱強化ガラスの破壊現象を検討したものであり、応力腐食割れに起因する疲労に関する研究はほとんど行われていない。一方でガラス材料の腐食環境下でのき裂進展特性に関する研究は古くから行われている<sup>(7)-(9)</sup>。これらの多くはDT法（Double Torsion Method）やCT法（Compact Tension Method）あるいはDCB法（Double Cantilever Beam Method）など比較的長いき裂を有する試験片を用いて行われている。また、ガラスなどセラミックスはその表面に存在する微小欠陥が破壊の起点となることが多いことから、ビッカース圧子押し込みにより発生したき裂を利用した、いわゆるCSF法（Controlled Surface Flaw Method）を用いたき裂進展特性に関する研究も行われている<sup>(9),(10)</sup>。熱強化ガラスに関して、このような腐食環境下でのき裂進展に関する研究がほとんど無いことの原因の一つとしてセラミックスのき裂長さ測定法が非常に難しいことが挙げられる。すなわち、金属材料に関しては、光学的手法による直接測定や間接測定法として除荷弾性コンプライアンス法<sup>(11)</sup>やクラックゲージ法<sup>(12),(13)</sup>、電位差法<sup>(12),(14),(15)</sup>といった電気的手法などいくつかのき裂長さ測定法が提案されている。しかしながら、ガラスをはじめとするセラミックスは（1）き裂が安定成長する領域が狭い、（2）き裂開口変位が極めて小さい、（3）ほとんど塑性変形を生じない、といった理由から、上記のようなき裂長さ測定法の適用はほとんど困難である。そのためセラミックスのき裂長さの測定は光学顕微鏡による直接測定が一般的であるが、この手法では、進展速度の速いき裂の測定および連続的なき裂長さの測定や記録が難しく、小川ら<sup>(16),(17)</sup>はき裂進展挙動の連続的な測定、評価を行うため導電膜を利用した表面フィルム法を開発し、き裂進展を間接的に測定している。しかしながら、小川らの手法においては使用する導電膜の形状、初期抵抗、測定可能なき裂長さの範囲等に制限があり、特に短いき裂の長さの測定には不向きである。

以上に述べたように、熱強化ガラスの残留応力や熱強化ガラス中を進展するき裂や破壊に関する個々の研究は行われているが、残留応力とき裂の進展挙動との関連について詳細に調べたものは未だ見当たらず、特に疲労特性とき裂進展挙動に関しては明らかに

されていない。

### 1.3 本論文の構成

本論文は、6章から構成されており、各章における内容概要は以下のとおりである。

第1章では、序論として本研究の背景および従来の研究について述べるとともに、本研究の目的と概要について述べる。

第2章では、熱強化ガラスのき裂進展特性を調べるために開発した金属薄膜を用いたき裂長さ測定法について説明する。まず、この測定方法の測定原理を説明する。つぎに、この測定法をCSF法およびDT法に応用し、き裂長さやき裂進展特性を求めることで、この測定法の測定精度、有効性について検討した結果を説明する。

第3章では、熱強化ガラスのき裂進展特性評価を行う。熱強化ガラスおよびフロートガラスに対してき裂進展試験を行い、第2章で説明した金属薄膜を用いたき裂長さ測定法を用いてき裂進展速度を測定した。得られた結果より疲労現象解明のための基礎データとなる応力拡大係数と $K_I$ とき裂進展速度 $V$ の関係を求め、フロートガラスと比較することにより熱強化ガラスのき裂進展特性への残留応力の影響を検討した。また、CSF法で圧子を押し込んだ際、材料に発生する微小き裂の除荷後の成長より $K_I$ - $V$ 関係を求めるという簡便的な手法も併用し得られた結果の妥当性を確認する。

第4章では、第3章で求めた熱強化ガラスのき裂進展特性の材料の疲労との関連を調査するために疲労試験を行い、その結果について説明する。疲労試験として静疲労試験及び動疲労試験を行い、熱強化ガラスに存在する残留応力が材料の疲労に及ぼす影響を検討した。

第5章では、解析的手法である拡張個別要素法を用いて、実験による解明が困難である熱強化ガラスの残留応力分布、衝撃破壊挙動に及ぼす残留応力の影響および材料内部を進展するき裂進展挙動について検討し、その結果を説明する。

第6章では、結論として、本研究で得られた主要な結果を総括した。

## 参考文献

- (1) 土肥修, 鶴飼隆好, 石丸裕, 日本機械学会論文集(A編), 75 - 647(1972), 1667 - 1669
- (2) 高津学, 渡辺芳夫, 窯業協会誌, 80 - 6(1972), 246-250
- (3) R. Gardon, Bruxellers, Paper 79 - 8 (1965)
- (4) P. G. Kalman, Silicates Ind. 24 - 409 (1959)
- (5) 荒谷眞一, 山内豊, 高橋清, 日本セラミックス協会学術論文誌, 105 - 1225(1997), 789 - 794
- (6) 高津学, 荒谷眞一, 日比野浩, 三嶋康玄, 材料, 33 - 375(1984), 1540 - 1544
- (7) 例えば, S.M.Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc., 50(1967), 407 - 414
- (8) A. G. Evans, S. M. Wiederhorn, Int. J. Fract., 10(1974), 379-392
- (9) 依田満夫, 日本セラミックス協会学術論文誌, 97 - 9(1989), 960 - 964
- (10) 木村雄二, 山本茂夫, 関谷道雄, 国尾武, 材料, 36 - 401(1986), 160 - 165
- (11) 菊川真, 城野正弘, 田中健一, 高谷勝, 材料, 25-276 (1976), 899-903
- (12) 国尾武, 中沢一, 林郁彦, 岡林弘之, “破壊力学実験法”, (1984), 朝倉書店
- (13) 鄧鋼, 井上克巳, 高津宣夫, 加藤正名, 日本機械学会論文集(C編), 57-535(1991), 909-913
- (14) 芦田吏史, 石原照久, 藤原祐彦, 飛田仁, 関西造船協会誌, 225 (1996), 181-185
- (15) 中村善一, 赤木秀成, 北村靖彦, 大路清嗣, 日本機械学会論文集(A編), 55-511(1989), 543-548
- (16) T. Ogawa, S. Suresh, Engineering Fracture Mechanics, 39 - 4(1991), 629 - 640
- (17) 小川武, 材料, 40 - 458(1991), 1479-1489

## 第2章 金属薄膜を用いたき裂長さ測定法とその応用

### 2.1 緒言

機械・構造物の破壊において、微小なき裂が長時間の使用の下で進展し破壊に至るいわゆる疲労現象が多く見られる。このようなき裂進展特性を解明するために、き裂長さを正確かつ連続的に測定することは非常に重要な基礎技術であり、破壊力学に基づく疲労寿命予測においても不可欠である。金属材料のき裂長さ測定に関しては、光学顕微鏡などを用いた直接測定法や除荷弾性コンプライアンス法、電気的手法などいくつかの方法が提案されている。しかしながら、ガラスをはじめとしてセラミックスは(1)き裂が安定成長する領域が狭い、(2)き裂開口変位が極めて小さい、(3)ほとんど塑性変形を生じない、といった理由から、上記のようなき裂長さ測定法の適用は困難である。特に熱強化ガラスにおいては、内部に存在する残留応力の影響により通常のガラスとは異なるき裂進展挙動を示すと考えられ、その表面に存在するき裂長さを連続的かつ正確に測定することができる手法の確立が必要である。本章ではガラスやセラミックスに存在する微小き裂の長さを測定するために開発した金属薄膜を用いたき裂長さ測定法について説明する。この測定法の測定原理はクラックゲージ法と同様であるが、抵抗線ゲージと測定対象物の間のプラスチックフィルムをなくし、極めて薄い金属膜からなる電気抵抗を用いることにより微小き裂長さを高精度に連続測定できるように開発したものである。具体的には、まず金属薄膜を用いたき裂長さ測定法の測定方法を説明する。次に、セラミックスの破壊力学試験法として広く用いられているCSF法(Controlled Surface Flaw Method)によるき裂進展試験を行い、その際のき裂長さを測定し、本測定法の測定精度について述べる。さらに、本測定法をセラミックスのき裂進展特性評価に多用されているDT法(Double Torsion Method)に適用し、DT法に対して本測定法を用いることの有効性について検討する。

## 2.2 測定原理

金属薄膜によるき裂長さの測定法は、原理的にはクラックゲージ法と同様であり、試験片表面に作成した金属薄膜のき裂進展に伴う電気抵抗の変化から、き裂長さを求めるものであり、その概略を図 2.1 に示す。本測定法においては、き裂が進展すると予想される領域に矩形の金属薄膜を作成する。き裂の進展に伴いこの膜が部分的に切断されることにより膜の電気抵抗は上昇する。膜の電気抵抗値を測定し、電気抵抗値とき裂長さの関係式を用いて外挿法によりき裂長さを求めるものである。小川ら<sup>(1)(2)</sup>はこの原理を利用して、表面フィルム法としてコンパクト試験片あるいは片側切欠き試験片など比較的長い貫通き裂の長さを求める方法を提案している。本章では、この原理に基づきイオンスパッタリングにより作成した Au 薄膜のき裂進展に伴う電気抵抗の変化からき裂長さを求めた。

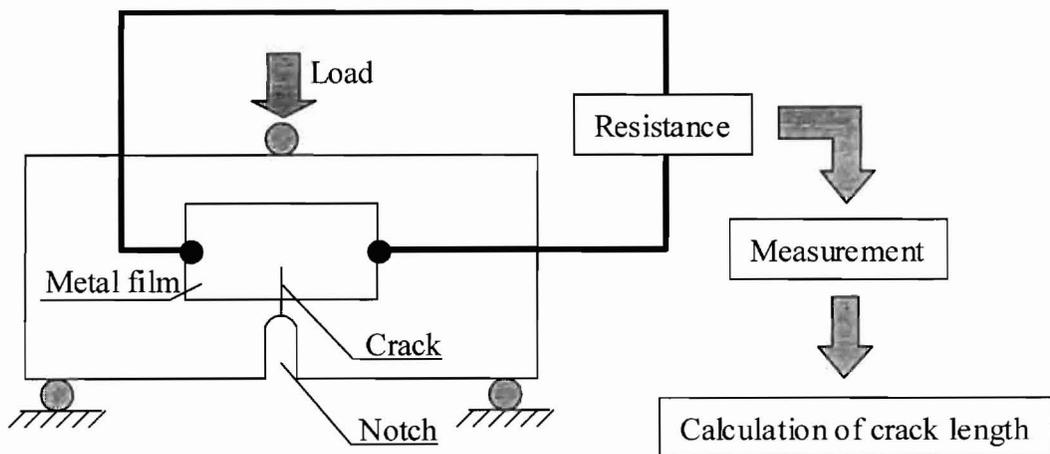


図2.1 金属薄膜を用いたき裂長さ測定法の概略

### 2.3 イオンスパッタリング法

イオンスパッタリング法は、物理的蒸着法の一つであり、図 2.2 に示すように、ターゲットと呼ばれる原料固体にイオンを衝突させ、ターゲットの表面の構成原子もしくは分子を放出させ、基板上に堆積させる手法である。ここでは、ターゲットの原料固体として Au を用いた。

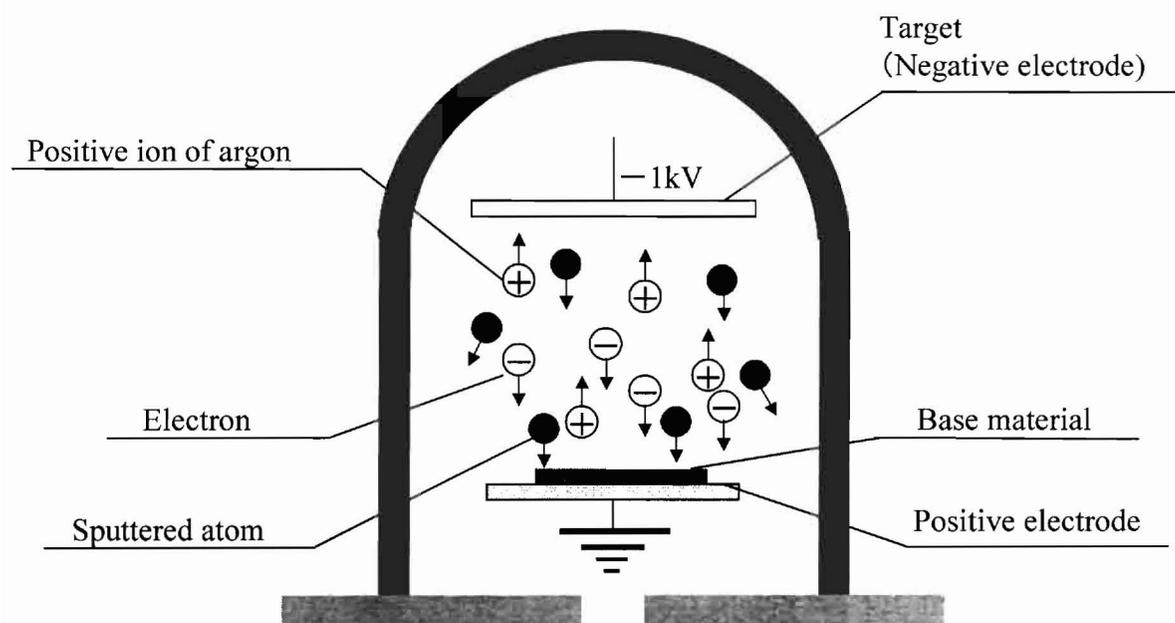


図 2.2 イオンスパッタリング法

## 2.4 イオンスパッタリング法による Au 薄膜の作成

Au 薄膜の作成手順を以下に示す.

- (1) 薄膜を作成する試験片の表面を中性洗剤およびアセトンで洗浄する.
- (2) 試験片の表面をビニールテープで覆い, Au 薄膜を作成する領域に矩形の窓を開ける.
- (3) 窓を開けた領域にイオンスパッタリング法により Au 薄膜を作成する. 本研究において作成する膜厚は 10nm 程度である.
- (4) 図 2.3 に示すように Au 薄膜を作成し銅板及び Ag ペーストを介し抵抗測定回路に接続する.

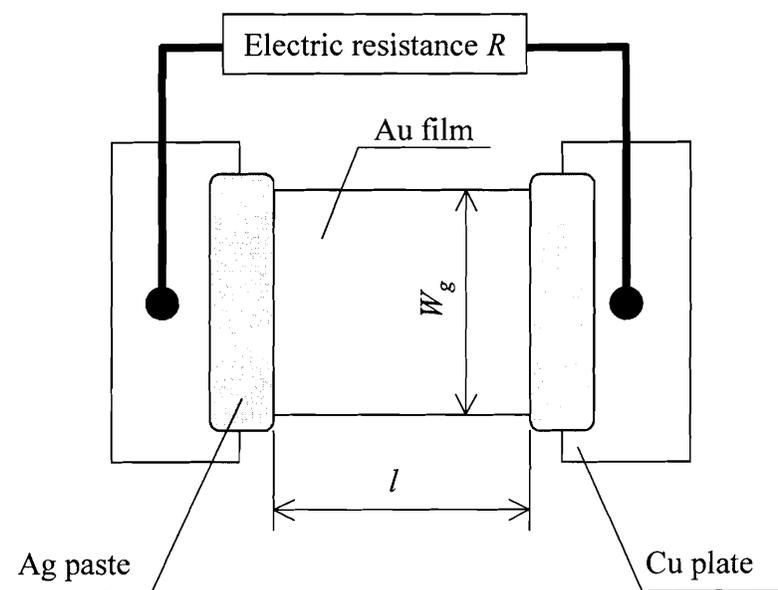


図 2.3 Au 薄膜の電気抵抗の測定

## 2.5 測定回路

本研究では、図 2.4 に示すような電源装置、可変抵抗器、電圧計からなる簡便な測定回路を用いる。Au 薄膜の抵抗は A/D 変換器及びパーソナルコンピュータによって電圧として測定、記録する。

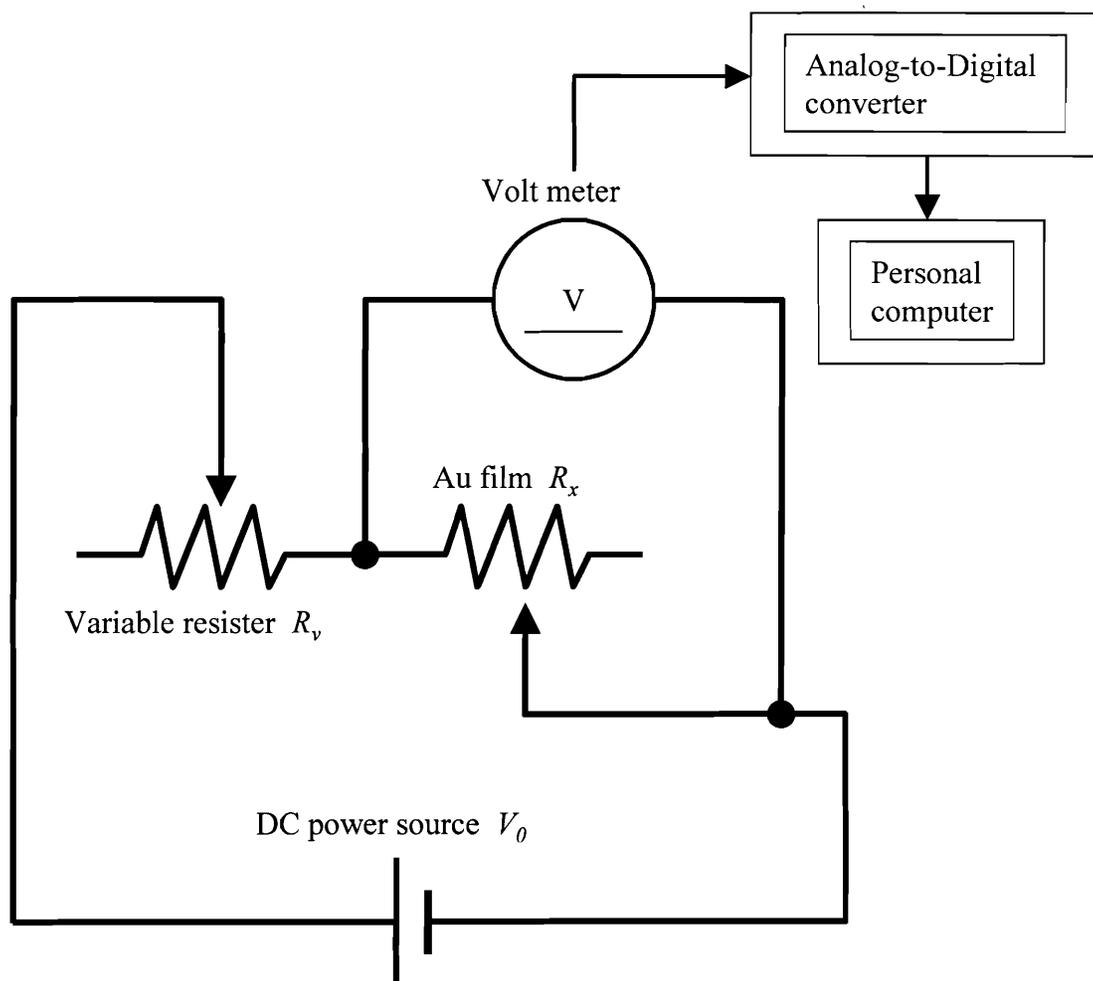


図 2.4 き裂長さ測定のための Au 薄膜の電気抵抗測定回路

## 2・6 Au 薄膜の電気抵抗と切欠き長さの関係

### 2・6・1 Au 薄膜の電気抵抗と切欠き長さの測定

本章で提案するき裂長さ測定法は，Au 薄膜の電気抵抗からき裂長さを求める間接測定法であり，電気抵抗とき裂長さの関係式が必要である．小川らによれば，矩形の金属膜の抵抗  $R$  と，膜上に存在するき裂長さ  $a_g$  の関係は次式で表される<sup>(1),(2)</sup>．

$$\frac{R}{R_0} = \frac{\phi}{(1 - a_g/W_g)} + (1 - \phi) \cdots \cdots \cdots (2. 1)$$

$$\phi = 1 - 0.4 \left( \frac{l}{W_g} \right) \cdots \cdots \cdots (2. 2)$$

ただし， $(0.2 < a_g/W_g < 0.8, 0 < l/W_g < 0.5)$

ここで， $\phi$  は修正係数， $R_0$  はき裂長さ  $a_g=0$  における初期抵抗， $l$ ， $W_g$  は薄膜の長さおよび幅である．

本章では，まず Au 薄膜の電気抵抗  $R$  と膜上に存在するき裂長さ  $a_g$  の関係を明らかにするために，図 2.5 に示す矩形（長さ  $l$ ，幅  $W_g$ ）の Au 薄膜に切欠きを入れ，その際の膜の抵抗  $R$  を測定回路を用いて，膜上の切欠き長さ  $x$  を光学顕微鏡を用いて測定し，その関係を調査した．Au 薄膜の厚さは 30nm で，長さとの幅の比  $l/W_g$  は小川の式の適用範囲内である 0.18 ( $W_g=9.03\text{mm}$ ， $l=1.63\text{mm}$ ) と 0.4 ( $W_g=7.93\text{mm}$ ， $l=3.17\text{mm}$ ) の 2 種類を用いた．切欠き導入前の Au 薄膜の初期抵抗  $R_0$  は数  $\Omega$  から数十  $\Omega$  程度である．

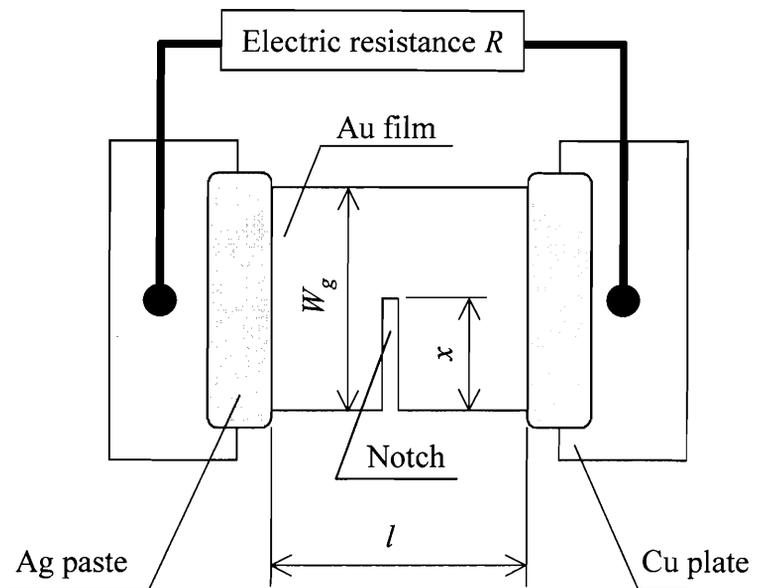


図 2.5 切欠きと Au 薄膜抵抗の関係

### 2・6・2 Au 薄膜抵抗と切欠き長さの関係式

厚さ 30nm, 長さとの比  $l/W_g$  は 0.18 ( $W_g=9.03\text{mm}$ ,  $l=1.63\text{mm}$ ) と 0.4 ( $W_g=7.93\text{mm}$ ,  $l=3.17\text{mm}$ ) の 2 種類の Au 薄膜について測定した膜の電気抵抗  $R$  と切欠き長さ  $x$  の測定結果を図 2.6(a), (b)に示す. 図 2.6 の横軸は切欠き長さ  $x$ , 縦軸は測定した Au 薄膜の抵抗  $R$  と初期抵抗  $R_0$  の比  $R/R_0$  を表している. 図 2.6 から膜の電気抵抗  $R$  は切欠き長さ  $x$  の増加に伴い徐々に増加する割合を高めながら上昇することと電気抵抗  $R$  と切欠き長さ  $x$  の関係は薄膜の初期形状によって異なることが確認された. 図 2.6 中に示す曲線は式 (2. 1) においてき裂長さ  $a_g$  を切欠き長さ  $x$  に置き換え求めた抵抗比  $R/R_0$  と  $x$  の

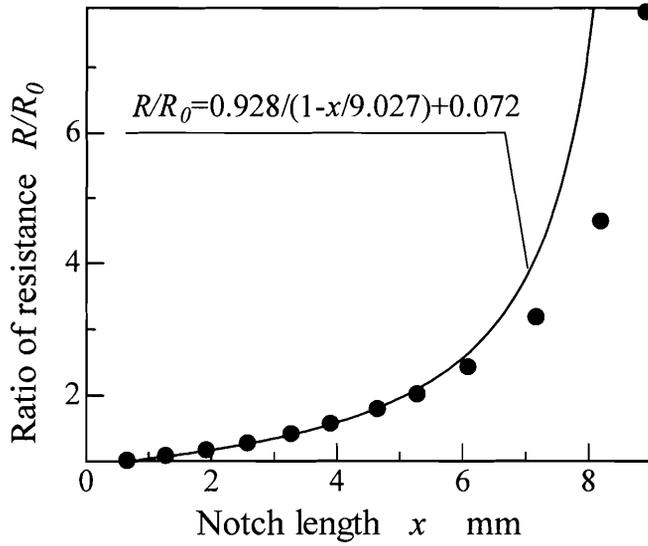
関係を示している。図 2.6 から分かるように測定結果と式 (2. 1) より求めた曲線の間には明らかな差が存在し、それらの差は測定薄膜ごとに異なる。Au 薄膜の寸法は小川の式の適用範囲内であることから、膜の寸法のほかに材質や厚さ及び初期抵抗  $R_0$  においても小川の式の適用条件があると思われる。

一方で、ガラス、セラミックス等の脆性材料において、予き裂が急速な破壊に至るまでのき裂の進展量は微小であり、き裂が安定成長できる領域は広くないことを考慮すれば、膜の抵抗とき裂長さの関係を膜幅の全域にわたって一律に表す必要はない。従って、図 2.6 に示した測定値に関して、切欠き長さ  $x$  と膜幅  $W_g$  の比  $x/W_g$  が 0 から 0.5 の範囲について、以下に示す 2 次関数を用いて最小二乗法による近似を行った。

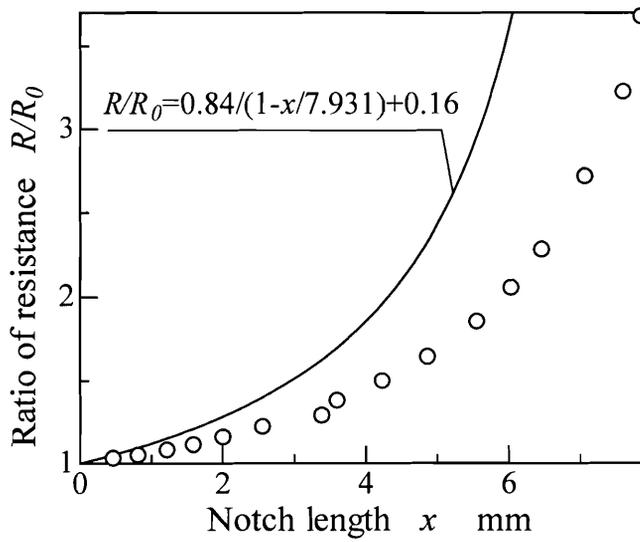
$$\frac{R}{R_0} = \alpha x^2 + \beta x + \gamma \cdots \cdots \cdots (2. 3)$$

ここで、 $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  は Au 薄膜ごとに定まる定数である。

図 2.6 に示した膜の抵抗の測定結果を用いて切欠き長さ比  $x/W_g$  が 0 から 0.5 の範囲において最小二乗法で式 (2. 3) の係数  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  を定め、それらの値を用いて求めた膜の電気抵抗  $R$  と切欠き長さ  $x$  の近似曲線を図 2.7 に示す。  $0 < x/W_g < 0.5$  の範囲においては測定値と近似曲線との一致が確認され、式 (2. 3) の相関係数は 99% 以上であり、抵抗比  $R/R_0$  と切欠き長さ  $x$  の関係を式 (2. 3) で表せることが分かった。



(a)  $l/W_g=0.18$



(b)  $l/W_g=0.4$

図 2.6 抵抗比と切欠き長さの関係

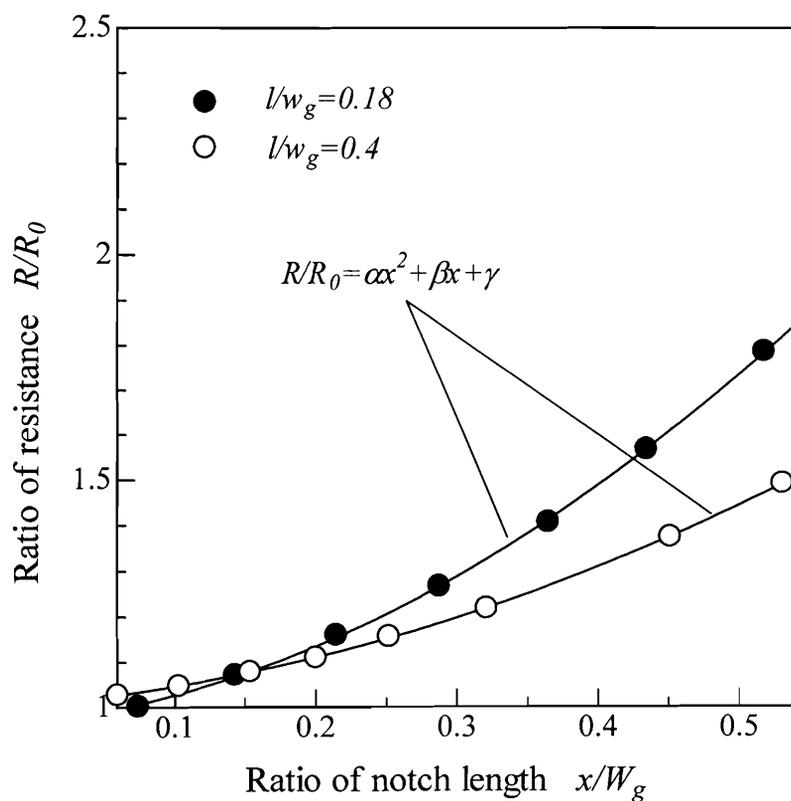


図 2.7 Au 薄膜の抵抗と切欠き長さの関係

## 2・7 CSF 法を用いたき裂進展試験およびき裂長さ測定

### 2・7・1 CSF 法 (Controlled Surface Flaw Method) <sup>(3)</sup>

ガラスをはじめ、セラミックスは製造中あるいは使用中にその表面に生じる微小欠陥が破壊の起点となることが多く、特に SCG (Slow or Subcritical Crack Growth)が生じる領域においては材料表面の微小欠陥が問題となる。CSF 法(Controlled Surface Flaw Method)はこのような微小欠陥を有する材料の破壊靱性値やき裂進展挙動に関する研究に用いられる。CSF 法は、ビッカース圧子やヌープ圧子を試験片に押しつける、いわゆる押し込み(Indentation) によって試験片表面にき裂を導入する方法である。このとき、圧子の押し込み荷重を調節することにより適当な大きさの半楕円状表面き裂を導入することができる。それらの試験片に対して三点、四点曲げ試験を行い、破断した試験片の破面観察をすることにより得られたき裂寸法と破壊強度から材料評価を行うものである。

CSF 法において発生する半楕円状表面き裂に対してき裂進展挙動の評価を行う場合は、その測定法が問題となる。すなわち、CSF 法におけるき裂は寸法が小さく安定成長量も小さいためき裂長さの正確な測定が難しく、特に進展速度の速い領域では測定が困難である。ここでは、その問題を解決するために Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を CSF 法に適用する。材料として通常のプロトガラスを用い、CSF 法によるき裂進展試験を行い、そのき裂長さを Au 薄膜を用いて測定し、その測定精度およびセラミックスのき裂長さ測定に用いることの有効性について検討する。

### 2.7.2 試験片

CSF 法によるき裂進展試験に用いる供試材は市販のフロートガラスであり，これを用いて図 2.8 に示すような幅 12mm，高さ 10mm，長さ 100mm の曲げ試験片を作成した．この試験片に図 2.8 に示すように上部スパン  $L_1$ ，下部スパン  $L_2$  の四点曲げ負荷を加える．試験片の引張側側面中央部にビッカースダイヤモンド圧子を 9.8～49N，30s 押し込むことにより，図 2.9 に示すように正方形の圧痕とその対角線上に伸びる長さ  $2c$  の垂直き裂が発生する．

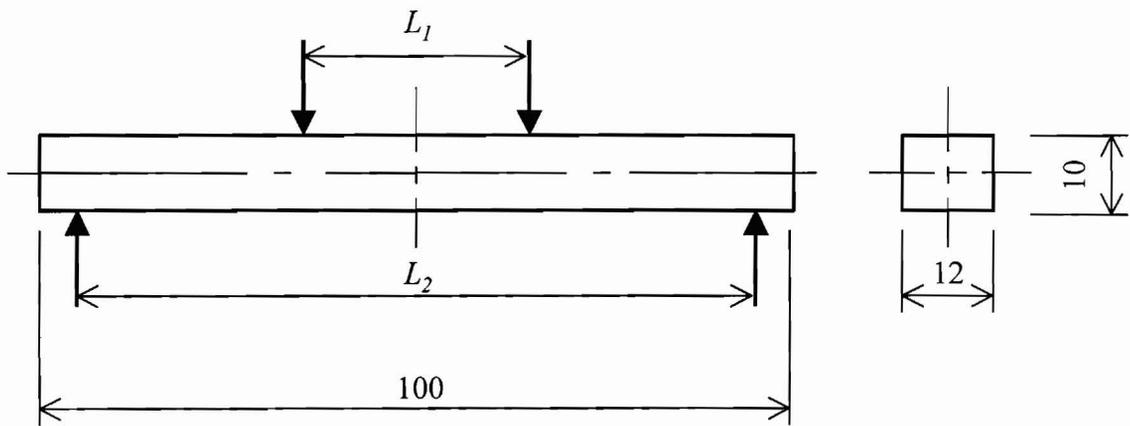


図 2.8 試験片形状および四点曲げ負荷条件 (mm)

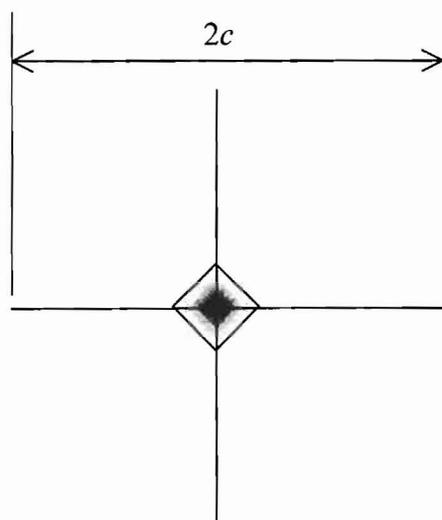


図 2.9 ビッカース圧子押し込みにより発生する圧痕およびき裂

### 2.7.3 イオンスパッタリング法による Au 薄膜の作成

予き裂導入後， 図 2.10 に示すように 2.4 節と同様の手順で Au 薄膜をイオンスパッタリング法により作成した。

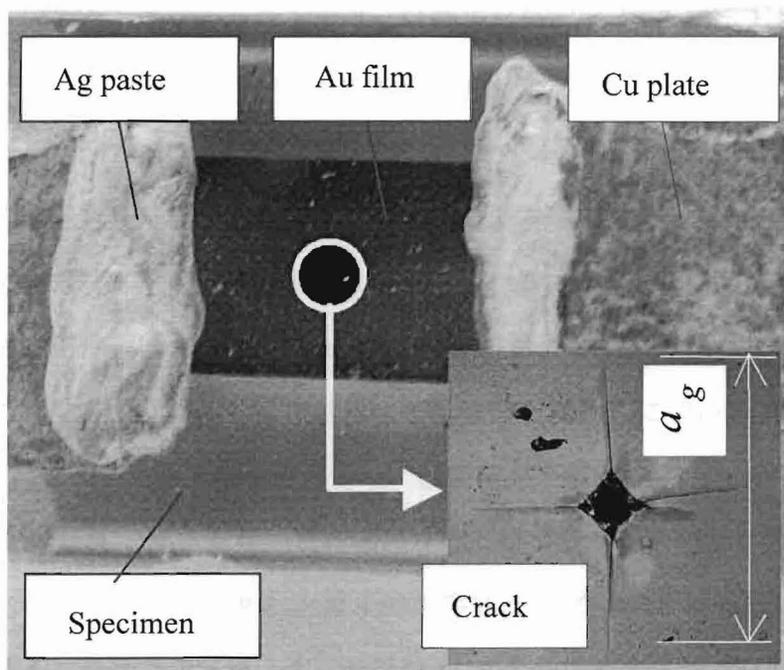


図 2.10 予き裂および Au 薄膜

#### 2・7・4 き裂進展試験および Au 薄膜の電気抵抗測定

上述した手順により作成した予き裂，Au 薄膜を含むフロートガラス試験片に対し，室温大気中にて四点曲げき裂進展試験を行った．四点曲げ負荷条件としては，図 2.8 に示すように上部スパン  $L_1=30\text{mm}$ ，下部スパン  $L_2=90\text{mm}$  とした．また，き裂進展にともない上昇する Au 薄膜の電気抵抗  $R$  は 2・5 節に示した測定回路で，電圧として測定した．

#### 2・7・5 Au 薄膜を用いたき裂長さ測定方法

前項までに述べたようにフロートガラス試験片に対して CSF 法による四点曲げき裂進展試験を行い，Au 薄膜を用いてき裂長さの測定を行った．本章で提案した Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法は Au 薄膜の電気抵抗  $R$  からき裂長さを算出する電気的方法であり，電気抵抗とき裂長さの関係式が必要である．本研究では，2・6・2 項で述べたように関係式として式 (2. 3) に示す 2 次関数を用いる．式 (2. 3) の校正，すなわちそれぞれの測定用薄膜における係数  $\alpha$ ， $\beta$ ， $\gamma$  の決定および Au 薄膜によるき裂長さ測定の過程を図 2.11 に示す．具体的には前項までに述べた試験片に 300~600N 程度の一定負荷を 100s 程度加えて予き裂を進展させ，膜の電気抵抗  $R$  を測定回路で，膜上のき裂長さ  $a_g$  を光学顕微鏡で測定した．この過程を数回繰り返すことにより図 2.11 に黒色のプロットで示すような抵抗比  $R/R_0$  と膜上のき裂長さ  $a_g$  の関係が得られ，それらのデータを用いて最小二乗法で式 (2. 3) の係数  $\alpha$ ， $\beta$ ， $\gamma$  を求めた．図 2.11 における曲線がこれら係数を用いた近似曲線を示している．これら係数を求めた後は，外挿法を用いて膜の電気抵抗  $R$  からき裂長さを算出した．本章では，式 (2. 3) の係数  $\alpha$ ， $\beta$ ， $\gamma$  を決定する過程を Au 薄膜の校正と呼ぶ．更に，Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法の測定精度を検討するため，図 2.11 に白色のプロットで示したように式 (2. 3) の校正後も上述したような過程を繰り返し，光学顕微鏡で測定した除荷後の膜上き裂長さ  $a_g$  と Au 薄膜の電気抵抗  $R$  より式 (2. 3) を用いて算出したき裂長さを比較した．

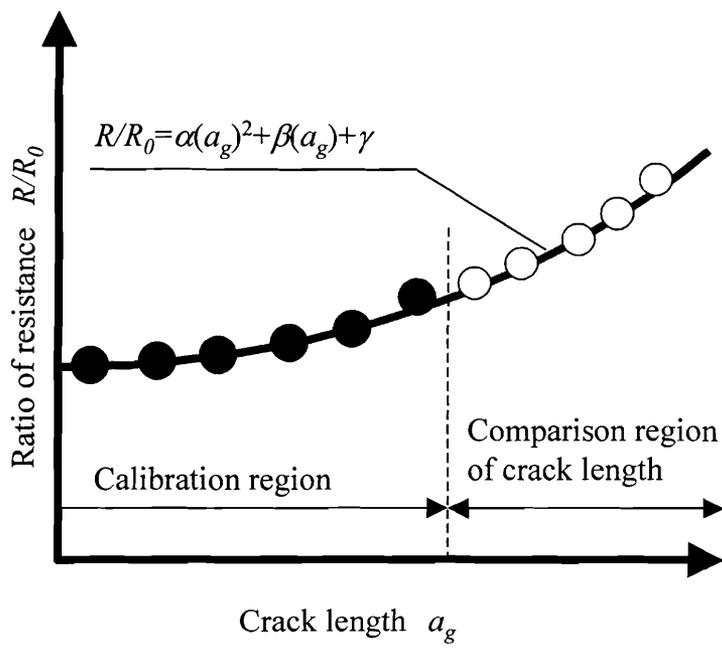


図 2.11 Au 薄膜の校正概略図

## 2・8 DT法を用いたき裂進展試験とき裂長さ測定法

### 2・8・1 DT法 (Double Torsion Method)

DT法は、セラミックスの $K_I$ - $V$ 特性評価に広く用いられる方法であり、その利点として、(1)き裂先端における応力拡大係数 $K_I$ がき裂長さ $a$ に依存しないため、その算出のためにき裂長さの測定を必要としない。(2)試形片形状が単純で、加工や荷重方式が容易である、などが挙げられる。DT法では、図2.12に示すように、板状試験片を長手方向に沿って支持する。試験片中央部の溝には長手方向に予め予き裂が導入してあり、四点荷重法で試験片に荷重を加えることでき裂を進展させ、応力拡大係数 $K_I$ とき裂進展速度 $V$ の関係を求める。

DT法は上述した利点のほか、(1)CSF法などと比べて、き裂が安定成長する領域が広い、(2)き裂進展をガイドする溝が設けてあり、き裂先端を光学顕微鏡で特定することが困難である、などの特徴を有している。本章では、これらの特徴を有するDT法にAu薄膜を用いたき裂長さ測定法を適用し、本き裂長さ測定法の有効性を検討した。

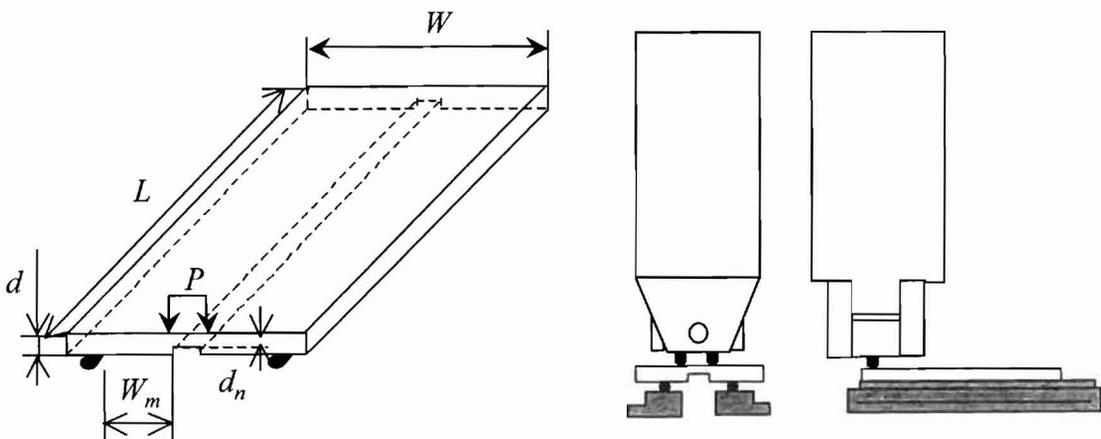


図 2.12 DT 試験片形状と荷重方法

1) 応力拡大係数の算出

図 2.12 に示す形状の DT 試験片におけるき裂先端の応力拡大係数  $K_I$  は次式で表される<sup>(4)</sup>.

$$K_I = PW_m \left[ \frac{3(1+\nu)}{Wd^3d_n} \right]^{1/2} = P\beta_{DT} \dots\dots\dots (2.4)$$

ここで  $W$  は試片幅であり、 $\beta_{DT}$  は定数、 $d_n$  は試片厚さ  $d$  から溝の厚さを差し引いた試験片正味厚さである。上式から分かるように DT 法の  $K$  値はき裂長さ  $a$  に無関係である。このことから式 (2.4) の荷重  $P$  を一定に保つことにより  $K_I$  は一定にできるとされてきたが、Trantina<sup>(5)</sup>によって、以下の範囲でのみ  $K$  が一定に保たれると報告されており、本論文はそれに従っている。

$$0.55 < \frac{a_1}{W} < 1.0, 0.65 < \frac{L-a_2}{W} < 1.0 \dots\dots\dots (2.5)$$

上式の  $a_1$ 、 $a_2$  はそれぞれ試片端からのき裂長さ、 $L$  は試験片長さである。

2) き裂進展速度の算出

図 2.13 に示すように DT 試片ではき裂の前縁での進み方が圧縮側（試片上面）と引張り側（試片下面）の両面で異なり，結果的にき裂の形状が著しく湾曲した形状を示す。き裂前縁の局所的な速度はき裂先端で最大であり，き裂前縁に沿って先端端から離れるにつれて減少する。実験的には先端端のき裂の進展方向（試片長手方向）への進展速度を公称き裂進展速度  $V_n$  と呼ぶが，これはき裂前縁の真の速度とはいえない。実際  $V_n$  は図 2.12 のき裂進展速度よりも大きくなる。真のき裂速度  $V$  はき裂面から次に形成されるき裂面に向かって垂直方向へ進展するものである。そこで真のき裂前縁の進展速度はその形状を考慮して，Evans<sup>(6)</sup>の理論解析より次式で得られる  $\phi_2$  を  $V_n$  に修正係数として掛け合わせる。

$$\phi_2 = \frac{b}{\sqrt{(\Delta a)^2 + b^2}} \dots\dots\dots (2. 6)$$

ここで  $\Delta a$  は試片上下面のき裂進展距離の差， $b$  は  $\Delta a$  の垂直方向のき裂厚さである。以上のことより，真のき裂進展速度  $V$  は次式になる。

$$V = \phi_2 \cdot V_n \dots\dots\dots (2. 7)$$

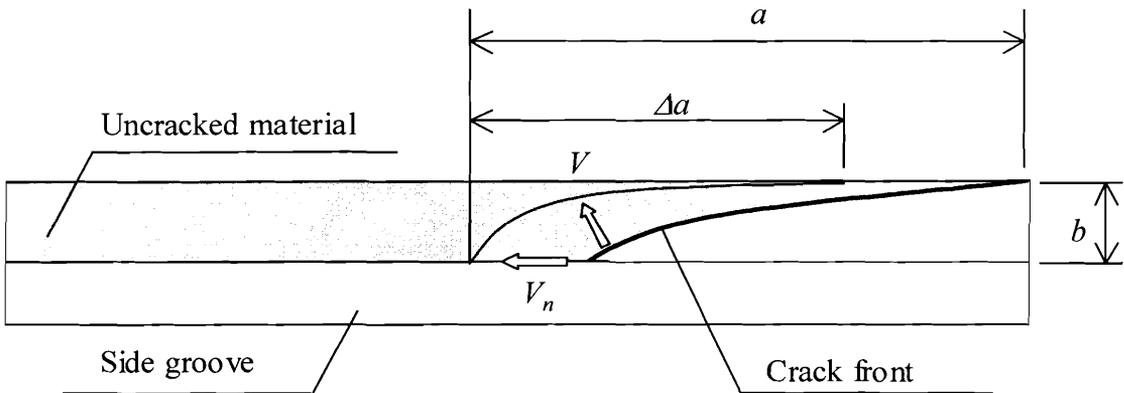


図 2.13 き裂前縁形状とき裂進展速度

## 2・8・2 試験片

供試材は結晶粒径の異なる2種類の市販のガラスセラミックス、約75%結晶化させた結晶粒径約 $0.1\mu\text{m}$ のガラスセラミックス(商品名：ネオセラムN-0、以下、N-0材と呼ぶ)、及び約95%結晶化させた結晶粒径約 $1\mu\text{m}$ のガラスセラミックス(商品名：ネオセラムN-11、以下、N-11材と呼ぶ)である。試験片の形状と寸法を図2.14に示す。試験片は $40\times 100\times 3\text{mm}$ のDT試験片であり、試験片の中央部にき裂進展をガイドするための溝を機械加工により導入した。また、点線で示している試験片の左端より22mmから74mmの間が試験片のき裂測定可能範囲である<sup>(3)</sup>。

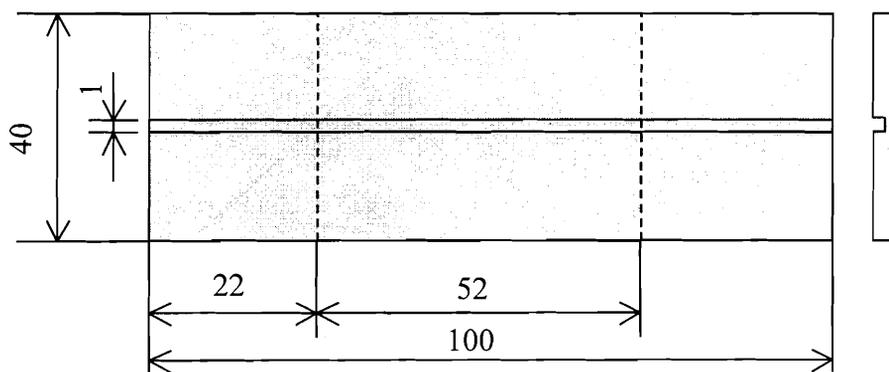


図 2.14 DT 試験片の寸法と形状 (mm)

### 2・8・3 予き裂の導入

2・8・2 項で示した試験片に、ダイヤモンドカッターを用いて予き裂の導入を容易にするためのノッチを導入し、オートグラフ(島津オートグラフ AG-A 型コンピュータ制御精密万能試験機)を用いて予き裂を導入した。この際の、テストスピードは 0.05mm/min とした。オートグラフを用いた理由として、予き裂導入の際、なるべく遅い変位速度で試験片に荷重を加えて予き裂を導入し、すばやく除荷しなければならないため、高い技術力を必要とするが、オートグラフは予き裂が導入されたと同時に自然に荷重が除荷されるため、予き裂導入が容易にできるという利点があるからである。図 2.15 に予き裂導入時の荷重と時間の関係図を示す。また、図 2.16 にき裂発生後の試験片断面図を示す。

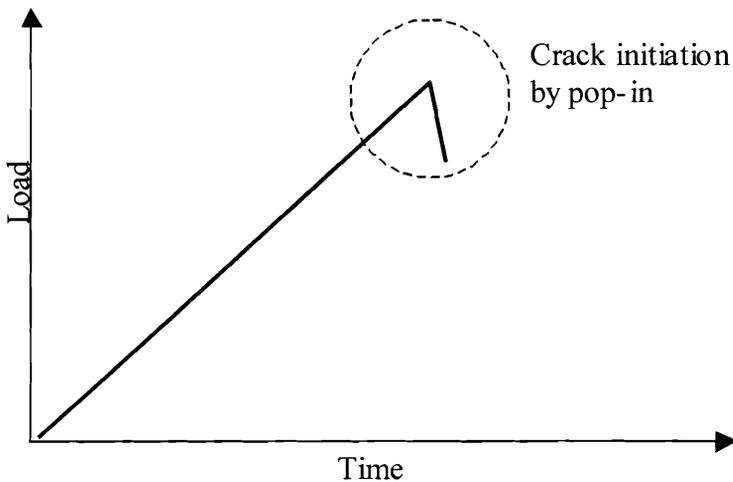


図 2.15 DT 試験片の予き裂導入

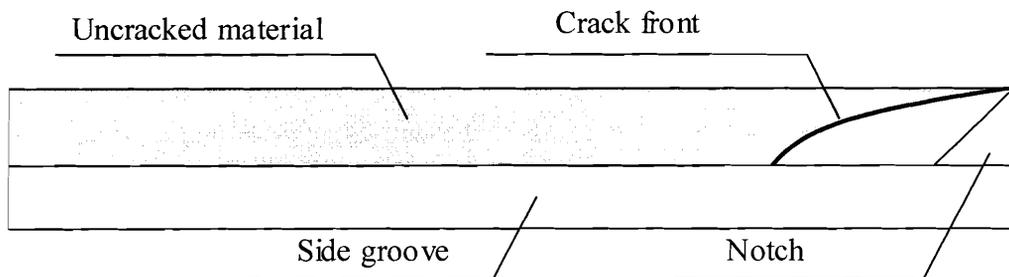


図 2.16 DT 試験片断面

#### 2・8・4 Au 薄膜の作成およびグリッド加工

2・8・3 項で述べたように DT 試験片にはき裂進展をガイドするための溝が存在する。き裂進展試験において、き裂はこの溝に沿って進展するため、試験片が不透明体である場合は特に光学顕微鏡によるき裂先端位置の特定が困難である。したがって、2・6 節で述べた CSF 法における Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を適用することはできない。

一方で、図 2.3 に示すような矩形の導電膜について、膜の長さ  $l$  が幅  $W_g$  に比べて十分に大きい場合、膜上き裂長さ  $a_g$  と膜の電気抵抗  $R$  の関係は次式で表される<sup>(1)</sup>。

$$R = \begin{cases} \text{constant} & (a_g \neq W_g) \\ \infty & (a_g = W_g) \end{cases} \dots\dots\dots (2.8)$$

すなわち、 $l \gg W_g$  の場合、膜が完全に切断されない限り、その電気抵抗  $R$  はほぼ一定である。したがって、膜をグリッド型に加工することで、き裂の進展にともないそれぞれのグリッドが切断された場合、膜の電気抵抗  $R$  は急速に上昇する。言い換えるならば、膜の電気抵抗  $R$  が急速に変化する瞬間がそれぞれのグリッドのき裂進展による切断を示しており、その急変する回数から切断されたグリッドの本数を求めること、さらにき裂長さを推定することが可能であると考えた。

本研究では、図 2.17 に示すように、予き裂を導入した試験片を中性洗剤で洗浄した後、イオンスパッタリング法により Au 薄膜を作成し、さらに 248nm 波長の KrF エキシマレーザにより Au 薄膜をグリッド型に加工した。また、Au 薄膜の両端には瞬間接着剤を用いて銅板を接着し、金属薄膜と銅板の接着部には Ag ペーストを用いて回路と接続しその電気抵抗  $R$  を測定した。

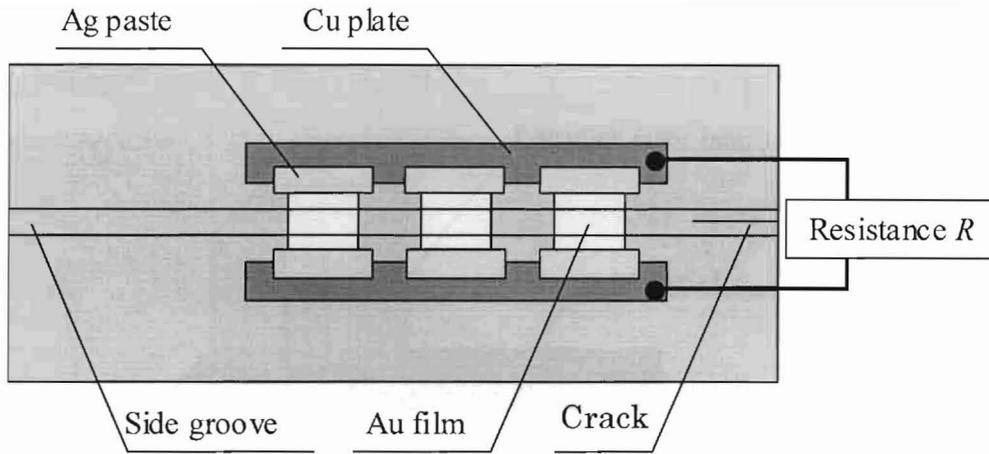


図 2.17 DT 試験片とグリッド型 Au 膜

#### 2・8・5 KrF エキシマレーザ<sup>(7),(8)</sup>

グリッド型 Au 薄膜作成するために本研究では KrF エキシマレーザを用いた。KrF エキシマレーザは、248nm という短波長であるため、ビームの絞り込みが容易であり、理論上 1 $\mu$ m レベルの極微細加工が可能であることから、金属、セラミックス、ダイヤモンド等様々な材料の微細加工に用いられている。

エキシマレーザの加工プロセスは、材料の分子間結合力よりも大きなエネルギーを瞬時に吸収させ、その部位の分子間結合を断ち切り、ガス化または極微粒子化させることにより、熱影響の極めて少ない高品位加工を行う。この現象をアブレーションと呼び、10~30nsec という極めて短い時間にエキシマレーザ光の高いフォトンエネルギーが材料に吸収され、原子や分子の結合を解離させる一方、材料中における拡散時間がほとんど

無いため熱ダメージの少ないシャープな加工が得られると考えられている。図 2.18 にアブレーション過程の概念を説明する模式図を示す。

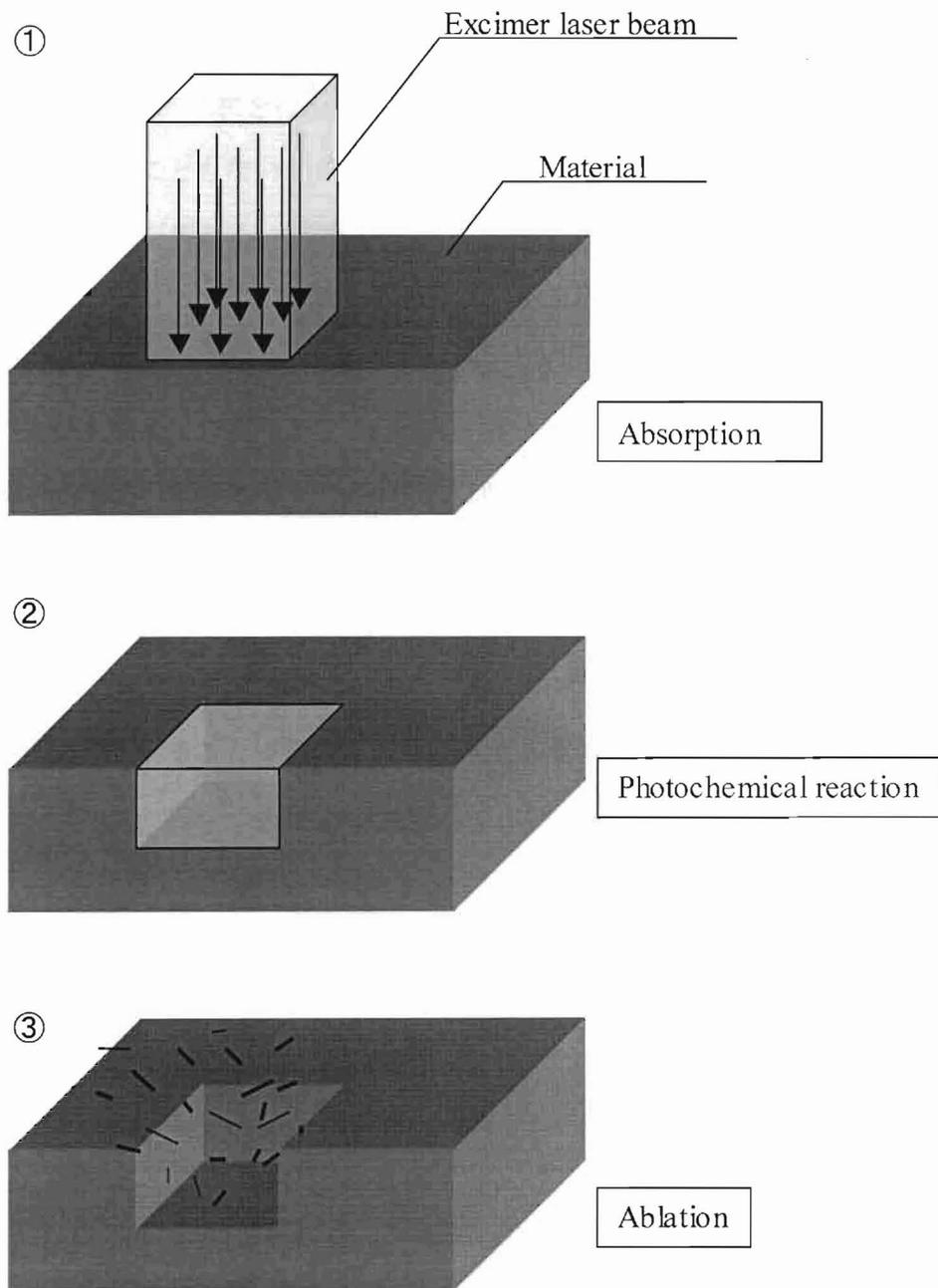


図 2.18 KrF エキシマレーザによるアブレーション過程の模式図

## 2・8・6 き裂進展試験および Au 薄膜の抵抗の測定

2・8・3 節および 2・8・4 節で述べた手順で予き裂を導入し、グリッド型 Au 薄膜を作成した DT 試験片に対して図 2.12 に示すように四点荷重法で負荷を加え、き裂進展試験を行った。

DT 法によるき裂進展試験を行う際、グリッド型 Au 薄膜の電気抵抗  $R$  を併行して測定する。き裂の進展にともないグリッドが切断されると、グリッド型 Au 薄膜の電気抵抗  $R$  には明確な変化が現れる。その瞬間にき裂の先端はグリッドを切断した位置にあるものとみなしグリッドの寸法、形状からき裂長さを求めた。本研究では、一度の DT 試験によって広範囲の  $K_I$ - $V$  特性を評価するために、 $0.01\text{N/m}$  の定負荷速度で試験片が破断するまで負荷を加え、き裂長さを Au 薄膜を用いて測定する。図 2.19 に Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法の概略を示す。負荷荷重は時間の関数となるため、き裂進展にともない各グリッドが順次切断されるまでの時間を測定することで、各グリッドが切断された瞬間の負荷荷重を求め、これを式 (2.4) に代入することで、その瞬間の応力拡大係数  $K_I$  を求めた。また、き裂長さと時間の関係から公称き裂進展速度  $V_n$  を求め、これを式 (2.7) に代入することで真のき裂進展速度  $V$  を求めた。

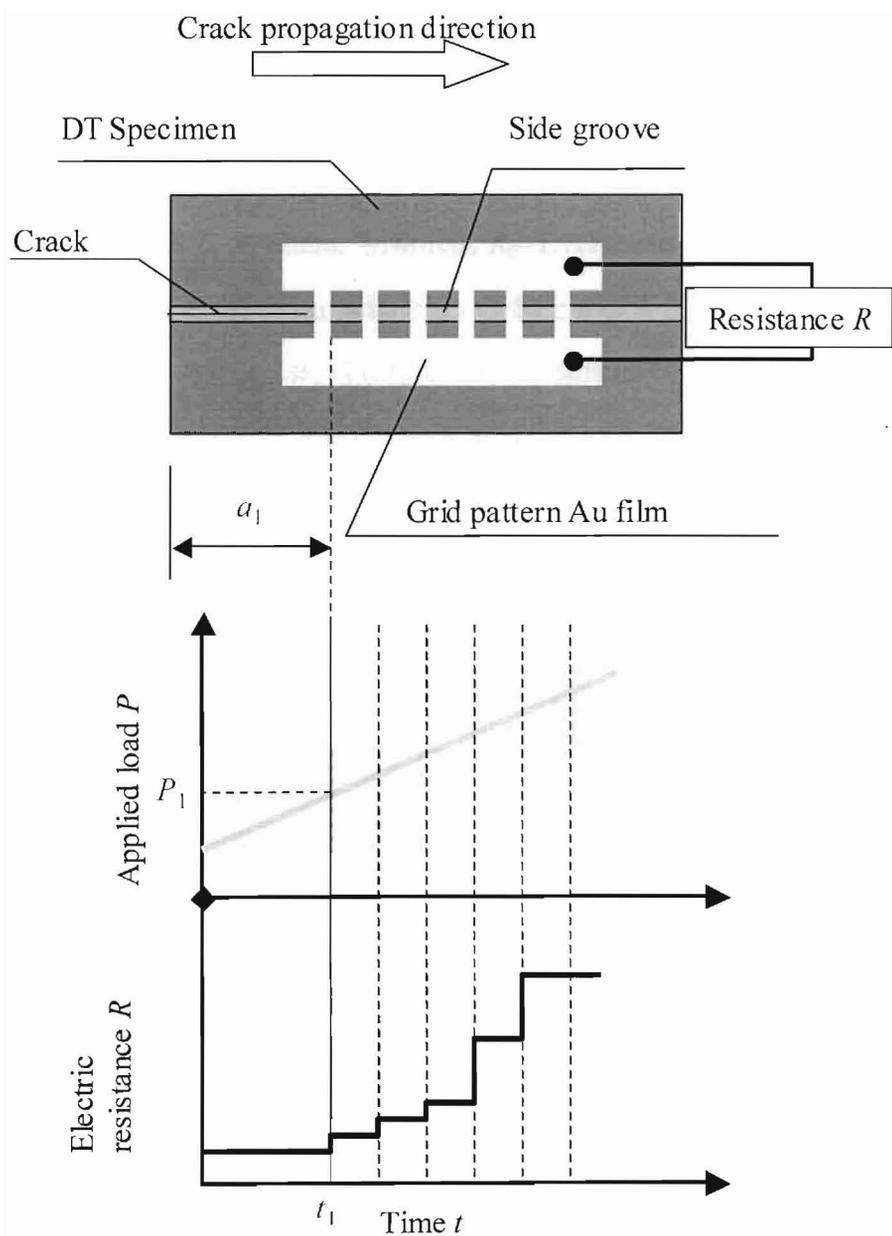


図 2.19 DT 法における Au 薄膜を用いたき裂長さ測定

## 2.9 実験結果および考察

### 2.9.1 CSF 法を用いたき裂進展試験におけるき裂長さ測定結果

CSF 法によるき裂進展試験において，Au 薄膜の校正を行い，さらに Au 薄膜を用いて測定したき裂長さ<sup>⑨</sup>と光学顕微鏡を用いて測定したき裂長さを比較し，本き裂長さ測定法の測定精度を調査した．図 2.20 は 2 種類の試験片における式 (2.3) の校正に用いたデータ及び外挿法で求めたき裂長さ<sup>⑨</sup>と光学顕微鏡で求めたき裂長さの関係を示している．試験片 1 は膜幅  $W_g=2\text{mm}$ ，初期抵抗  $R_0=1.7\Omega$  の Au 薄膜を，試験片 2 は膜幅  $W_g=2\text{mm}$ ，初期抵抗  $R_0=3.0\Omega$  の Au 薄膜を用いて膜上き裂長さ  $a_g$  を測定した．いずれの試験片においても膜の寸法比  $l/W_g=3.0$  程度であり，膜厚は  $10\text{nm}$  である．また，表 2.1，2.2 は図 2.20 中に示したき裂長さ測定データを示している．図中に示す黒色のプロットが式 (2.3) の校正に用いたデータ，白色のプロットが式 (2.3) を用いて算出したき裂長さのデータを示しており，光学顕微鏡により測定した値とほぼ同様の値が得られていることが分かる．試験片 1 についてはき裂長さ  $0.08\text{mm}$  から  $0.2\text{mm}$  までの間を光学顕微鏡で測定した．そのうち図 2.20 の黒丸が示す  $0.08\text{mm}$  から  $0.1\text{mm}$  の間の測定値を Au 薄膜の電気抵抗  $R$  とき裂長さ  $a_g$  の関係式，すなわち式 (2.3) の校正に用いた．図 2.20 の白丸が示す  $0.12\text{mm}$  から  $0.2\text{mm}$  の間のは Au 薄膜の電気抵抗  $R$  から式 (2.3) より求めたき裂長さ<sup>⑨</sup>と光学顕微鏡で測定したき裂長さとの比較であり，両者の差は平均で  $3.5\mu\text{m}$ ，最大で  $14.5\mu\text{m}$  である．また，試験片 2 についてはき裂長さ  $0.23\text{mm}$  から  $0.36\text{mm}$  までの間を光学顕微鏡で測定した．そのうち図 2.20 の黒三角が示す  $0.23\text{mm}$  から  $0.29\text{mm}$  の間の測定値を式 (2.3) の校正に用いた．図 2.20 の白三角が示す  $0.29\text{mm}$  から  $0.36\text{mm}$  までの間のは Au 薄膜の電気抵抗  $R$  から式 (2.3) より求めたき裂長さ<sup>⑨</sup>と光学顕微鏡で測定したき裂長さとの比較であり，両者の差は平均で  $0.8\mu\text{m}$ ，最大で  $19.1\mu\text{m}$  である．一般的なクラックゲージにおいてはその測定誤差は  $200\mu\text{m}$  程度であり<sup>⑨</sup>，本研究における Au 薄膜を用いたき裂長さの測定法が，従来のクラックゲージ法と比較して高い測定精度を有していることが分かった．その理由としては，Au 薄膜は

非常に薄く、更にクラックゲージのようにゲージと測定対象物表面との間にプラスチックフィルムが存在しないため、き裂先端により近づくことができることと、それぞれの膜について校正式を定め、外挿法でき裂長さを求めること等が挙げられる。

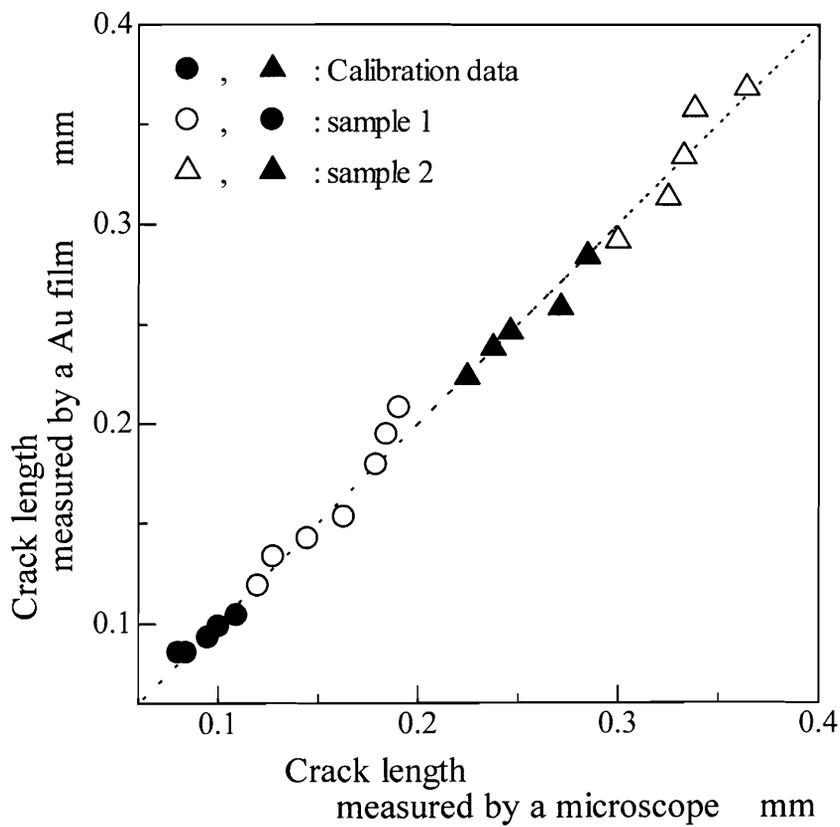


図 2.20 光学顕微鏡と Au 薄膜を用いて測定したき裂長さの比較

表 2.1 試験片 1 におけるき裂長さ測定データ

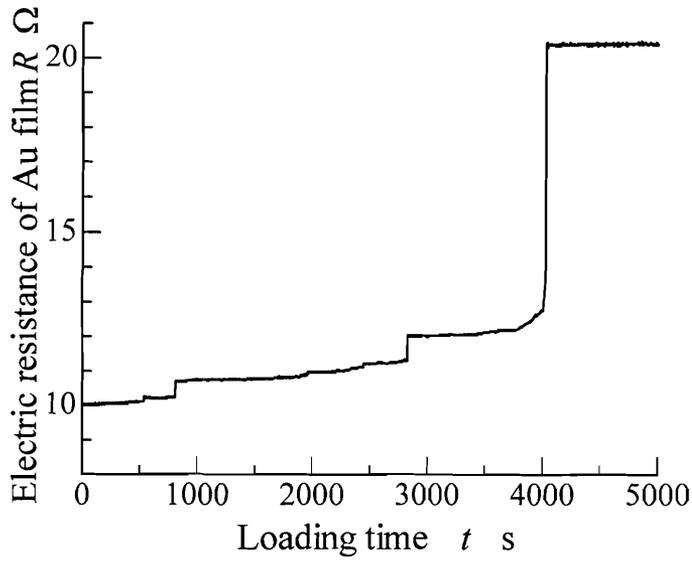
Measurement methods	Crack length $\mu\text{m}$		
	Microscope	Au film	Measurement error
Calibration data	80.2	85.6	-
	84.1	85.6	-
	95.1	93.1	-
	100.4	98.7	-
	109.5	104.3	-
Relative measurements	120.2	129.5	9.3
	127.8	142.3	14.5
	144.9	149.5	4.6
	163.1	157.7	-5.4
	179.1	175.9	-3.2
	184.3	185.8	1.5
	190.6	194.1	3.5
	Mean measurement error		3.5

表 2.2 試験片 2 におけるき裂長さ測定データ

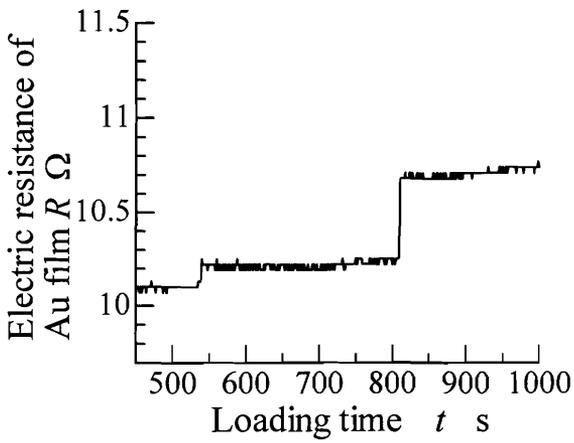
Measurement methods	Crack length $\mu\text{m}$		
	Microscope	Au film	Measurement error
Calibration data	224.5	223.4	-
	237.6	238.0	-
	246.2	246.2	-
	271.3	258.4	-
	284.7	284.2	-
Relative measurements	299.9	292.0	-7.9
	325.0	313.1	-11.9
	332.8	333.7	0.9
	338.2	357.3	19.1
	364.1	368.0	3.9
	Mean measurement error		0.8

## 2・9・2 DT 法を用いたき裂進展試験におけるき裂長さ測定結果

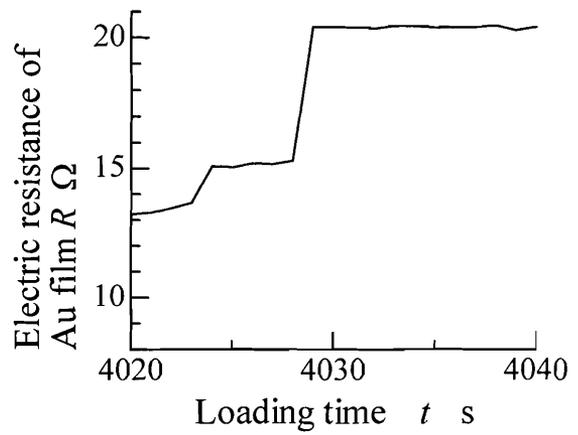
図 2.21 は本研究で測定したガラスセラミックス DT 試験片におけるき裂進展に伴うグリッド型 Au 薄膜の電気抵抗  $R$  の変化と負荷時間  $t$  の関係の一例を示している。図 2.22 から分かるように、薄膜の合成抵抗は負荷時間の進行にともない階段状に変化している。この図に表れる合成抵抗が急速に上昇する瞬間にそれぞれのグリッドがき裂によって完全に切断されたことを示している。合成抵抗が急速に上昇する瞬間の負荷荷重から応力拡大係数  $K_I$  を求めた。き裂進展速度については、予めグリッド型 Au 薄膜の寸法を測定し、合成抵抗が急速に上昇する回数から、切断されたグリッドの本数を求める。合成抵抗が上昇する瞬間、き裂先端はそのグリッドが切断された位置にあるものとみなし、き裂長さおよびき裂進展速度を求めた。図 2.22 は上述した手順でグリッド型 Au 薄膜を用いて測定したガラスセラミックス N-0, N-11 材のき裂進展速度  $V$  と応力拡大係数  $K_I$  の関係を両対数軸上に表したものである。図 2.22 から分かるように本測定法を用いることで、単一の試験によってき裂進展速度が  $10^{-8}$  から  $10^{-4}$  m/s 付近までの広い範囲にわたる  $K_I$ - $V$  関係を求めることができた。この領域は N-0, N-11 材のいずれにおいても  $K_I$ - $V$  関係の第 I 領域に含まれる。そこで、最小二乗法を用いてこれらの関係を直線近似し、その傾きからき裂進展パラメータ  $n$  値を求めた。その結果、N-0 材については  $n=45$  程度、N-11 材については  $n=35$  程度であった。これらの値は CL 法<sup>(10)</sup>、RLX 法<sup>(10)</sup>で求められたものと比較して妥当な値であると考えられる。また、図 2.22 中に示す直線が近似直線であり、N-0 材、N-11 材のいずれにおいても、複数の試験によって得られた  $K_I$ - $V$  関係がほぼ同一の直線上にあることが分かる。以上のことから本測定法は測定のばらつきが少なく、 $K_I$ - $V$  特性評価に有効であることが示された。



(a)



(b)  $400 < t < 1000$



(c)  $4020 < t < 4040$

図 2.21 薄膜の抵抗と負荷時間の関係

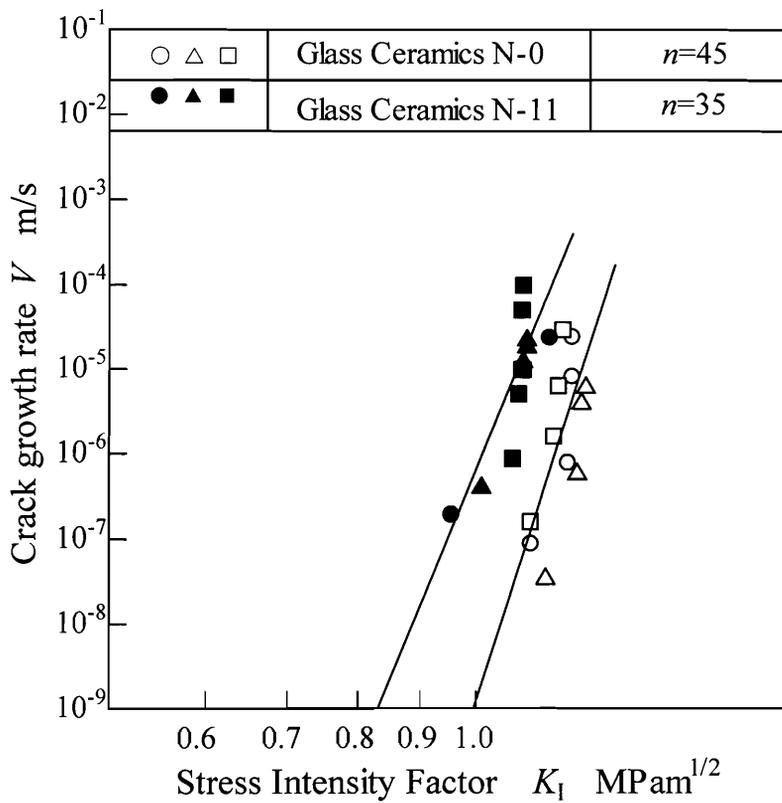


図 2.22 Au 薄膜を用いて測定した  $K_I$ - $V$  線図

## 2・10 結言

本章ではイオンスパッタリング法により作成した Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を提案した。提案した測定法をセラミックスのき裂長さ測定およびき裂進展評価に用いることの有効性を示すために、セラミックスの破壊力学試験法として広く使用されている CSF 法 (Controlled Surface Flaw Method) と DT 法 (Double Torsion Method) に応用した。CSF 法においては、矩形の金属薄膜と膜上き裂長さの関係式を求め、この式を用いることで、ガラス材料の短いき裂を連続測定することが可能な手法を開発した。また、DT 法においては単一の試験から広範囲の応力拡大係数  $K_I$  とき裂進展速度  $V$  の関係を求める方法を提案した。得られた結論を以下に示す。

(1) イオンスパッタリングにより作成される Au 薄膜の電気抵抗  $R$  と膜上を横断する切欠き長さ  $x$  との関係は切欠き長さが膜幅  $W_g$  に対して  $0 < x/W_g < 0.5$  程度の範囲内において 2 次関数で表せることを確認した。この関数を膜ごとに定めることにより膜の電気抵抗  $R$  より外挿法を用いて膜上に存在するき裂長さ  $a_g$  を求めることができる。

(2) Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を用いることで CSF 法における短いき裂のき裂長さを測定できることを確認した。この際、測定誤差は最大  $19\mu\text{m}$  程度であり従来のクラックゲージと比べて高い測定精度が得られた。したがって、本測定法はき裂長さを連続的且つ正確に測定することができ、ガラスのような脆性材料のき裂進展速度の測定に有効であることが示された。

(3) イオンスパッタリングにより作成した Au 薄膜をグリッド状に加工することで、き裂の進展にともなう薄膜の抵抗の変化は、階段状となり、それぞれのグリッドが切断された瞬間のき裂長さを容易に算出できることが分かった。

(4) 提案した手法を用いることで、単一の試験によってセラミックスの  $K_I$ - $V$  特性評

価を行うことができることが確認された。さらに、複数の試験を行った結果、同一の材料について応力拡大係数  $K_I$  のばらつきが少なく、本測定法が  $K_I$ - $V$  特性評価に有効であることが分かった。

## 参考文献

- (1) T. Ogawa, S. Suresh, *Engineering Fracture Mechanics*, 39 - 4(1991), 629 - 640
- (2) 小川武, *材料*, 40 - 458(1991), 1479-1489
- (3) 西田俊彦, 安田栄一, *セラミックスの力学的特性評価*, 日刊工業新聞社, (1986)
- (4) D.P.Williams, A.G.Evans, *Journal of Testing and Evaluation*, 1-4 (1973), 264
- (5) G.G.Tantina, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 60-7 (1977), 338
- (6) A.G.Evans, *J. Mater. Sci.*, 7 (1972), 1137
- (7) 谷口浩, *溶接学会誌*, 69 - 3(2000), 220-227
- (8) 上野邦香, 鈴木孝彰, *溶接学会誌*, 72-8(2003), 618-621
- (9) 鄧鋼, 井上克巳, 高津宣夫, 加藤正名, *日本機械学会論文集(C編)*, 57-535(1991), 909-913
- (10) 池田清彦, 猪谷崇明, 海津浩一, 井垣久, 木原拓良, *日本機械学会論文集 (A編)* 63-607(1997), 493-498

## 第3章 熱強化ガラスのき裂進展特性評価

### 3.1 緒言

本章では熱強化ガラスのき裂進展特性を明らかにすることを目的とし、2種類のき裂進展評価法を用いてこれを検討した。ひとつはAu薄膜を用いたき裂長さ測定法を応用したものである。熱強化ガラスのき裂進展特性の解明において問題となる事柄のひとつとしてき裂長さ測定法が挙げられる。すなわち、ガラスやセラミックスなど脆性材料は予き裂から不安定破壊に至るまでのき裂進展量が小さいため、連続的なき裂長さの測定と進展速度の速い領域でのき裂長さの測定が困難である。そのようなき裂長さ測定法の問題点を解決するため、第2章においてイオンスパッタリング法で作成したAu薄膜を用いたき裂長さ測定法を提案した。本章では、熱強化ガラスのき裂進展特性を調べるため、CSF法によるき裂進展試験を行いAu薄膜によるき裂長さ測定を行った。具体的には試験片として熱強化ガラスおよびフロートガラスを用い、これらの材料について予き裂を有する曲げ試験片を作成し、四点曲げ一定負荷によるき裂進展試験を行った。さらに、他のき裂進展評価法としてGupta<sup>(1)</sup>によって提案された押し込み誘起微小き裂進展試験法を用いて熱強化ガラスのき裂進展特性評価を行った。この方法は、圧子押し込みの際に誘起されるき裂が、圧痕周りの残留応力により緩やかに進展するき裂進展量を追跡する簡便的な方法であり、疲労パラメータ(き裂進展パラメータ $n$ 値)および $K_I-V$ 関係を求めることができる。上記2種類のき裂進展試験より得られた結果を比較検討することにより熱強化ガラスのき裂進展特性を評価した。また、き裂進展特性評価により得られたパラメータを用いて静疲労寿命予測を行った。

## 3.2 破壊力学的背景

### 3.2.1 応力腐食割れ機構と Slow or Subcritical Crack Growth

ガラスをはじめとする酸化物系セラミックスの常温における疲労現象は、金属材料が応力の繰り返しを受けることによって生じる微小塑性変形の累積による損傷が基本となる疲労現象とは異なる。セラミックスにおける疲労特性を規定するものは応力下における応力腐食割れ機構である。この応力腐食割れ機構は、図に示すように引張応力によって Si-O-Si の結合が伸びたところに水分子が結合して、Si-O と HO-Si のような化学結合の解離が起こることによるものとされている。この応力腐食割れによって、ガラスをはじめとするセラミックスは材料が不安定破壊する臨界値すなわち破壊靱性値以下の応力のもとで、ゆっくりとしたき裂進展を起こす。このゆっくりとしたき裂進展は Slow or Subcritical Crack Growth (SCG) と呼ばれている。

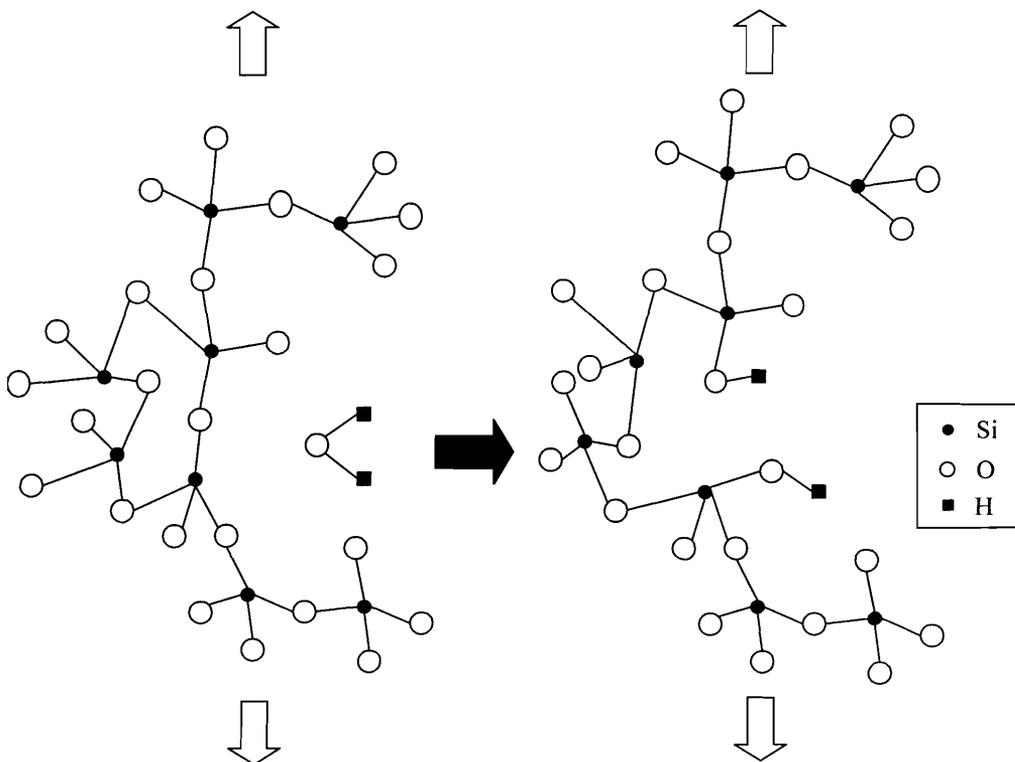


図 3.1 応力腐食割れ機構

### 3.2.2 き裂進展則とき裂進展パラメータ

セラミックスにおいて、Slow or Subcritical Crack Growth (SCG)は、応力拡大係数  $K_I$  と き裂進展速度  $V$  との関係、すなわち  $K_I$ - $V$  線図をもとに論じられる。図 3.2 に一般的な  $K_I$ - $V$  線図の模式図を示す。図 3.2 に示すように、 $K_I$ - $V$  線図には I, II, III の 3 つの領域が現れる。第 I 領域ではき裂先端での化学反応がき裂の成長を促進しており、第 II 領域では腐食種のき裂先端への拡散がき裂の成長を促進する。また、第 III 領域では化学反応と機械的作用の両方がき裂成長速度に影響するとされている。さらにき裂進展が起こる下限界の  $K_{Ic}$  値が存在すると言われており、 $K_{Ih}$  として図中に示してある。

このような  $K_I$ - $V$  線図は、材料の疲労寿命予測に基本的な情報を与える。特に、材料の疲労現象に実質的に関与しているのは第 I 領域であり、この領域における  $K_I$ - $V$  特性に関しては、一般的に次に示す半経験式が用いられる。

$$V = \frac{da}{dt} = AK_I^n = V_c \left( \frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n \quad \dots\dots\dots (3.1)$$

ここで、 $V$  はき裂進展速度、 $a$  はき裂長さ、 $t$  は負荷時間、 $V_c$  は  $K_I$  が  $K_{Ic}$  に達したときのき裂進展速度、 $A$ 、 $n$  は材料と環境によって決まる定数であり疲労パラメータと呼ばれる。また、応力拡大係数  $K_I$  は次式で表される。

$$K_I = Y\sigma\sqrt{a} \quad \dots\dots\dots (3.2)$$

ここで、 $Y$  はき裂および物体の形状で決まる無次元の形状係数、 $\sigma$  はき裂面に垂直な方向に作用する引張応力、 $a$  はき裂長さである。

式 (3.1) はき裂進展則と呼ばれ、き裂進展速度  $V$  は応力拡大係数  $K_I$  の  $n$  乗に比例することを表している。ここで  $K_I/K_{Ic} < 1$  であるため、定数  $n$  が大きければき裂進展速度  $V$  は小さくなり、き裂が進展しにくいことを表す。逆に定数  $n$  が小さければき裂が進展しやすいことを示している。このき裂進展特性を表す定数  $n$  がき裂進展パラメータ  $n$  値であり、この  $n$  値を用いて疲労き裂進展特性を評価することができる。

これらの値を得るために、式(3.1)の両辺について常用対数をとると次式が得られる。

$$\log V = n \log K_I + \log A \quad (3.3)$$

式(3.3)から分かるように、き裂進展速度  $V$  と応力拡大係数  $K_I$  を両対数軸系で表した場合、その関係は直線となり、直線の傾きからき裂進展パラメータ  $n$  値を、切片から疲労パラメータ  $A$  をそれぞれ求めることができる。

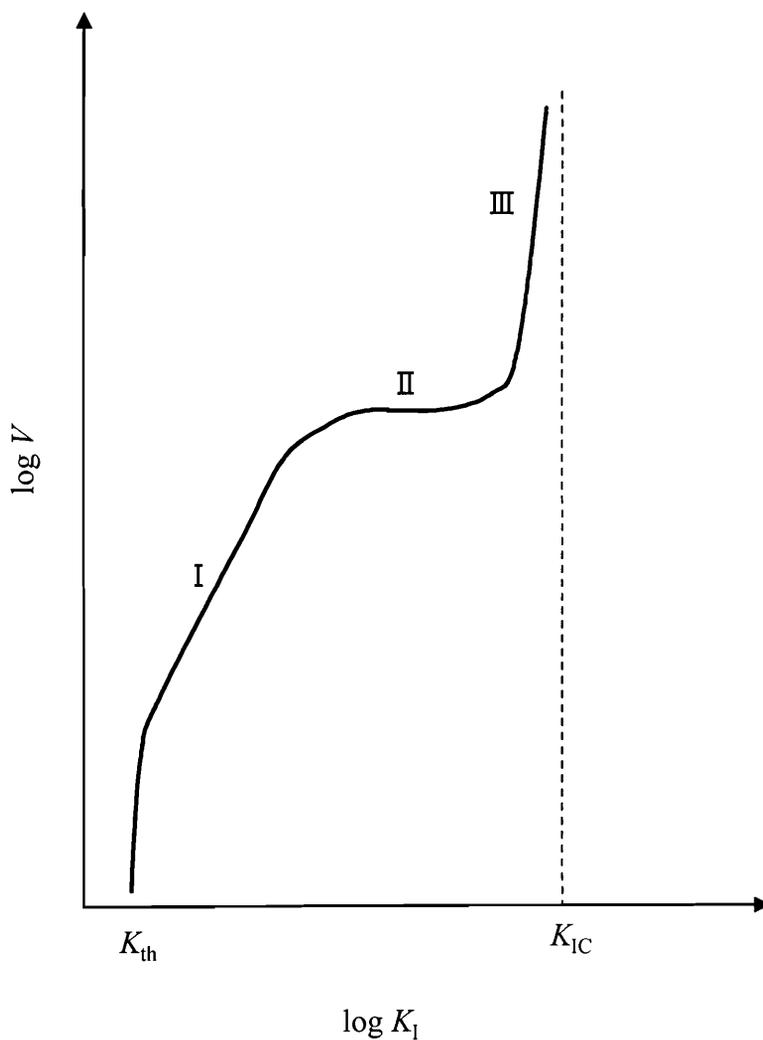


図 3.2  $K_I - V$  線図

### 3・2・3 疲労パラメータを用いた静疲労寿命予測

試験片に、一定負荷応力 $\sigma_a$ を与えたときに、試験片が破断にいたるまでの時間、すなわち静疲労寿命 $t_f$ は近似的に次式のように表される。

$$t_f = \frac{2}{(n-2)AY^2\sigma_a^n} \left( \frac{\sigma_{IC}}{K_{IC}} \right)^{n-2} \dots\dots\dots (3. 4)$$

ここで、 $\sigma_{IC}$  は不活性環境下での臨界破壊応力、 $K_{IC}$  は破壊靱性値、 $A$ 、 $n$  は疲労パラメータ、 $Y$  は形状係数である。同一の材料、試験片、環境において、式(3. 4)に含まれる $A$ 、 $n$ 、 $\sigma_{IC}$ 、 $K_{IC}$ 、 $Y$  は定数であるとみなすことができるので、き裂進展特性評価より疲労パラメータ $A$ 、 $n$ を求めることで、静疲労寿命予測を行うことができる。

### 3・3 CSF 法を用いたき裂進展試験

#### 3・3・1 試験片

供試材は市販のフロートガラスであり、幅 12mm、厚さ 10mm、長さ 100mm の試験片を作成した。CSF 法に用いる試験片については引張側表面中央部にビッカースダイヤモンド圧子を 49N、30s 押し付けることにより予き裂を導入した。予き裂導入後、予き裂近傍に生じた残留応力を除去するため焼なましを行いフロートガラス試験片を作成した。焼なまし温度は 565℃で 1h 加熱後、炉冷した。また、熱強化ガラスは、焼なまし後、フロートガラス試験片を 620℃で 15m 加熱後、圧縮空気を用いて表面から急冷することにより作成した。以上の手順でフロートガラス試験片、熱強化ガラス試験片を作成した。

### 3・3・2 表面圧縮残留応力の測定

表面圧縮残留応力の測定には東芝歪検査器 FSM-30 を使用した。この装置では表面圧縮応力の大きさに相当する複屈折の大きさを干渉縞の移動量として測定することができる。測定の結果、今回行った焼入れによって熱強化ガラス試験片の表面には約 80MPa 程度の圧縮残留応力が発生していること、およびフロートガラス試験片は残留応力が存在しないことが確認された。

### 3・3・3 Au 薄膜の作成

曲げ試験片の引張側側面にイオンスパッタリング法により Au 薄膜を作成する。作成手順は 2・7・3 節と同様であり、以下にその概略を示す。

- (1)作成した試験片の表面を中性洗剤およびアセトンで洗浄する。
- (2)曲げ試験片の引張側側面をビニールテープで覆い、予き裂を含むき裂が進展すると予想される領域に長方形の窓を開ける。
- (3)窓を開けた領域にイオンスパッタリングにより Au 薄膜を作成する。本測定法において作成する膜厚は 10nm、幅  $W_g=5\text{mm}$ 、長さ  $l=10\text{mm}$  程度である。
- (4)イオンスパッタリング終了後、ビニールテープをはがし、銅板、Ag ペーストを用いて測定回路と接続した。

### 3.3.4 き裂進展試験

上述した手順により作成した予き裂，Au 薄膜を含むフロートガラス試験片，および熱強化ガラス試験片に対し，室温大気中にて四点曲げによる一定負荷を加えき裂進展量を測定した．図 3.3 に示すように四点曲げの上部スパン  $L_1=30\text{mm}$ ，下部スパン  $L_2=90\text{mm}$  とした．また，負荷荷重  $P$  は， $300\sim 600\text{N}$ ，負荷時間は  $30\sim 600\text{s}$  とした．このときの負荷応力は次式で表される．

$$\sigma = \frac{3(L_2 - L_1)P}{2b_{CSF}h^2} \dots\dots\dots (3. 5)$$

ここで， $P$  は負荷荷重， $h$  は試験片高さ， $b_{CSF}$  は試験片幅である．

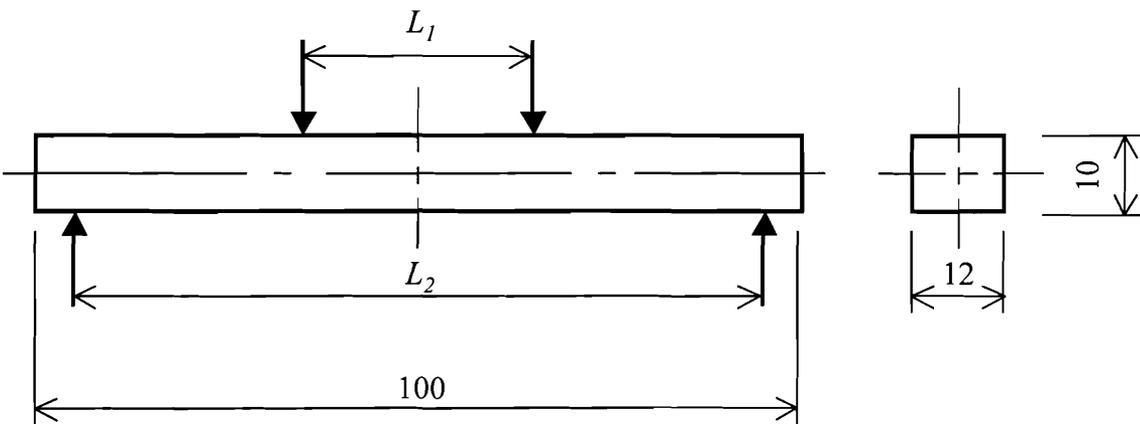


図 3.3 試験片形状および四点曲げ負荷条件 (mm)

### 3.3.5 き裂長さ測定方法

矩形に作成した金属薄膜の抵抗  $R$  と薄膜上に存在するき裂長さ  $a_g$  の関係は、膜幅を  $W_g$  とするとき  $0 < a_g/W_g < 0.5$  の範囲であれば、次に示すような 2 次関数で十分に近似することが可能であることを第 2 章で述べた。

$$\frac{R}{R_0} = \alpha(a_g)^2 + \beta(a_g) + \gamma \cdots \cdots \cdots (3.6)$$

ここで、 $R_0$  は薄膜の初期抵抗、 $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  は定数である。以下に、定数  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  の決定、および Au 薄膜によるき裂長さ測定の概略を示す。表面き裂が存在する試験片に臨界値以下の一定負荷を加えた場合、き裂はゆっくりと進展し、指数関数的にその速度を高めながら最終的な破壊に至る。このき裂進展の初期段階、すなわちき裂がゆっくりと進展する領域においては、き裂長さは光学顕微鏡を用いて測定することが可能である。これを利用して第 2 章で述べた方法と同様に、式 (3.6) の定数  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  を決定した。まず、予き裂、Au 薄膜を含む試験片に一定負荷を 30~600s 程度加え予き裂を進展させ、マルチメータで薄膜の抵抗を測定し、光学顕微鏡で除荷後き裂長さ測定を行った。この過程を数回繰り返すことによりそれぞれの薄膜について抵抗比  $R/R_0$  と膜上のき裂長さ  $a_g$  の関係が得られ、それらのデータを用いて最小二乗法で式 (3.6) の定数  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  を決定した。以後、この式 (3.6) の定数  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  を決定する過程を Au 薄膜の校正と呼ぶ。

また、き裂はある長さに達すると、急速に速度が上昇し、破壊に至る。き裂がこの不安定成長する領域に至ると、光学顕微鏡によるき裂長さの測定が困難であるため、2.5 節で述べたものと同様の測定回路を用い、薄膜の抵抗を A/D 変換器およびパーソナルコンピュータによって電圧として測定、記録する。A/D 変換器のサンプリング速度は 50Hz とした。この抵抗値から先に求めた近似式 (3.6) を用いて外挿法によりき裂長さを算出した。

3・3・6 半楕円状表面き裂の応力拡大係数

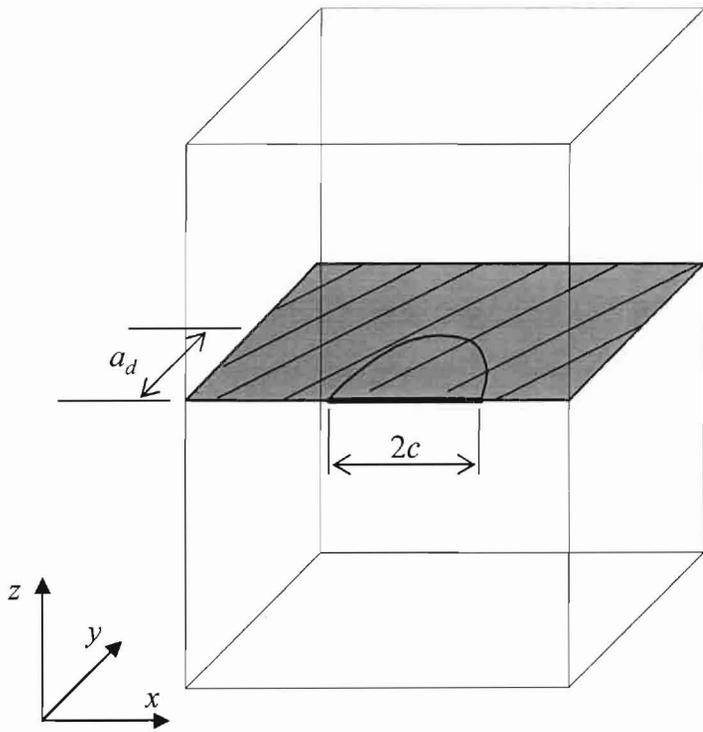
図3.4に示すように半無限体中の半楕円状表面き裂の一樣引張りのもとでの応力拡大係数  $K_I$  は次式で表される<sup>(2),(3)</sup>.

$$K_I^A = \frac{M_f(\varphi, a_d/c)\sigma\sqrt{\pi a}}{E(k)} \left\{ \sin^2 \varphi + \left(\frac{a_d}{c}\right)^2 \cos^2 \varphi \right\}^{1/4} \dots\dots\dots (3. 7)$$

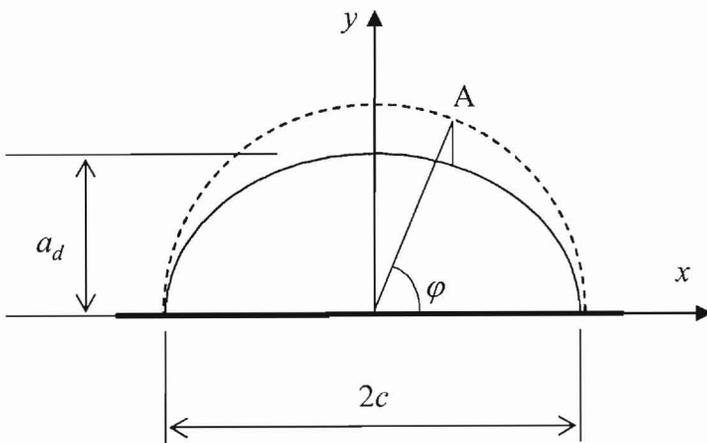
$$E(k) = \int_0^{\pi/2} \left( \sin^2 \varphi + \frac{a_d^2}{c^2} \cos^2 \varphi \right)^{1/2} d\varphi \dots\dots\dots (3. 8)$$

ただし、 $E(k)$ は第2種完全楕円積分、 $c, a_d$ は半楕円の長軸ならびに短軸の半長を表し、 $\varphi$ は離心角である。また、 $M_f(\varphi, a_d/c)$ は、無限体中の楕円状き裂の表面および背面の修正係数を意味する。しかしながら、本実験のように、き裂深さ  $a_d$  の試験片板厚  $T$  に対する割合  $a_d/T$  が非常に小さい場合、表面の効果のみを考慮に入れた修正係数が用いられる<sup>(4),(5)</sup>。ここではき裂の最深点( $\varphi=\pi/2$ )での  $M_f(\pi/2, a_d/c)$ として、次に示す修正係数を用いた<sup>(6)</sup>。

$$M_f = \sqrt{1.2} = 1.1 \dots\dots\dots (3. 9)$$



(a)



(b)

図 3.4 半無限体中の半楕円状表面き裂

3.3.7 き裂進展速度の算出

CSF 法を用いたき裂進展試験において、き裂進展速度  $V$  を算出する場合、光学顕微鏡等を用いてき裂長さを測定し、負荷時間とき裂進展量の関係よりこれを求める。応力拡大係数  $K_I$  の最大値は半楕円状き裂の最深点( $\varphi=\pi/2$ )における値となるため、この位置でのき裂進展速度  $V$  を求めることが必要である。しかしながら、進展する現実のき裂に対してはその表面長さの変化のみしか測定できないという実験上の制約がある。したがって、一般的にはき裂形状を半楕円形に近似し、表面き裂長さ  $2c$ ( $2c$ =膜上き裂長さ  $a_g$ ) とき裂深さ  $a_d$  の比、すなわちアスペクト比  $a_d/c$  を一定と仮定し、表面き裂長さからき裂深さを求める。また、アスペクト比は試験片を破壊させた後、破面観察により求める<sup>(7),(8)</sup>。本研究では、き裂進展試験によって得られたき裂長さ  $a_g$  と負荷時間  $t$  の関係から移動平均の手法によってき裂進展速度  $V$  を算出した。算出の過程を図 3.5 に示す。すなわち、き裂長さが  $a_{g1}$  である負荷時間  $t_1$  におけるき裂進展速度を求める場合、その前後 2 点ずつ、計 5 点の  $(t, a_g)$  のデータをプロットし、最小二乗法を用いて、これらのデータの近似を行う。ここでは近似関数として以下に示す 2 次関数を用いた。

$$a_g = At^2 + Bt + C \dots\dots\dots (3. 1 0)$$

ここで、 $A, B, C$  はそれぞれ定数である。最小二乗法による近似で式 (3. 1 0) の定数  $A, B, C$  を決定し、さらに式 (3. 1 0) を微分し、 $t_1$  を代入することでこの時刻におけるき裂進展速度  $V_1$  を求めた。この過程をそれぞれの測定データ  $(t, a_g)$  に対して行い、き裂進展速度を求めた。

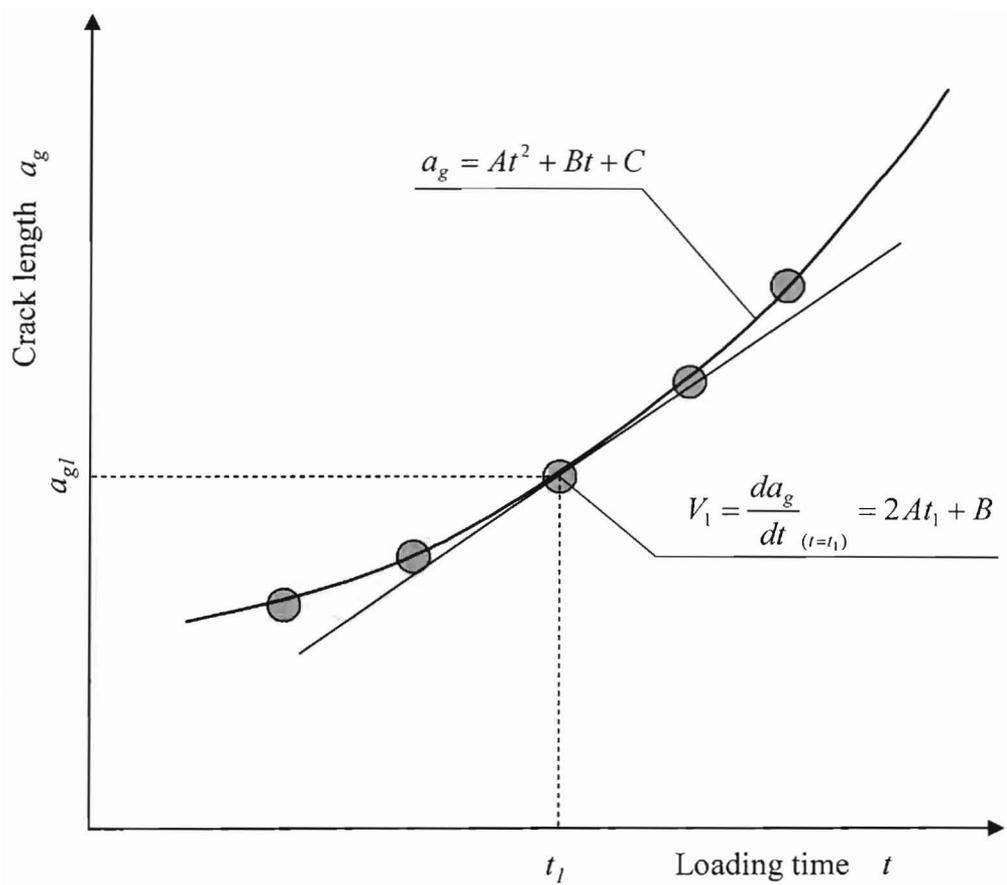


図 3.5 き裂進展速度の算出方法

3.4 押し込み誘起微小き裂進展試験<sup>(1)</sup> (IF 法, Indentation Fracture Method)

3.4.1 IF 法とき裂近傍の残留応力

IF 法は、CSF 法と同様にビッカース圧子を材料表面に押し込むことにより、圧痕とその対角線上に表面き裂を誘起し、その寸法から材料評価を行う方法である。IF 法、CSF 法の問題点としては、圧子の圧入により不可避免的にもたらされるき裂周辺での残留応力の発生がある<sup>(9)</sup>。ビッカース圧子押し込み後のき裂先端近傍における残留応力拡大係数  $K_{res}$  は次式によって与えられる。

$$K_{res} = \chi \frac{P_i}{a^{3/2}} \dots\dots\dots (3. 1 1)$$

ここで、 $\chi$  は圧子の形状や材料特性に依存する定数であり、 $P_i$  は押し込み荷重、 $a_d$  はき裂深さである。CSF 法において、残留応力を除去しないで材料評価を行う場合、実際の応力拡大係数  $K_I$  は、無限遠方より表面き裂に負荷応力  $\sigma_a$  を作用させたときの応力拡大係数  $K_{app}$  とき裂先端での残留応力による応力拡大係数  $K_{res}$  を加えたものとして、次式のように表すことがきでる<sup>(10)</sup>。

$$K_I = K_{app} + K_{res} = Y\sigma_a\sqrt{a} + \chi \frac{P_i}{a^{3/2}} \dots\dots\dots (3. 1 2)$$

ここで、 $Y$  はき裂の形状係数である。したがって、残留応力を除去しないで評価を行う際には、みかけの応力拡大係数  $K_{app}$  だけでなく残留応力拡大係数  $K_{res}$  も考慮する必要がある。また、このような残留応力の除去には残留応力層の研削・研磨除去法あるいは熱処理による焼なまし法が広く用いられている。

### 3.4.2 押し込み誘起微小き裂の成長現象

IF 法において脆性材料にビッカース圧子を押し込んだ際に発生するき裂は除荷後も圧子の押し込みにより発生する残留応力と大気中の水分の影響でゆっくりと進展する。前項でも述べたように、この残留応力は材料評価の問題点となるため、一般には除去される。その一方で、材料の疲労特性の解明に適用する試みもなされており、例えば、Gupta ら<sup>(1)</sup>は押し込み誘起微小き裂の除荷後の成長を検討し、垂直き裂の大きさを除荷後の経過時間に対して両対数でプロットすると直線関係が成り立ち、それよりき裂進展パラメータの見積もりが可能であるとしている。Gupta らによれば、押し込み誘起微小き裂のき裂深さ  $a_d$  と除荷後の経過時間  $t$  は次式で表される。

$$a_d = \alpha_i \cdot t^{2/(3n+2)} \dots\dots\dots (3. 1 3)$$

ここで、 $n$  はき裂進展パラメータ、 $\alpha_i$  は材料、環境および押し込み荷重に依存する定数である。式 (3. 1 3) より、この式の両辺を対数で取ると  $\log a$  と  $\log t$  の

間には直線関係が成立し、その傾きが  $\frac{2}{3n+2}$  となることが分かる。この傾きよりき裂進

展パラメータを求めることができる。

本章では、この押し込み誘起微小き裂の成長現象に着目し、簡便的な手法によって熱強化ガラスのき裂進展特性を求める。

### 3・4・3 試験片

供試材は3・3節で用いたものと同様のフロートガラスであり、これを用いてフロートガラス試験片と熱処理を加えた熱強化ガラス試験片を作成した。熱強化ガラス作成の熱処理条件は3・3節と同様である。また、それぞれの試験片のヤング率およびビッカース硬さを表3.1に示す。この結果から二つの試験片におけるヤング率、ビッカース硬さは等しいことが分かる。ビッカース硬さ  $DPH$ (Diamond Pyramid Hardness Number)は、対面角が  $136^\circ$  のダイヤモンド圧子を試験片に押し込み、押し込み荷重  $P_i$  を圧痕の表面積で割ることにより、次式で算出した。

$$DPH = \frac{2P_i \sin \frac{1}{2}(136^\circ)}{d^2} = \frac{1.854P_i}{d^2} \dots\dots\dots (3.14)$$

ここで、 $d$  は圧痕の対角線長さである。

表 3.1 フロートガラスおよび熱強化ガラスの機械的性質

Specimen	Vickers hardness GPa	Young's modulus GPa
Float glass	4.22	65.0
Thermally tempered glass	4.26	63.73

#### 3・4・4 押し込み誘起微小き裂進展試験

熱処理を施し作成した熱強化ガラス試験片にビッカース圧子を押し込み、発生したき裂の成長現象を光学顕微鏡によって追跡した。比較のために熱処理を施さないフロートガラス試験片も作成し同様の実験を行った。具体的には、熱強化ガラス試験片に対して室温、大気中でビッカース圧子を押し込む。この際、異なる荷重で圧子を押し込むことで導入する予き裂の大きさを調節し、熱強化ガラス内部の残留応力がき裂進展に及ぼす影響を検討した。圧子の押し込み荷重は 1.96N, 4.9N, 9.8N とし、いずれの荷重においても押し込み速度は一定で荷重保持時間は 30s とした。これによって試験片には圧痕と圧痕の対角線上に伸びる微小垂直き裂が発生する。それぞれの押し込み荷重におけるこの表面き裂長さ  $2c$  の除荷後の成長現象を光学顕微鏡で追跡し、応力拡大係数  $K_I$  とき裂進展速度  $V$  の関係を求め、き裂進展特性評価を行った。本論文ではこのき裂進展試験を IF 法き裂進展試験と呼ぶ。

#### 3・4・5 残留応力拡大係数

ビッカース圧子押し込み後のき裂近傍の残留応力拡大係数  $K_{res}$  は Urasima ら<sup>(11)</sup>によれば次式で与えられる。

$$K_{res} = 0.016(E/DPH)^{0.5} P_i/a_d^{1.5} \dots\dots\dots (3. 15)$$

ここで、 $E$  はヤング率、 $DPH$  は材料のビッカース硬さ、 $P_i$  は押し込み荷重、 $a_d$  はき裂深さである。

3.5 実験結果および考察

3.5.1 CSF 法を用いたき裂進展試験結果

(1) Au 薄膜の校正結果

CSF 法を用いた四点曲げ試験を行い、光学顕微鏡を用いて測定したき裂長さ $a_g$ と、薄膜抵抗比の関係の一例を図 3.6 に示す。図 3.6 中に示す曲線はそれらの測定値を用いて Au 薄膜の校正、すなわち式 (3. 6) の定数 $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ を求めた近似曲線を示す。図中のプロットは測定回路、光学顕微鏡により測定したものである。この図から測定値と式 (3. 6) を用いた近似式の相関係数  $|r|$  は 0.999 以上であり、これら抵抗比  $R/R_0$  とき裂長さ  $a_g$  の関係を式 (3. 6) によって近似できることがわかる。

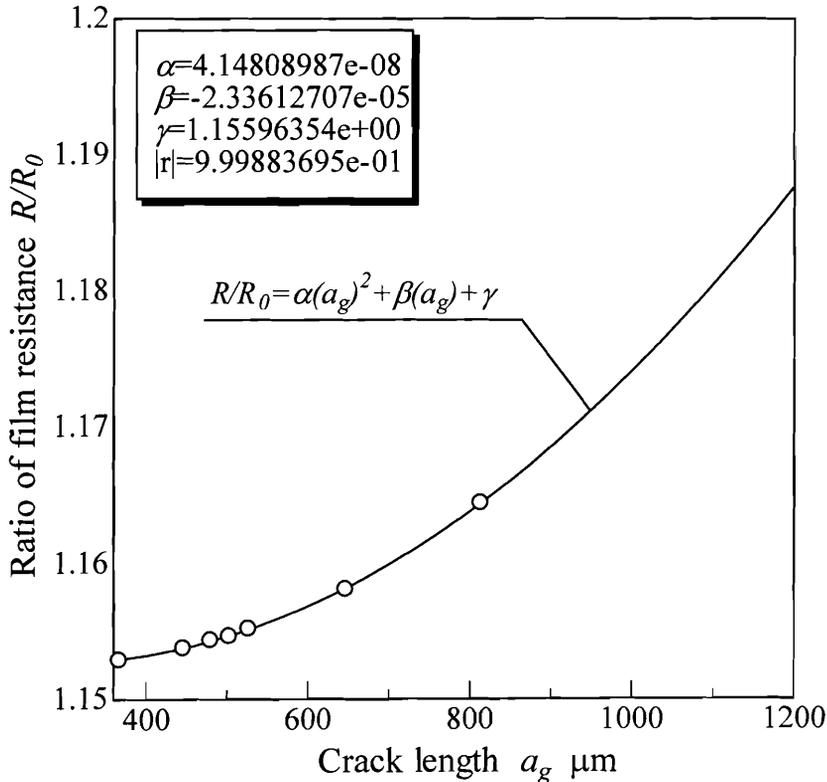


図 3.6 Au 薄膜の校正

## (2) 負荷時間とき裂長さの関係

熱強化ガラス，およびフロートガラス試験片に対して CSF 法を用いたき裂進展試験を行い，き裂長さを Au 薄膜と光学顕微鏡を用いて測定した．得られたフロートガラスおよび熱強化ガラス試験片のき裂長さ  $a_g$  と負荷時間  $t$  の関係を図 3.7 に示す．本研究においては，一定負荷四点曲げ試験を行った．図 3.7 には負荷応力を併せて表記している．図 3.7 より，Au 薄膜を用いた測定によって，光学顕微鏡での測定とほぼ同様のき裂進展の測定を行うことができること，光学顕微鏡での測定では困難である破断直前の比較的き裂進展速度が速い領域においてもき裂長さを測定できることが分かる．また，いずれの試験片，負荷応力のもとでも，き裂進展の初期にはゆっくりと進展し，き裂の進展に伴い速度は徐々に速くなり破壊に至る傾向が見られる．

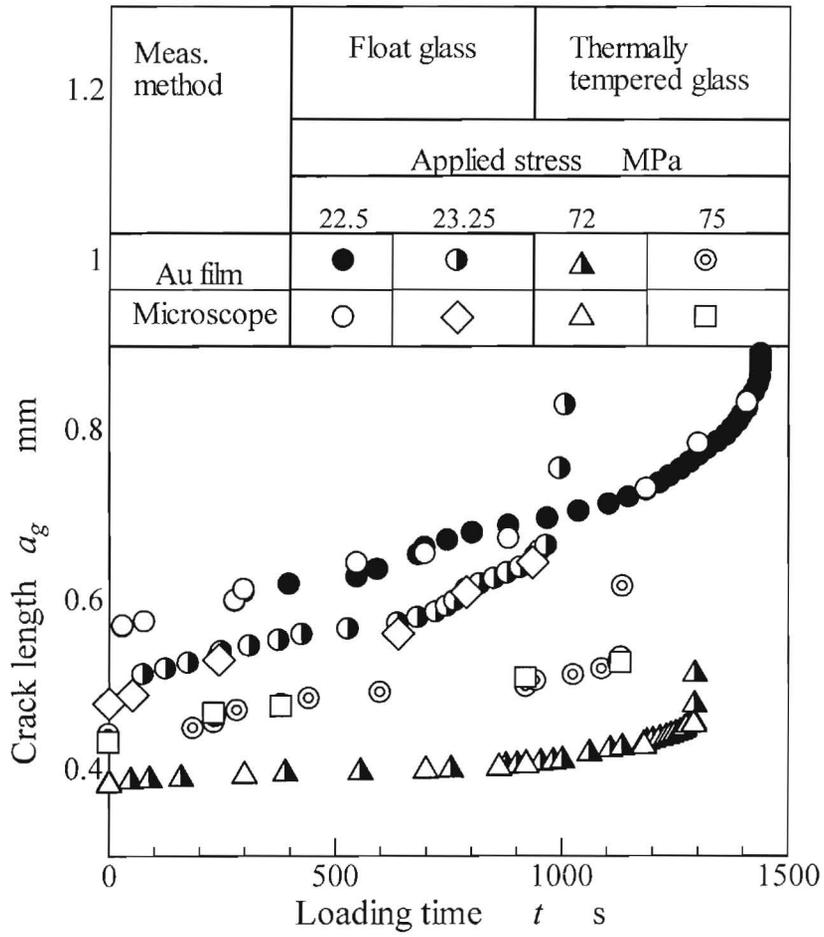


図 3.7 き裂長さと負荷時間の関係

### (3) 応力拡大係数とき裂進展速度の関係

Au 薄膜を用いて測定したき裂長さとき裂進展速度の関係より求めたフロートガラスと熱強化ガラスの応力拡大係数  $K_I$  とき裂進展速度  $V$  の関係を図 3.8 に示す。図 3.8 はこれらの関係を両対数軸系に示したもので、 $\log V - \log K_I$  の関係はほぼ直線関係であることが分かる。この直線の勾配よりき裂進展パラメータ  $n$  を求めた。フロートガラスについては得られた値は  $n=18$  と  $19$  であった。き裂進展パラメータ  $n$  の値はガラスの表面状態や測定法にも依存するため、研究結果の例を見てもその値にもばらつきがあるが、フロートガラス(ソーダ石灰ガラス)については、大気中(相対湿度 50%)で 13 から  $25^{(1),(12)}$  という値が報告されており、本研究において得られた値は妥当なものであると考えられる。また、それぞれの測定値は応力拡大係数  $K_I$  が  $0.4\text{MPam}^{1/2}$  から  $0.7\text{MPam}^{1/2}$ 、き裂進展速度  $V$  が  $10^{-7}\text{m/s}$  から  $10^{-4}\text{m/s}$  の範囲にある。き裂進展パラメータ  $n$ 、応力拡大係数  $K_I$  およびき裂進展速度  $V$  のいずれの測定結果も S.M.Wiederhorn<sup>(13)</sup>、依田<sup>(8)</sup>らが測定したき裂進展特性とよく一致しており、本研究で用いた Au 薄膜によるき裂長さの測定法で得られた値の妥当性が示された。また、熱強化ガラスの  $\log V - \log K_I$  関係も直線であり、この直線の勾配より求めたき裂進展パラメータは  $n=41$  と  $51$  であり、フロートガラスよりも大きい。また、これらの直線はフロートガラスと比較して高応力拡大係数側に位置している。従って同じ応力拡大係数に対して熱強化ガラスはフロートガラスよりき裂進展速度が小さいため、同一な荷重を加えた場合、熱強化ガラスの方がフロートガラスよりも長い疲労寿命を有する可能性が考えられる。一方で、熱強化ガラスはき裂がある長さに達すると急激にき裂進展速度が増加し破壊に至る傾向が見られる。すなわち熱強化ガラスはき裂が進展するためにはより大きな応力拡大係数が必要である反面、き裂の進展に伴い突然の破壊を引き起こす材料であることが分かった。これらのことは熱強化ガラスを構造用材料として用いる際、考慮しなければならない特性である。

また、光学顕微鏡によるき裂進展測定法では測定しうるき裂進展速度が  $10^{-8}$  から  $10^{-6}\text{m/s}$  の範囲であり<sup>(6)</sup>、熱強化ガラスのような加速効果が大きい材料では、き裂進展速度を高速領域まで測定することは困難である。Au 薄膜を用いたき裂進展量の測定法は

このような脆性材料において特に有効であり，図 3.8 に示すようにき裂進展速度が遅い領域から破断に至るまで広範囲についてき裂進展量を測定することができ，それを基に  $K_I$ - $V$  線図を正確に表すことができることが分かった。

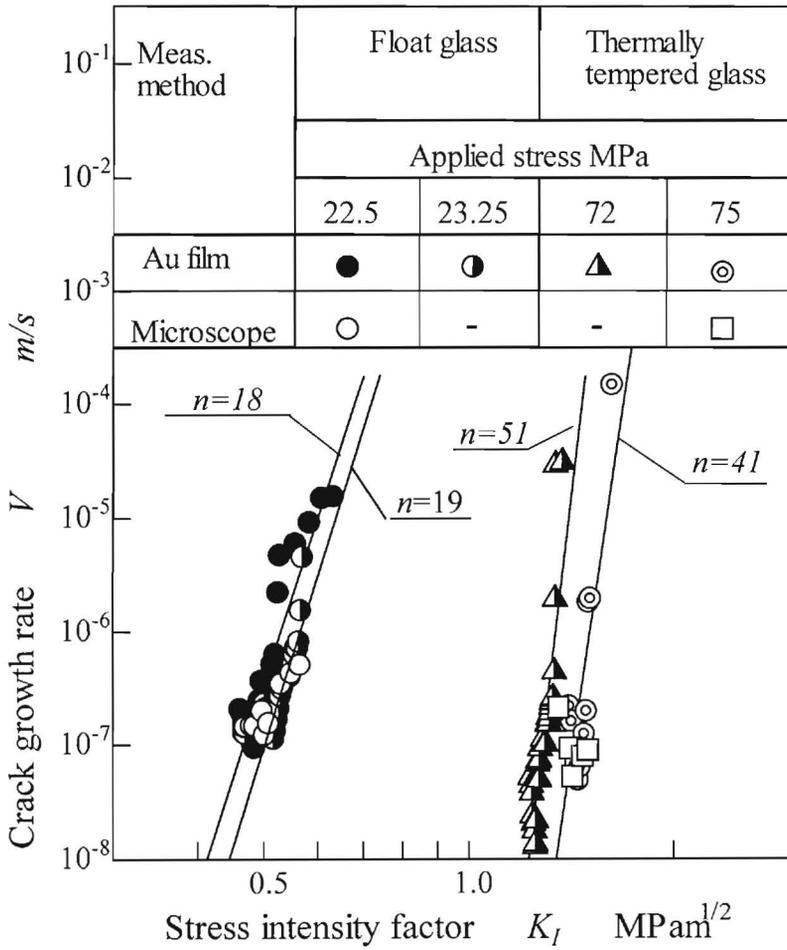


図 3.8 熱強化ガラスおよびフロートガラスの  $K_I$ - $V$  線図

### 3・5・2 IF法を用いたき裂進展試験結果

#### (1) き裂進展パラメータ $n$ 値

熱強化ガラスおよびフロートガラス試験片に対しビッカース圧子を押し込み予き裂を導入し、このき裂の除荷後き裂進展を光学顕微鏡を用いて測定するという簡便的な手法によって、き裂進展パラメータ  $n$  値を求めた。図 3.9, 3.10 はそれぞれ本実験で得られたフロートガラス、熱強化ガラスにおけるき裂深さ  $a_d$  と除荷後の経過時間  $t$  の関係を両対数軸系で示したものである。ここでは、垂直き裂形状は半円形であると仮定し、 $a_d=c$  として取り扱った。また、押し込み荷重は 1.96, 4.9, 9.8N の 3 種類であり、大きさの異なる予き裂を導入することで熱強化ガラス内部残留応力のき裂進展特性への影響を調べた。図 3.9, 3.10 から分かるように除荷後、初期の段階においては  $\log a_d$  と  $\log t$  には直線関係が成り立つものの、時間の経過に伴いこの関係は崩れていくことが分かる。これは除荷後の時間の経過にともない残留応力が緩和され、き裂成長率が鈍化したためであると考えられる。図中に示した直線は、 $\log a_d$  と  $\log t$  が直線関係を示す範囲で最小二乗法より求めた近似直線である。これらの直線の傾きより求めた疲労き裂進展パラメータ  $n$  値を図中に合わせて示す。いずれの場合も熱強化ガラス試験片の方はフロートガラス試験片と比較して明らかに  $n$  値が増大していることが分かる。また、押し込み荷重によらずほぼ一定の  $n$  値を示しており、初期き裂寸法の  $n$  値への影響は認められなかった。

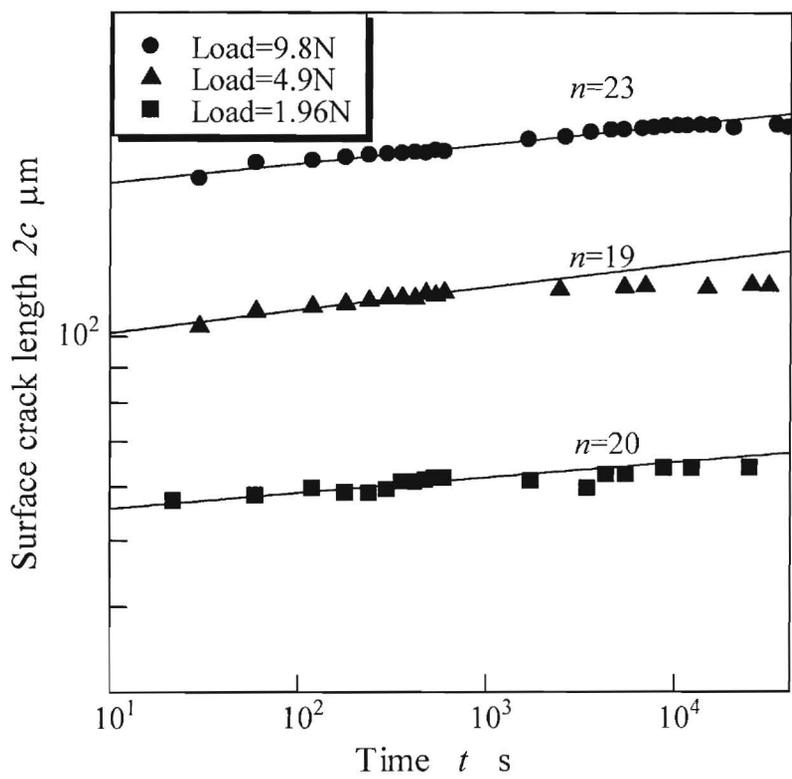


図 3.9 フロートガラスにおける除荷後経過時間とき裂長さの関係

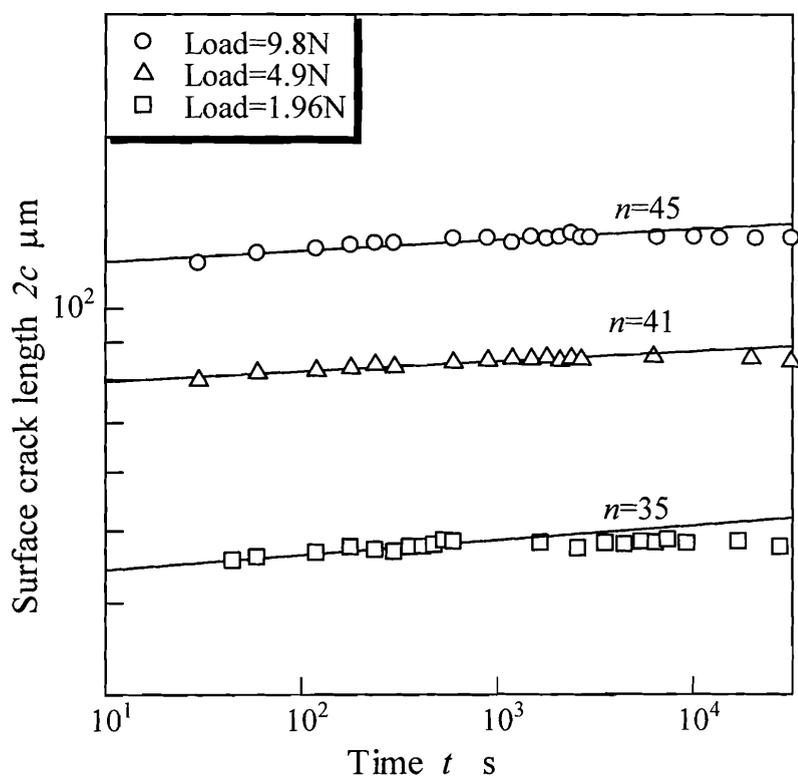


図 3.10 熱強化ガラスにおける除荷後経過時間とき裂長さの関係

(2) き裂進展特性の評価

IF 法を用いたき裂進展試験によって得られたき裂深さ  $a_d$  と除荷後経過時間  $t$  の関係からき裂進展速度および応力拡大係数を求め、き裂進展特性評価を行った。図 3.11 は、今回の実験によって得られたフロートガラスおよび熱強化ガラスの  $K_I-V$  特性を示している。図 3.11 から分かるように同一応力拡大係数下でのき裂進展速度は熱強化ガラス試験片の方がフロートガラス試験片よりも明らかに大きく、同一のき裂進展速度を得るためには熱強化ガラスの方がより大きな応力拡大係数が必要である。

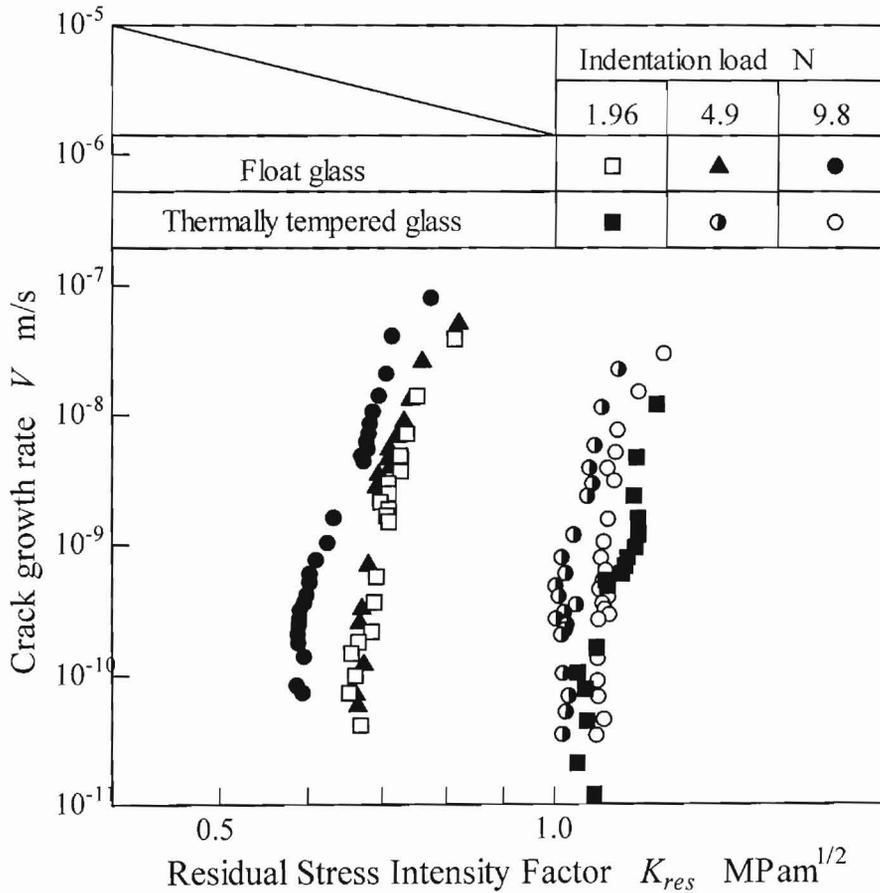


図 3.11 IF 法き裂進展試験より求めた熱強化ガラスとフロートガラスの  $K_I-V$  線図

### 3・5・3 CSF 法を用いたき裂進展試験と IF 法を用いたき裂進展試験の比較

本章では、2種類のき裂進展試験、すなわち CSF 法によるき裂進展試験と IF 法によるき裂進展試験を行い、き裂進展特性評価を行った。それぞれの実験によって得られた結果を比較することで、熱強化ガラスのき裂進展特性および測定法の有効性について検討する。まず、それぞれの実験によって得られたき裂進展パラメータ  $n$  値を表 3.2 に示す。表 3.2 よりいずれの試験法においても熱強化ガラスの方がフロートガラスよりも  $n$  値が高く、したがってき裂進展抵抗が高いことが分かる。また、 $K_I$ - $V$  線図を比較すると、図 3.8 および図 3.11 のいずれにおいても熱強化ガラスの方がフロートガラスよりも高応力拡大係数側に位置していることが分かる。これらの傾向はいずれの試験結果にも共通していることから、同一の応力拡大係数のもとでは熱強化ガラスの方がフロートガラスよりも明らかにき裂進展速度が遅く、より長い疲労寿命を有する可能性があることが分かった。

また、CSF 法と IF 法によって得られたフロートガラスの  $K_I$ - $V$  線図を従来の研究で得られたガラス材料の  $K_I$ - $V$  線図と比較し、その妥当性を検討する。図 3.12 は CSF 法、IF 法それぞれの測定法によって求めたフロートガラスの  $K_I$ - $V$  線図である。IF 法については、押し込み荷重 9.8N の測定結果を示す。CSF 法によって得られた  $K_I$ - $V$  線図は、S.M.Widerhorn<sup>(6)</sup>、依田<sup>(6)</sup>らがソーダ石灰ガラスについて求めた結果と非常によく一致しており、妥当な結果を得ることができたと考えられる。一方で、IF 法によって得られた  $K_I$ - $V$  線図は、これらと比較してわずかに高応力拡大係数側に位置しており、応力拡大係数を過大評価している可能性がある。その原因としては、応力拡大係数算出のためのパラメータ、特にビッカース硬さ  $DPH$  の求め方にあると考えられる。すなわち、室温大気中のソーダ石灰ガラスのビッカース硬  $DPH$  さは 6 から 7GPa 程度という報告があるが<sup>(12)</sup>、本測定において求めたビッカース硬さはこれらと比較して小さい。ビッカース硬さ  $DPH$  は測定条件、特に温度と湿度の影響を強く受けることから、測定においては厳密な制御を必要とする。本研究においてはビッカース硬さを小さく見積もっている可能性があるため、図 3.12 にビッカース硬さ  $DPH$  を 6.6GPa とした場合の IF 法により求

めた  $K_I - V$  線図を示す。図 3.12 から分かるように  $DPH=6.6\text{GPa}$  とした場合、 $K_I - V$  線図は低応力拡大係数側に平行移動され、CSF 法により求めた  $K_I - V$  線図に比較的近い  $K_I - V$  線図を得ることができる。以上の結果より IF 法を用いて  $K_I - V$  特性を評価する場合、き裂長さの測定及びパラメータ、特に硬さの測定、さらに温度、湿度等の測定条件の制御をより厳密に行わなければならない。また、測定可能なき裂進展速度の範囲は、IF 法では  $10^{-7}\text{m/s}$  以下の領域である。これは、き裂長さの測定を光学顕微鏡を用いて直接測定するため、進展速度が速い領域でのき裂長さ測定が困難であるためである。一方、CSF 法においては Au 薄膜を用いたき裂長さの測定を行ったため、進展速度が  $10^{-4}\text{m/s}$  付近の領域まで  $K_I - V$  線図を求めることができた。以上より、本論文で提案した Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法は広範囲のき裂進展速度領域についてき裂長さを正確に測定することが可能であり、セラミックスのき裂進展特性評価に対してより有効であることが示された。

表 3.2 き裂進展パラメータ  $n$  値の比較

Materials	Methods	Crack growth exponent $n$		
Float Glass	CSF method (obtained from Fig.3.8)	18, 19		
Thermally tempered glass	CSF method (obtained from Fig.3.8)	41, 51		
		Indentation load N		
		1.96	4.9	9.8
Float Glass	Gupta's method (obtained from Fig.3.9)	19	20	22
	$K_I - V$ diagram (obtained from Fig.3.11)	21	18	22
Thermally tempered glass	Gupta's method (obtained from Fig.3.10)	38	40	43
	$K_I - V$ diagram (obtained from Fig.3.11)	34	34	36

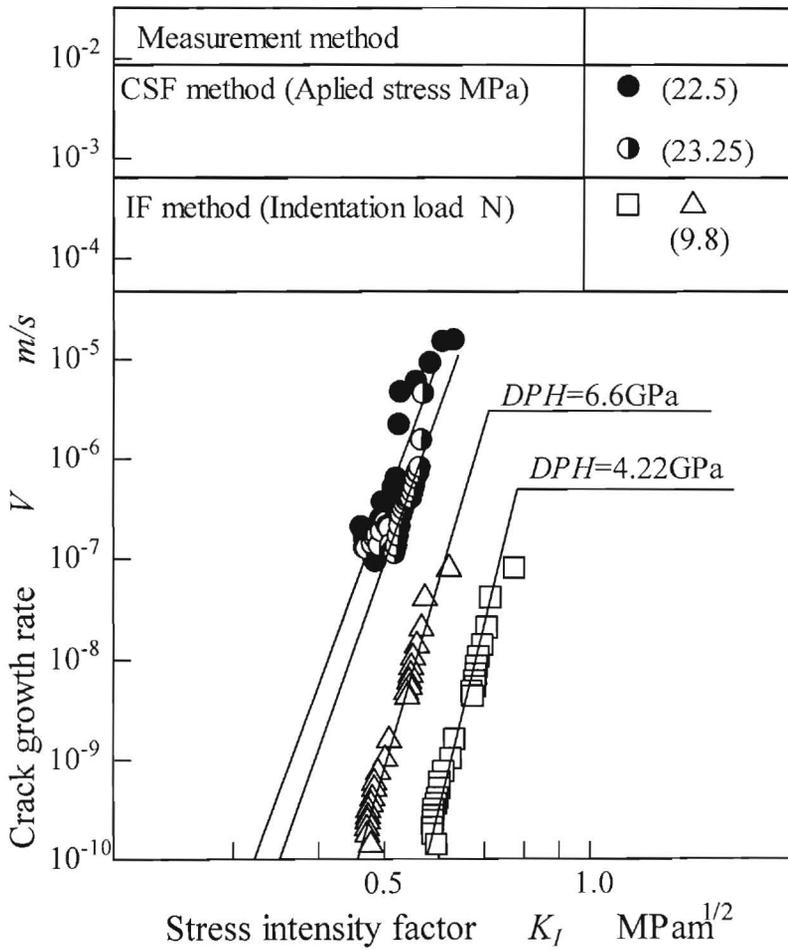


図 3.12 CSF 法と IF 法で求めた  $K_I$ - $V$  線図の比較

### 3.5.4 き裂進展特性評価に基づく静疲労寿命予測

き裂進展特性評価により疲労パラメータ  $A$ ,  $n$  を求め、式 (3.4) を用いて、試験片に一定負荷応力  $\sigma_a$  を与えたときに、試験片が破断に至るまでの時間、すなわち静疲労寿命  $t_s$  を求めた。CSF 法を用いたき裂進展試験結果から、熱強化ガラスにおいては疲労パラメータ  $A=0.047$ ,  $n=42$ , 不活性環境下での臨界破壊応力  $\sigma_{IC}=120\text{MPa}$ , 破壊靱性値  $K_{IC}=1.2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , フロートガラスにおいては、疲労パラメータ  $A=0.129$ ,  $n=18$ , 不活性環境下での臨界破壊応力  $\sigma_{IC}=100\text{MPa}$ , 破壊靱性値  $K_{IC}=0.7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  と推定した。図 3.13 は熱強化ガラスおよびフロートガラスの静疲労寿命予測値を示す。縦軸に負荷応力  $\sigma_a$  と臨界破壊応力  $\sigma_{IC}$  の比  $\sigma_a/\sigma_{IC}$ , 横軸に破断時間  $t_s$  をとり、両対数軸系で表したものであり、実線および破線はそれぞれ熱強化ガラス、フロートガラスにおける寿命予測値である。次章にて疲労試験を行い、き裂進展評価より得られた疲労パラメータを用いて求めた疲労寿命予測の妥当性を検討する。

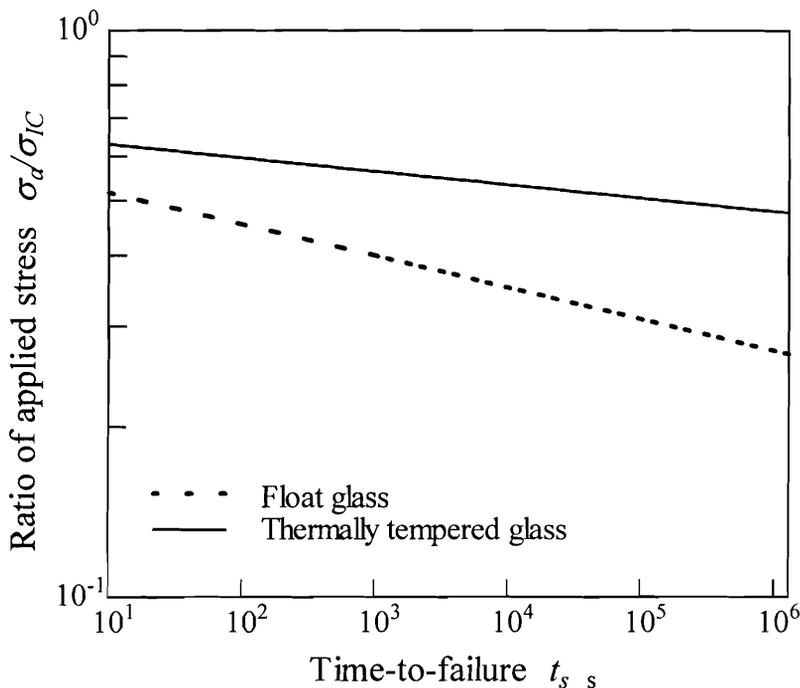


図 3.13 静疲労寿命予測値

### 3・6 結言

本章では CSF 法によるき裂進展試験を行い、き裂長さを Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法により測定した。さらに、他の手法として押し込み誘起微小き裂進展試験を行った。2 種類のき裂進展試験を行い、熱強化ガラスのき裂進展特性評価を行ったところ、以下の結論が得られた。

(1) 一定荷重による四点曲げ疲労試験において Au 薄膜によるき裂長さの測定を行った結果、光学顕微鏡による測定が困難である速いき裂進展領域においてもき裂長さを連続的に測定でき、またき裂進展速度が  $10^{-8}$  m/s から  $10^{-4}$  m/s の範囲について  $K_I$ - $V$  特性評価を行うことができた。

(2) 脆性材料にビッカース圧子を押し込んだ際に発生する表面き裂の除荷後のき裂の成長を追跡することにより  $K_I$ - $V$  特性および疲労き裂進展パラメータ  $n$  値を評価できることを示した。

(3) 熱強化ガラスのき裂進展パラメータ  $n$  値はフロートガラスのそれよりも明らかに大きくなることが分かった。また、同じ応力拡大係数に対して、熱強化ガラスはフロートガラスよりき裂進展速度が小さくなる。したがって、熱強化ガラスに存在する表面圧縮残留応力は破壊強度を増大させるのみではなく、き裂の進展抵抗を増大させ、疲労寿命を増大させる効果があることが判明した。

(4) 熱強化ガラスはフロートガラスよりも  $n$  値が大きい材料、すなわちき裂進展抵抗が大きい反面、き裂進展の加速が大きく、突然の破壊を生じやすい材料であることが分かった。したがって、熱強化ガラスを構造用材料として用いる際、この特性を考慮する必要がある。

## 参考文献

- (1) P.K. Gupta, N.J. Jubb, J. Am. Ceram. Soc., 64, C-112 (1981)
- (2) I. S. Raju, J. C. Newman, Jr., NASA TM X-72825 (1977)
- (3) J. J. Petrovic, M. G. Mendiratta, ASTM STP 678 (1979), 83
- (4) J. C. Newman, Jr., NASA TN D-8244 (1976)
- (5) 木村雄二, 山本茂夫, 関谷道雄, 国尾武, 材料, 36-401 (1986), 160-165
- (6) G. R. Irwin, Trans of ASME, J. of Appl. Mech., (1962), 651-654
- (7) 木村雄二, 山本茂夫, 関谷道雄, 国尾武, 材料, 36-401 (1986), 160-165
- (8) 依田満夫, 日本セラミックス協会学術論文誌, 97 - 9 (1989), 960 - 964
- (9) 社団法人日本セラミックス協会編, “セラミックス先端材料”, オーム社, (1991), 65
- (10) D. A. Krohn and D. P. Hasselman., J. Amer. Ceram. Soc., 55 (1972), 208
- (11) K. Urashima, Yo Tajima and M. Watanabe, Fracture Mechanics of Ceram, 9-235 (1992)
- (12) 山根正之, 安井至, 和田正道, 国分可紀, 寺井良平, 近藤敬, 小川晋永, “ガラス工学ハンドブック”, (1999), 朝倉書店
- (13) S.M. Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc., 50 (1967), 407 - 414

## 第4章 熱強化ガラスの静疲労および動疲労特性

### 4.1 緒言

熱強化ガラスは、普通のガラスに比べて衝撃に対する強度が高いこと、および破壊が起こった場合でも破片が粒状で大きな塊になりにくいいため、安全なガラスとして建築用材料として急速に普及している。しかしながら、熱強化ガラスには表面付近に圧縮応力層が存在すると同時にそれとバランスする引張応力層が存在する。また、ガラスの表面には、その成型加工の途中でできる傷や、硬いものなどの衝撃、風による飛来物の衝突などの外力によってできる傷など、欠陥の存在する確率が高い。さらに、構造物の大型化にともない熱強化ガラスも大型化しており、また、その使用環境も様々である。例えば窓ガラスとして熱強化ガラスを使用した場合、風などの外力を繰返し受けることとなる。このように長時間の負荷を受ける環境の下でガラス表面に存在するき裂が進展し、それにともない内部残留応力のバランスが崩れると予期せぬ破壊を引き起こすことも考えられる。したがって、ガラスの表面に存在する傷の成長に内部残留応力がどのような影響を及ぼすのかを疲労強度の立場から調べることは重要である。前章において熱強化ガラスのき裂進展特性について検討を行った。本章においては、き裂進展特性と疲労寿命との関連性を疲労試験で確認するために動疲労および静疲労試験を行った。

具体的には、あらかじめその表面に、大きさの異なる予き裂を人工的に導入したフロート板ガラスに熱処理を加えて熱強化ガラスを作成し、四点曲げ負荷による動疲労試験、静疲労試験を行い、熱処理によって生じた表面圧縮応力と内部の引張応力の破壊強度および疲労特性への影響、また、それらに及ぼす破壊源となる表面き裂の大きさの影響を検討した。

## 4.2 熱強化ガラスの疲労

### 4.2.1 静疲労および動疲労現象

熱強化ガラスをはじめとする一般のガラスの強度は、負荷時間が長いほど、また負荷速度が小さいほど低下する。このような強度の負荷時間依存性は静疲労(Static fatigue)と呼ばれている。ガラスやセラミックスの分野では、従来より強度の負荷速度依存性を特に動疲労(Dynamic fatigue)と呼んでいるが、これは負荷時間に依存したき裂成長という観点からは本質的に静疲労と同じ現象である。このような時間依存性を示す強度の低下は、臨界値以下の応力下で生じる緩やかなき裂成長 (SCG : Slow or subcritical crack growth) によるものである。SCG は破壊力学的にはき裂進展速度  $V$  と応力拡大係数  $K_I$  の関係、すなわち  $K_I$ - $V$  線図を基礎に論じられる。したがって、材料強度の負荷時間依存性を理解する上で  $K_I$ - $V$  線図はきわめて重要であり、また、材料の疲労寿命予測に必要な基本的情報を与える。

本論文第3章においては、き裂進展試験を行い、き裂進展速度  $V$  と応力拡大係数  $K_I$  を直接的に求め、熱強化ガラスの  $K_I$ - $V$  特性評価を行った。

一方で、疲労試験を行い、材料の疲労寿命予測に必要なき裂進展パラメータ  $n$  値を求めることができる。本章では、静疲労試験と動疲労試験を行い、き裂進展パラメータ  $n$  値を求め、第3章で求めたき裂進展特性との関連を調査する。

### 4.2.2 静疲労試験とき裂進展パラメータ $n$ 値

静疲労試験では、臨界応力値以下の一定負荷応力  $\sigma_a$  を加え、破壊に至るまでの時間  $t_f$  を測定する。静疲労試験における負荷応力  $\sigma_a$  と破壊時間  $t_f$  の関係は次式で表すことができる<sup>(1)</sup>。

$$t_f = A_s \sigma_a^{-n} \dots\dots\dots (4.1)$$

ここで  $A_s$  は材料及び環境によって決まる定数である。したがって、式 (4.1) の関

係を両対数軸系に表せば、それらの傾きよりき裂進展パラメータ  $n$  値を求めることができる。図 4.1 は  $\log t_f$  を  $\log \sigma_a$  の関係を模式的に表したものである。図 4.1 に示すように  $\log t_f$  と  $\log \sigma_a$  の関係は  $-1/n$  の傾きをもつ直線となり、この直線の傾きよりき裂進展パラメータ  $n$  値を求めることができる。

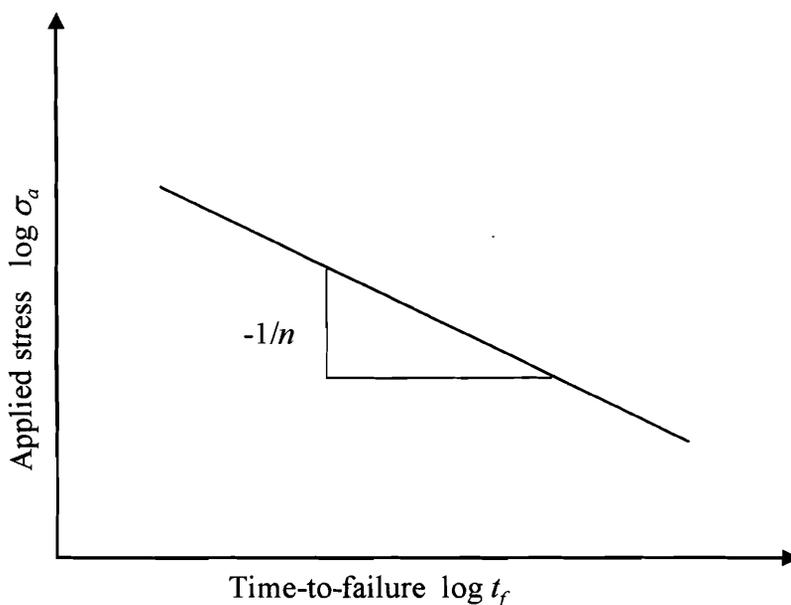


図 4.1 静疲労試験におけるき裂進展パラメータ  $n$  値

#### 4.2.3 動疲労試験とき裂進展パラメータ $n$ 値

動疲労試験では、応力速度  $\dot{\sigma}$  を一定に保ちながら負荷を増加させ、破壊に至るまでの時間  $t_f$  と破壊応力  $\sigma_f$  を測定する。動疲労試験における応力速度と破壊応力の関係は、次式で表すことができる<sup>(1)</sup>。

$$\sigma_f^{n+1} = B_d \dot{\sigma} \dots\dots\dots (4.2)$$

ここで  $B_d$  は材料および環境によって決まる定数である。したがって、式 (4.2) の

関係を両対数軸系に表せば、それらの傾きよりき裂進展パラメータ  $n$  値を求めることができる。図 4.2 は  $\log \sigma_f$  と  $\log \dot{\sigma}$  の関係を模式的に表したものである。図 4.2 に示すように  $\log \sigma_f$  と  $\log \dot{\sigma}$  の関係は  $1/(n+1)$  の傾きをもつ直線となり、この直線の傾きよりき裂進展パラメータ  $n$  値を求めることができる。

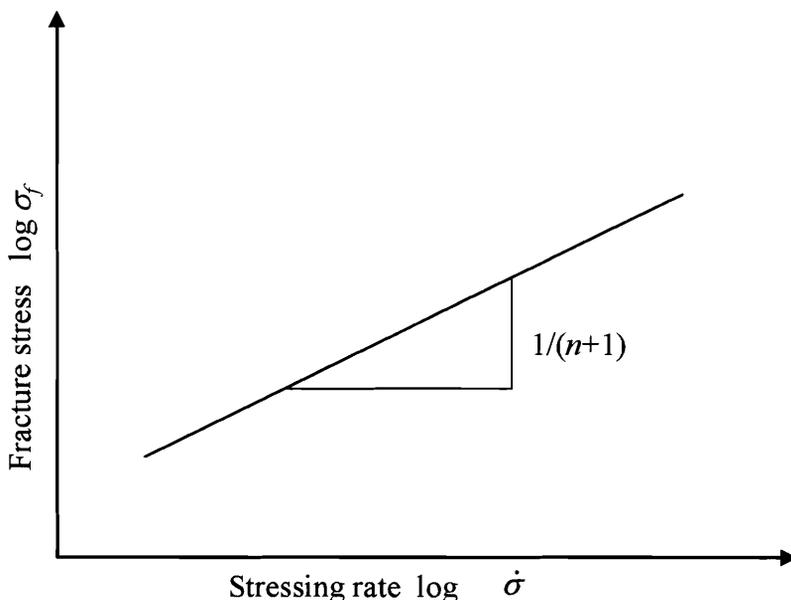


図 4.2 動疲労試験におけるき裂進展パラメータ  $n$  値

#### 4.2.4 等価時間の概念

動疲労試験において、応力速度  $\dot{\sigma}$  は一定であることから、時刻  $t$  における応力を  $\sigma(t)$  とすると、 $\sigma(t) = \dot{\sigma}t$  と表すことができる。動疲労試験において試験片が破断に至る時間、すなわち動疲労寿命を  $t_d$  とすると、式 (4. 2) より次式を得る。

$$t_d^{n+1} = B'_d \dot{\sigma}^{-n} \dots \dots \dots (4. 3)$$

ここで  $B'_d$  は材料および環境によって決まる定数である。また、動疲労試験における

強度を $\sigma_d$ とすると、 $\sigma_d = \dot{\sigma}_t$ であるから、式(4.3)より $\dot{\sigma}$ を消去して次式を得る。

$$t_d = B_d'' \sigma_d^{-n} \dots\dots\dots (4.4)$$

ここで、 $B_d''$ は材料および環境によって決まる定数である。すなわち、動疲労試験の動疲労寿命に対応する式(4.4)は式(4.1)と同じ形をしていることが分かる。静疲労寿命と動疲労寿命の比は $n+1$ である。この関係より動疲労寿命 $t_d$ は動疲労強度 $\sigma_d$ が静的に負荷された場合の静疲労寿命 $t_{eq}$ に換算することができる。これを等価時間と呼ぶ。

### 4.3 実験方法

#### 4.3.1 試験片および負荷条件

試験片形状、負荷条件および熱処理条件は第3章で述べたCSF法を用いたき裂進展試験に用いたものと同様である。

#### 4.3.2 予き裂の導入

試験片への予き裂の導入は、ビッカースおよびヌープ硬さ試験機を用い、試験片引張側表面の中央部にビッカース圧子を30s押し付けることによって行った。

また、押し付ける際の荷重を変えることによって、異なる大きさの予き裂を導入し、疲労特性に及ぼす予き裂寸法の影響を検討した。荷重は、1.96, 4.9, 9.8Nの3種類とした。

それぞれの負荷荷重において予き裂を導入した後、光学顕微鏡により初期き裂形状を観察し、予き裂の表面長さ $2c$ を測定した。圧子押し込みにより導入された予き裂の表面長さ $2c$ はそれぞれ、55 $\mu\text{m}$ , 115 $\mu\text{m}$ , 175 $\mu\text{m}$ 程度である。また図4.3は破壊試験後の破面写真、図4.4は破面模式図である。この破面観察から、予き裂は、表面のき裂長さ $2c$ に対しておよそ1/3のき裂深さ $a_d$ を持つ半楕円状き裂であることが確認された。

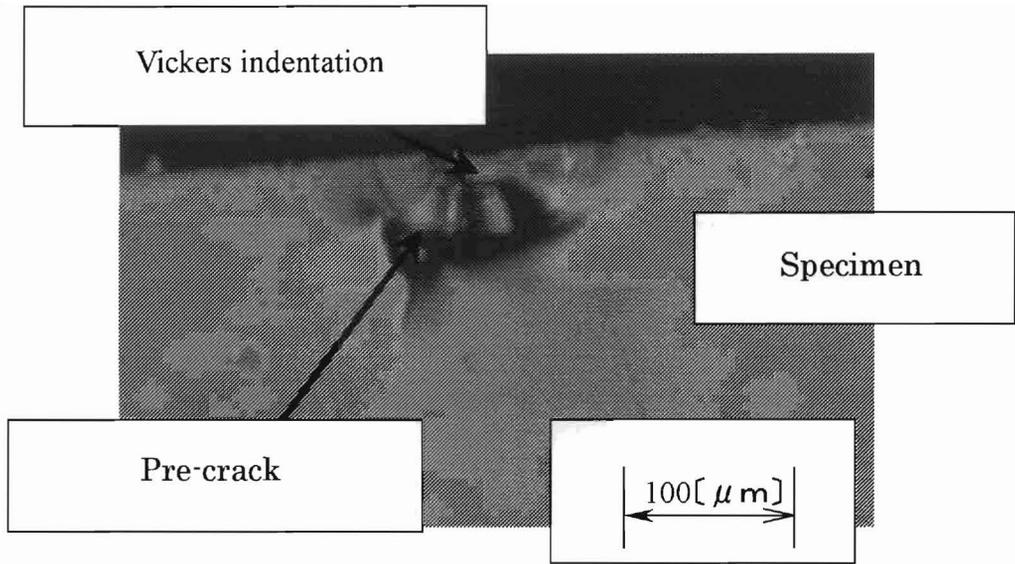


图 4.3 破面写真

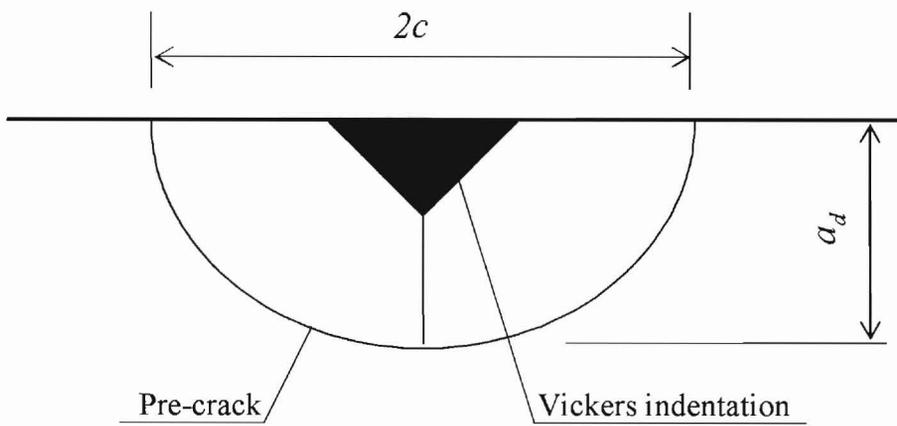


图 4.4 破面模式图

#### 4.3.3 熱処理

予き裂の導入を行った試験片は、それによってき裂近傍に残留応力が発生しており、それが疲労強度に影響を及ぼすため、これを除去するために焼なましを加えた。

本研究では、焼なまし温度は 565°C、焼入れ温度は 620°C とし、急冷には圧縮空気を用いた。なお、焼なまし、焼入れそれぞれの熱処理を終えた試験片については、光学顕微鏡によって初期き裂の存在を確認した。

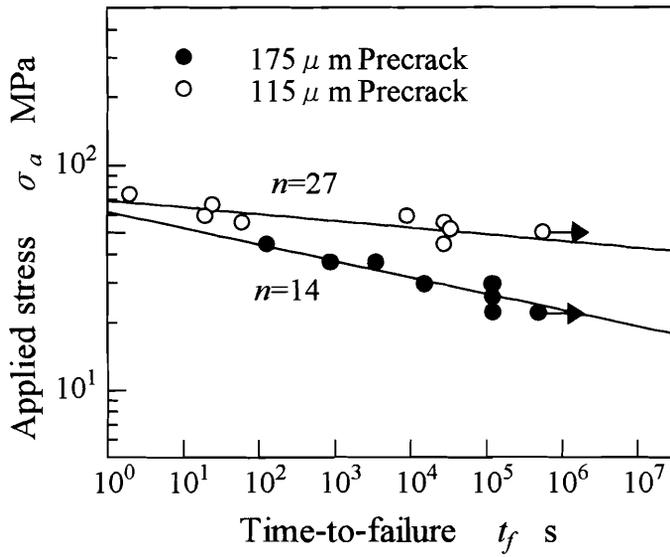
#### 4.3.4 疲労試験

疲労試験として、四点曲げ負荷による動疲労試験と静疲労試験を行った。動疲労試験では、応力速度  $\dot{\sigma}$  を一定に保ちながら負荷を増加させ、破壊に至るまでの時間  $t_f$  と破壊応力  $\sigma_f$  を測定する。本研究では三段階の異なる応力速度の下で試験を行い、それぞれの応力速度における破壊応力を測定した。測定した応力速度と破壊応力の関係を両対数軸系にプロットすることにより、熱強化ガラスおよびフロートガラスのき裂進展パラメータ  $n$  値を求めた。静疲労試験では、臨界応力値以下の一定負荷応力  $\sigma_0$  を加え、破壊に至るまでの時間  $t_f$  を測定する。ここでは異なる負荷応力の下で試験を行い、それぞれの負荷応力における破壊時間を測定した。測定した負荷応力と破壊時間の関係を両対数軸系にプロットすることにより、熱強化ガラスおよびフロートガラスのき裂進展パラメータ  $n$  値を求めた。

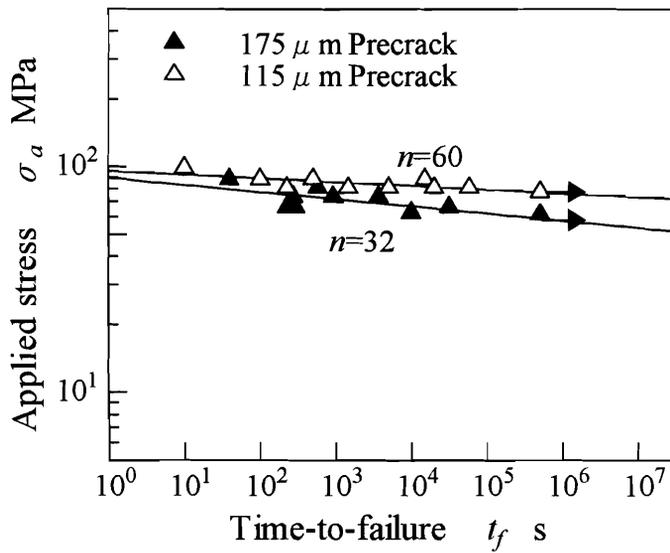
## 4.4 実験結果および考察

### 4.4.1 静疲労試験結果

大きさの異なる予き裂を導入した熱強化ガラスとフロートガラス試験に対して静疲労試験を行い、負荷応力 $\sigma_a$ と破断時間 $t_f$ の関係を測定した。図 4.5(a),(b)はそれぞれ、フロートガラス、熱強化ガラス試験片に関して、静疲労試験によって得られた負荷応力 $\sigma_a$ と破断時間 $t_f$ の関係を両対数軸系で表したものである。図中の実線は測定値について最小二乗法を用いて引いた近似直線であり、これらの傾きから得られる $n$ 値も併記してある。また、図中の矢印は、打ち切り時間である $5 \times 10^5$  s を超えても破壊しなかったことを示す。いずれの初期き裂においても、破断寿命は負荷応力の減少と共に単調に増加しており、同一負荷応力での破断寿命は熱強化ガラス試験片のほうがフロートガラス試験片よりも明らかに大であった。また、 $n$ 値を比較すると、いずれの初期き裂においても熱強化ガラス試験片のほうがフロートガラス試験片より $n$ 値が大であった。以上の事実より、熱強化ガラスの表面圧縮残留応力は静疲労試験においても破断寿命を増大させると共に、き裂の進展抵抗も増大させる効果があることがわかった。ただしその値の増加の割合は初期き裂寸法の大きさには依存せず、静疲労においては内部の引張応力層はそれほど疲労特性に影響しなかったと考えられる。



(a) フロートガラス



(b) 熱強化ガラス

図 4.5 熱強化ガラスおよびフロートガラスにおける破断時間と負荷応力の関係

#### 4・4・2 静疲労寿命予測値と実験値の比較

き裂進展特性評価によって得られた疲労パラメータを用いて求めた静疲労寿命予測値と実験値の比較を図 4.6 に示す。実験値にはビッカース圧子押し込み荷重 9.8N で予き裂を導入した熱強化ガラスとフロートガラス試験片を用いて行った静疲労試験結果を用いる。図 4.6 の縦軸は負荷応力  $\sigma_a$  を臨界破壊応力  $\sigma_{IC}$  で割ることで無次元化した  $\sigma_a/\sigma_{IC}$ 、横軸には静疲労寿命  $t_f$  をとり両対数軸系で表したものである。図中の実線および破線はそれぞれ熱強化ガラス、フロートガラスの静疲労寿命予測値を示している。図からわかるように、熱強化ガラス、フロートガラスいずれにおいても実験値と予測値の間には同様の傾向が確認される。すなわち、実験値の負荷応力の減少にともなう疲労寿命の増加の割合は、予測値とほぼ一致しており、予測値は実験値の挙動をよく表している。したがって、き裂進展特性評価によって得られた疲労パラメータを用いて導出した静疲労寿命予測値は実験値の挙動をよく説明でき、寿命予測に十分適用可能であることが分かった。

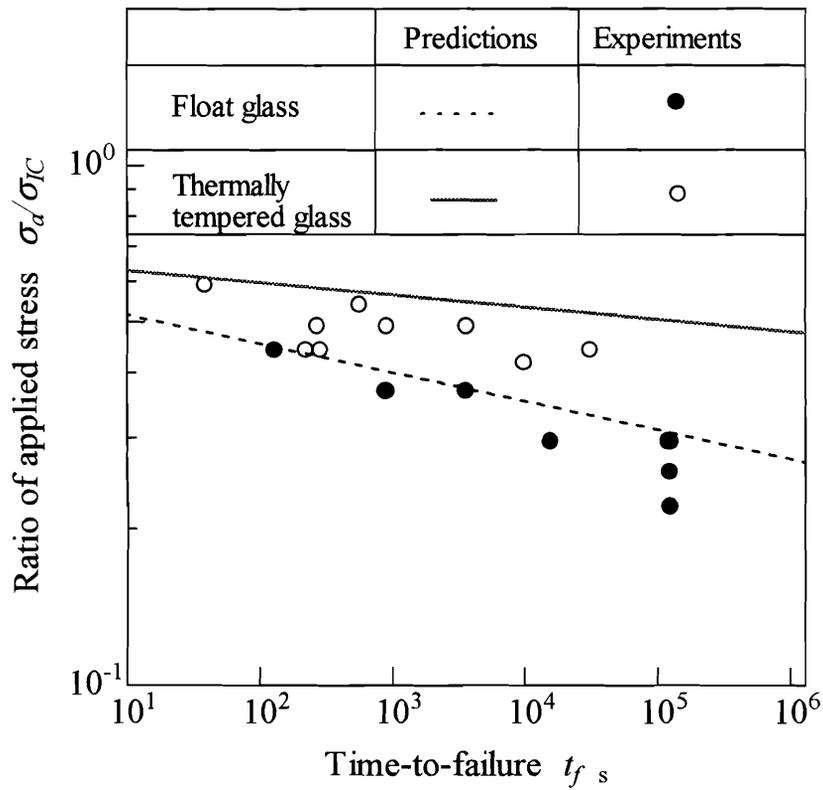
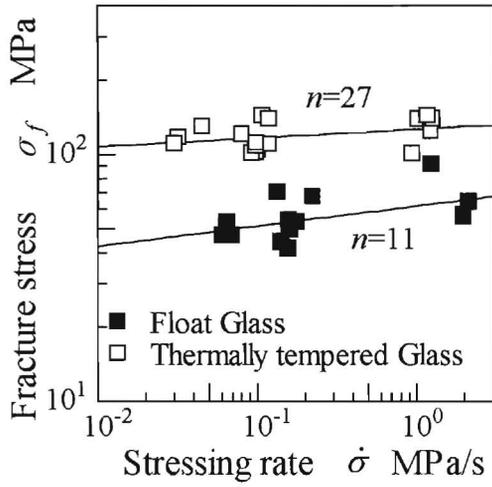


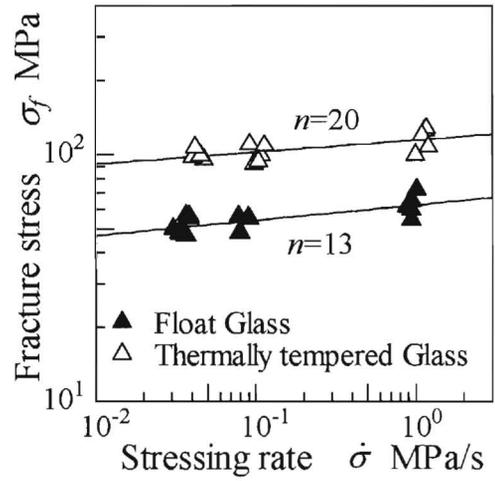
図 4.6 疲労寿命予測値と実験値の比較

#### 4・4・3 動疲労試験結果

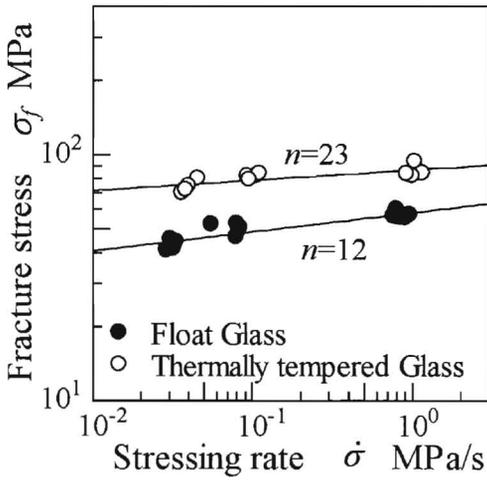
大きさの異なる予き裂を導入した熱強化ガラス、フロートガラス試験に対して動疲労試験を行い、破壊応力 $\sigma_f$ と応力速度 $\dot{\sigma}$ の関係を測定した。図4.7は動疲労試験によって得られた破壊応力 $\sigma_f$ と応力速度 $\dot{\sigma}$ の関係を両対数軸系で表したものである。図4.7中の実線は測定値について最小二乗法を用いて引いた近似直線であり、これらの傾きから得られる $n$ 値も併記してある。まず、いずれの初期き裂においても熱強化ガラス試験片の方がフロートガラス試験片よりも破壊応力が大であり、いずれの試験片においても応力速度の増加と共に破壊応力が単調に増大した。また、その増加の割合は初期き裂寸法が小さい方が大である傾向が見られた。き裂進展パラメータ $n$ 値に着目するならば、いずれの初期き裂の大きさにおいても熱強化ガラス試験片の方がフロートガラス試験片より $n$ 値が大であった。これらの事実より、熱強化ガラスの表面圧縮応力は動疲労強度を増大させると共にき裂の進展抵抗をも高める働きをすることがわかった。図4.8は、同様の試験結果をフロートガラス、熱強化ガラスそれぞれの試験片別に比較したものである。これより、初期き裂寸法の影響は特に熱強化ガラス試験片において大きいことがわかる。フロートガラス試験片は、破壊応力、 $n$ 値共に初期き裂が変化してもほぼ一定であったのに対し、熱強化ガラス試験片においては、初期き裂寸法が大きくなるにつれて破壊応力が減少した。これは、熱強化ガラスにおいては初期き裂が大である場合、内部引張応力層の影響をより大きく受けたことによるものと考えられる。また、図4.9(a),(b)はそれぞれ、フロートガラス、熱強化ガラスの動疲労試験における破壊応力 $\sigma_f$ と動疲労寿命の等価時間 $t_{eq}$ の関係を示している。図4.9から分かるように、動疲労試験においても静疲労試験と同様の傾向が確認された。すなわち、熱強化ガラス、フロートガラスいずれにおいても、破壊応力 $\sigma_f$ の減少とともに動疲労寿命の等価時間 $t_{eq}$ は単調に増加する。



(a) 55 $\mu\text{m}$  予き裂試験片

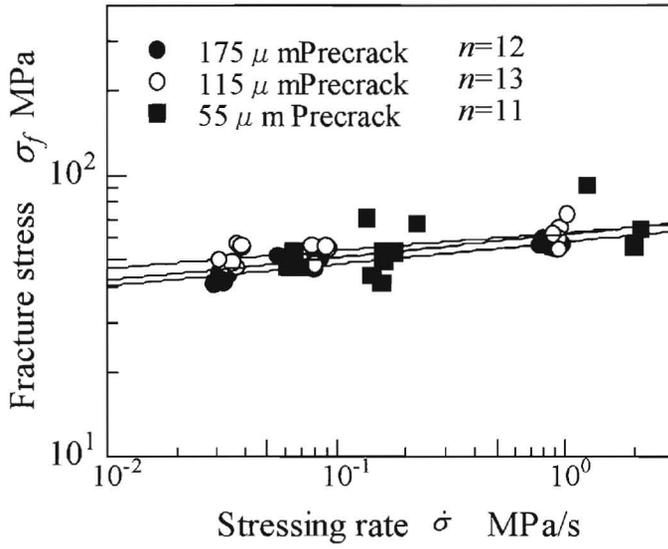


(b) 115 $\mu\text{m}$  予き裂試験片

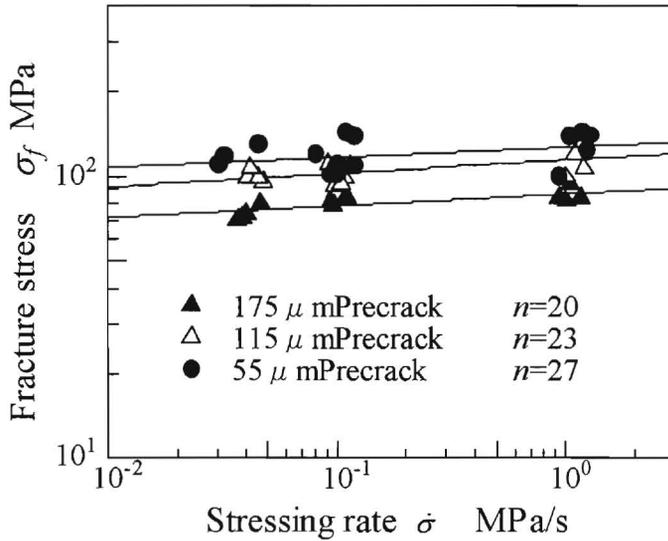


(c) 175 $\mu\text{m}$  予き裂試験片

図 4.7 応力速度と破壊応力の関係

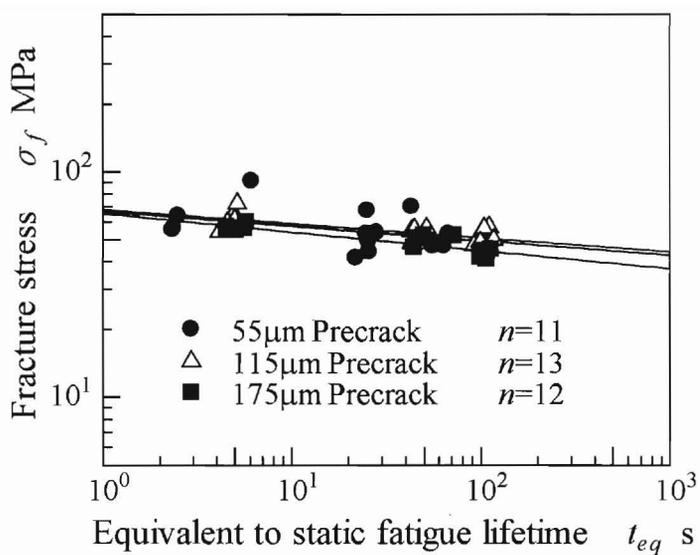


(a) フロートガラス

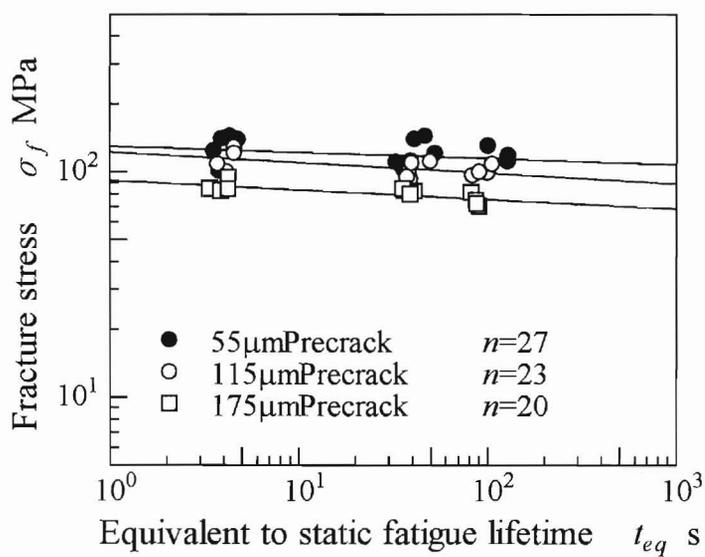


(b) 熱強化ガラス

図 4.8 破壊応力およびき裂進展パラメータの予き裂寸法依存性



(a) フロートガラス



(b) 熱強化ガラス

図 4.9 動疲労試験における破壊応力と動疲労寿命等価時間の関係

#### 4.4.4 き裂進展パラメータ $n$ 値の比較

本章では、熱強化ガラスおよびフロートガラス試験片に対して動疲労試験と静疲労試験を行い、疲労特性、き裂進展パラメータ  $n$  値について検討した。得られたき裂進展パラメータ  $n$  値と第3章において求めたき裂進展特性より得られたき裂進展パラメータ  $n$  値を比較し、き裂進展特性と疲労特性の関連性を検討する。表 4.1 は本章で行った動疲労および静疲労試験によって得られた熱強化ガラスおよびフロートガラスの  $n$  値と第4章で求めた  $n$  値である。表 4.1 より、き裂進展試験と疲労試験において同様の傾向が得られたことが分かる。すなわち、いずれの結果においても熱強化ガラスの方がフロートガラスよりも  $n$  値が増大しており、熱強化ガラスの表面圧縮残留応力はき裂の進展を抑制する働きがあることが示された。一方で、熱強化ガラスの  $n$  値に及ぼす予き裂寸法の影響を考察すると、第3章の押し込み誘起微小き裂進展試験および本章の疲労試験より求めた  $n$  値には予き裂寸法への依存性は確認されなかった。しかしながら、疲労試験の結果においては、僅かではあるが動疲労、静疲労試験いずれにおいても予き裂寸法が減少するほど  $n$  値は増大する傾向が見られる。特に静疲労試験においてはき裂寸法の増大にともない  $n$  値は減少している。これについては次のように考えた。四点曲げ試験においては熱強化ガラスの応力状態は放物線状に分布する残留応力と曲げ応力を足し合わせたものになる。すなわち最大の引張応力は試験片の引張側に偏在することとなるため、静疲労試験のように負荷が長時間に及ぶ場合、き裂が内側まで進展し、引張残留応力の影響を受け易くなり、圧縮残留応力によるき裂進展抑制効果が緩められ、 $n$  値が減少したと考えた。

表 4.1 き裂進展パラメータ  $n$  値の比較

Materials	Methods	Crack growth exponent $n$		
		1.96	4.9	9.8
Float Glass	CSF method (obtained from Fig.3.8)	18, 19		
	CSF method (obtained from Fig.3.8)	41, 51		
		Indentation load N		
		1.96	4.9	9.8
Float Glass	Gupta's method (obtained from Fig.3.9)	19	20	22
	$K_I - V$ diagram (obtained from Fig.3.11)	21	18	22
	Dynamic fatigue test	11	13	12
	Static fatigue test	-	27	14
Thermally tempered glass	Gupta's method (obtained from Fig.3.10)	38	40	43
	$K_I - V$ diagram (obtained from Fig.3.11)	34	34	36
	Dynamic fatigue test	27	23	20
	Static fatigue test	-	60	32

#### 4.5 結言

本章においては、き裂進展特性と疲労寿命との関連性を実際の疲労試験で確認するために動疲労および静疲労試験を行った。あらかじめその表面に、大きさの異なる予き裂を人工的に導入したフロート板ガラスに熱処理を加えて熱強化ガラスを作成し、四点曲げ負荷による動疲労試験と静疲労試験を行い、熱処理によって生じた表面圧縮応力と内部の引張応力の破壊強度および疲労特性への影響、また、それらに及ぼす破壊源となる表面き裂の大きさの影響を検討した結果、得られた結論を以下に示す。

(1) 熱強化ガラスの表面圧縮応力は、破壊強度を増大させると共に、き裂の進展抵抗も高める働きをすることが分かった。

(2) 動疲労試験の結果、フロートガラス、熱強化ガラス共に初期き裂寸法とは関係なく、応力速度が低くなるほど破壊応力も低下することが分かった。

(3) 動疲労試験および静疲労試験の結果、熱強化ガラスの表面圧縮残留応力はき裂進展抵抗を高め、疲労強度を増加させる働きをすることが分かった。

(4) き裂進展特性評価によって得られた疲労パラメータを用いて求めた静疲労寿命予測値と実験値の比較を行った結果、静疲労寿命予測値は実験値の挙動をよく説明でき、寿命予測に十分適用可能であることが分かった。

(5) き裂進展特性より求めたき裂進展パラメータ  $n$  値と疲労試験より求めた  $n$  値には同様の傾向が見られ、き裂進展特性と疲労寿命との関連が確認された。すなわちいずれの試験結果においても熱強化ガラスの  $n$  値はフロートガラスの  $n$  値よりも増大する。このことから、熱強化ガラスの表面圧縮残留応力はき裂の進展を拘束し、疲労寿命を増大させる効果があることが分かった。また、いずれの試験結果においても  $n$  値に及ぼすき裂寸法の顕著な影響は確認されなかった。

## 参考文献

- (1) 岡田明, セラミックスの破壊力学, 内田老鶴圃, (1991)

## 第5章 熱強化ガラスの拡張個別要素法による衝撃破壊解析

### 5.1 緒言

熱強化ガラスの破壊の多くは長時間の使用の下でき裂が進展し、破壊に至る疲労破壊や外部からの衝撃負荷による衝撃破壊が原因である。疲労と衝撃を原子レベルで考えると、衝撃破壊とは、原子間結合力よりも大きな引張応力が外部から加えられることで原子が分離することにより、破壊が生じる現象である。この場合の原子の分離、すなわち破壊の原因となるき裂の進展は高速で生じ、きわめて短い時間で破壊に至る。一方で疲労とは、原子間結合力以下の引張応力が長時間負荷された場合に、環境中の水分との化学反応により、結合していた原子が分離することにより生じるゆっくりとしたき裂進展現象(Slow or Subcritical Crack Growth)である。本論文、第3章、第4章では熱強化ガラスのき裂進展特性と疲労特性について調査を行った。本章では、熱強化ガラスの衝撃破壊特性について検討する。熱強化ガラスの重要な特性の一つとして、破壊が生じた際に細かな破片にばらばらになることが挙げられる。このような破壊挙動やき裂伝ばは、設計上や防災上において重要な意味をもつため、幾つかの研究がなされているが<sup>(1), (2)</sup>、放物線状に分布する熱強化ガラス内部の残留応力がき裂伝ばに及ぼす影響に関しては未だ不明な点が多く、特に内部引張残留応力の影響を実験によって解明することは非常に困難である。

そこで、本章ではメッシュレス解析法である拡張個別要素法<sup>(4), (5)</sup>を用いて内部に残留応力分布が存在する熱強化ガラスモデルを提案した。拡張個別要素法は、解析対象物を個別要素と間隙物質から構成される非連続体モデルとして表現するもので、物体がばらばらに破壊するような場合でも解析することができる。提案したモデルは配列させるそれぞれの個別要素の半径を滑らかに変化させることで、力のつりあいから圧縮と引張りの残留応力を表すものである。解析の結果、この手法によって実験で確認されている放物線状に分布する残留応力を表すことができ、また、その量や分布は要素半径によって制御できることを示した。さらに、そのモデルを用いて、強化度が異なる、すなわち残留応力分布が異なる熱強化ガラスモデルを作成し、残留応力が衝撃破壊挙動とき裂伝ば

速度に及ぼす影響を解析した。

## 5.2 拡張個別要素法 (Extended Distinct Element Method, EDEM) <sup>(1), (2)</sup>

砂利とモルタルの複合体であるコンクリートの動的挙動の解析を可能とすることを目的として、粒状要素間にその間隙を満たす物質の存在を仮定し、要素同士がある程度の連続性を持つ解析モデルを構築することにより、粒状体解析の代表的手法である個別要素法 (DEM) を拡張したものが拡張個別要素法である。また拡張個別要素法 (以下 EDEM) は、DEM における非連続体解析法を母体としていることから、要素間に設定した間隙物質の破壊後には、要素同士が完全に離れて大規模な変形が生じたり、初期状態において接触していた要素とは別の要素と接触することによって初期とは異なった応力場を形成するなどの非連続体挙動をも、何ら特別な場合分け的な条件を付加することなく解析することが可能である。EDEM モデルは、間隙物質の効果として設定する間隙ばねの破壊に伴って、徐々に塑性化していき、モデル全体としての非連続体としての性質が自然あるいは自動的に表現されていくという特徴を持っている。

## 5.3 力学モデル

拡張個別要素法においては、図 5.1 に示すように解析対象物を個別要素と個別要素の間隙を満たす間隙物質の集合体として表現する。それぞれの個別要素の接触による力の伝達を表現するために、接触している要素間には弾性ばね、ダッシュポット、スライダからなる要素ばねを導入する。また、解析対象物が連続体である場合、個別要素同士は接触していなくてもその周りを満たす間隙物質によって力が伝達される。したがって、要素間の間隙に存在する物質の効果を表すことを目的として、要素ばねとは別に間隙物質を表現する間隙ばねを導入する。図 5.2 に示すように法線方向と接線方向にそれぞれ弾性ばねとダッシュポットを並列に配置させた要素ばねと間隙ばねを導入する。要素ばねは接触している要素間に、間隙ばねについては間隙ばね設定基準を設け、要素間距

離が間隙ばね設定基準内にある要素間にそれぞれ導入する。

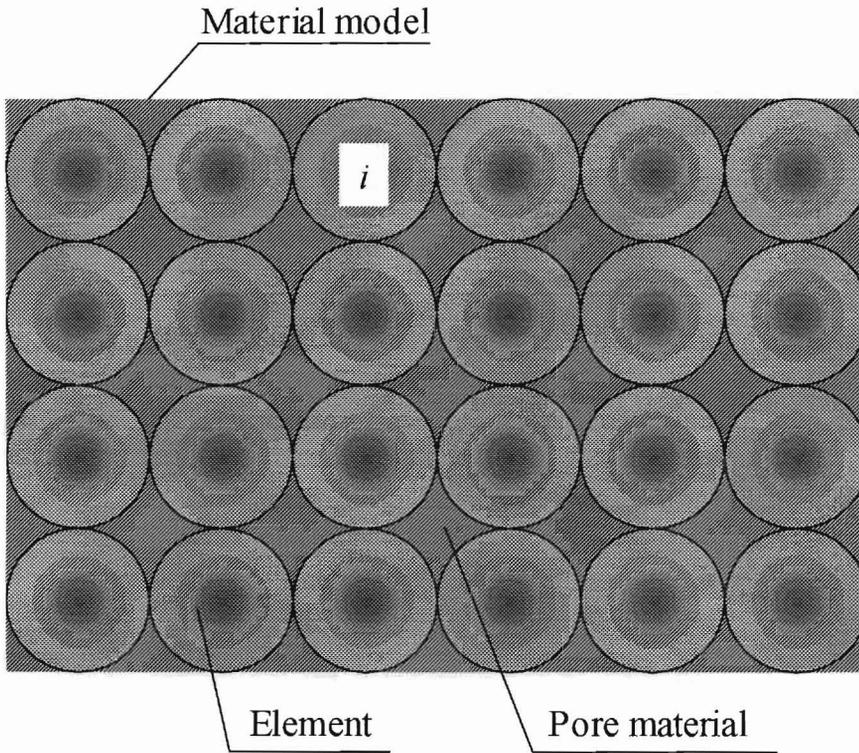


図 5.1 拡張個別要素モデル

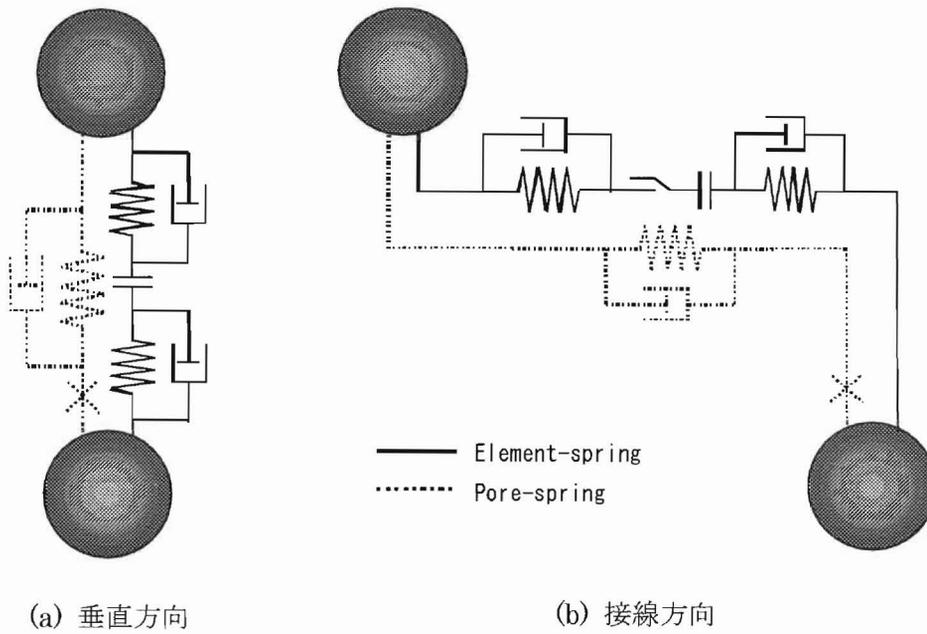


図 5.2 要素ばねと間隙ばね

#### 5.4 ばね定数の決定法

本解析では、伯野の方法に基づき弾性波を利用したばね定数決定法を採用した。要素ばねの法線方向のばね定数  $k_{en}$  及び接線方向のばね定数  $k_{es}$  はそれぞれ次式で与えられる。

$$\begin{aligned} k_{en} &= \frac{1}{4} \pi \rho V_P^2 \\ k_{es} &= \frac{1}{4} \pi \rho V_S^2 \end{aligned} \dots\dots\dots(5. 1)$$

ここで  $\rho$  は密度であり、 $V_P$  は物体中の  $P$  波速度、 $V_S$  は  $S$  波速度であり、次式で表される。

$$\begin{aligned} V_P &= \sqrt{\frac{E(1-\nu)(1+e)}{(1+\nu)(1-2\nu)\rho}} \\ V_S &= \sqrt{\frac{E(1+e)}{2(1+\nu)\rho}} \end{aligned} \dots\dots\dots(5. 2)$$

なお  $E$  はヤング率、 $\nu$  はポアソン比、 $e$  は間隙比である。間隙ばねの法線方向のばね定数  $k_{pn}$  及び接線方向のばね定数  $k_{ps}$  はパラメータ  $s_n$  と  $s_s$  を用いて次式が仮定される。

$$\begin{aligned} k_{pn} &= s_n k_{en} \\ k_{ps} &= s_s k_{es} \end{aligned} \dots\dots\dots(5. 3)$$

ここで、 $0 \leq s_n \leq 1$ 、 $0 \leq s_s \leq 1$  である。要素ばねの法線方向ダッシュポットの粘性定数  $\eta_{en}$ 、要素ばねの接線方向ダッシュポットの粘性定数  $\eta_{es}$ 、間隙ばねの法線方向ダッシュポットの粘性定数  $\eta_{pn}$ 、接線方向ダッシュポットの粘性定数  $\eta_{ps}$  は次式が仮定される。

$$\begin{aligned} \eta_{en} &= h_{en} \cdot 2\sqrt{mk_{en}} \\ \eta_{es} &= h_{es} \cdot 2\sqrt{mk_{es}} \\ \eta_{pn} &= h_{pn} \cdot 2\sqrt{mk_{pn}} \\ \eta_{ps} &= h_{ps} \cdot 2\sqrt{mk_{ps}} \end{aligned} \dots\dots\dots(5. 4)$$

ここで、 $h_{en}$ 、 $h_{es}$ 、 $h_{pn}$ 、 $h_{ps}$  はパラメータであり、 $0 \leq h_{en} \leq 1$ 、 $0 \leq h_{es} \leq 1$ 、 $0 \leq h_{pn} \leq 1$ 、 $0 \leq h_{ps} \leq 1$  である。き裂の発生するような大きな変形などを解析することを目的とする拡張個別要素法では、ダッシュポットは主に要素間の接触時の振動を取り除くために使われており、本論文でもそのような取り扱いをしている。

## 5.5 運動方程式

質量  $m_i$ ，慣性モーメント  $I_i$  を持つ円形要素  $i$  について，次の運動方程式が成り立つ．

$$m_i \cdot \frac{d^2 \mathbf{u}}{dt^2} + C_i \cdot \frac{d\mathbf{u}}{dt} + F_i = 0 \dots\dots\dots (5.5)$$

$$I_i \cdot \frac{d^2 \phi}{dt^2} + D_i \cdot \frac{d\phi}{dt} + M_i = 0 \dots\dots\dots (5.6)$$

ここで， $F_i$  は要素に働く合力， $M_i$  は要素に働く合モーメント， $C_i$ ， $D_i$  は減衰定数， $\mathbf{u}$  は要素の変位ベクトル， $\phi$  は要素の回転変位（2次元ではスカラー，3次元においてはベクトルとなる）である．また， $\mathbf{u}$  および  $\phi$  は，式（5.5），（5.6）を時間について数値積分することにより求められる．

## 5.6 数値積分法

数値積分法として，計算スピードが速い割に比較的高い精度の得られる中央差分近似法として知られている Leap frog Algorithm を用いた．

## 5.7 拡張個別要素法を用いた熱強化ガラスモデルの作成

### 5.7.1 解析モデル

拡張個別要素法を用いて、内部に圧縮と引張りの相互にバランスする残留応力が放物線状に分布している熱強化ガラスモデルを作成した。解析モデル図 5.3 に示すような長さ  $L=1.0 \times 10^{-1}\text{m}$ 、厚さ  $T=3.0 \times 10^{-2}\text{m}$ 、奥行き 1.0m のフロート板ガラスである。本研究においては、図に示すように、フロート板ガラスを等径正方形配置による円形個別要素の集合体モデルとして形成した。解析モデルは正方形配列で  $50 \times 15$  の 750 要素に分割している。計算条件として、要素半径  $r_i=1.0 \times 10^{-3}\text{m}$ 、要素質量  $m_i=7.75 \times 10^{-3}\text{kg}$ 、慣性モーメント  $I_i=3.875 \times 10^{-9}\text{kg} \cdot \text{m}^2$ 、時間間隔  $\Delta t=1.0 \times 10^{-8}\text{s}$  を用いた。ガラスの材料パラメータ<sup>(6)</sup>として、ヤング率  $E=74\text{GPa}$ 、ポアソン比  $\nu=0.225$ 、密度  $\rho=2500\text{kg/m}^3$ 、粘着力  $c_e=104\text{MPa}$ 、摩擦角  $\phi_e=55^\circ$ 、間隙ばね設定基準  $\alpha_e=1.05$ 、間隙ばね破壊基準  $\beta_e=1.00047$  を用いた。その他のパラメータとして、間隙比  $e=0.273$ <sup>(4)</sup>、ばね定数の現実あわせ係数  $s_n=s_s=1.0$ 、ダッシュポット粘性定数の現実あわせ係数  $h_{en}=h_{es}=h_{pn}=h_{ps}=1.0$  とした。

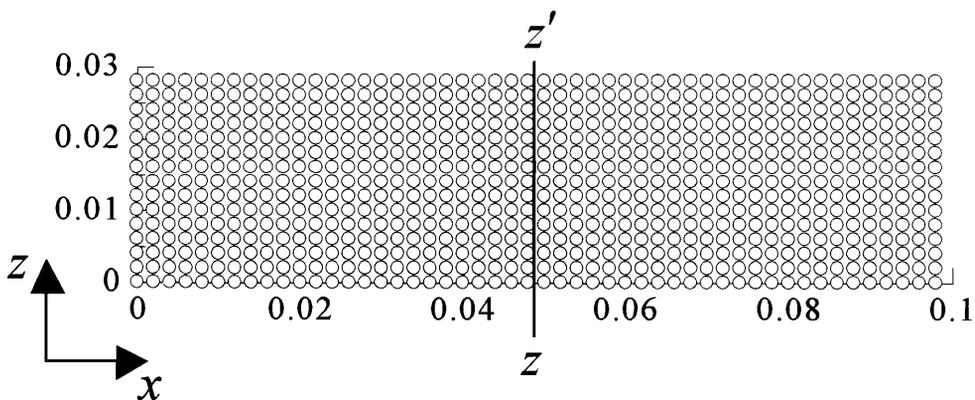


図 5.3 熱強化ガラス解析モデル

### 5.7.2 熱強化ガラスモデル

熱強化ガラスモデル作成の具体的な手法としては、配列する要素の半径を厚さ方向(z方向)について中心に近いほど小さくすることにより、それぞれの要素間には、その半径の変化に応じた力が間隙ばねによって作用する。以下に、残留応力分布の発生の手順と考え方を示す。

- ①同じ要素半径でガラス試験片の初期形状を作成する。
- ②図 5.4 に示すように要素  $i, j$  の中心の座標は動かさず、要素半径のみを小さくする。このようにすることで間隙ばねの伸び  $\delta L_{ij}$  は、要素間の初期長さ  $L_{ij}$ 、初期要素半径  $r_i, r_j$ 、小さくした要素半径を  $r'_i, r'_j$  とすると、初期状態では  $\delta L_{ij} = L_{ij} - (r_i + r_j) = 0$  となる。また要素を小さくした場合には  $r_i + r_j > r'_i + r'_j$  となるため、 $\delta L_{ij} = L_{ij} - (r'_i + r'_j) > 0$  となり、間隙ばねは引っ張られた状態になり引張りの力が発生する。
- ③上記のように板中央部を中心として内部に引張力が発生し、試験片モデル全体が力のつりあいを保つようになるため表面に圧縮力が作用することになる。

本解析においては  $z$  座標が  $z_i$  である要素の半径  $r_i$  を次式によって決定した。

$$r_i = r - r \cdot C \cdot \sin\left(\frac{z_i}{z_{upper}} \cdot \pi\right) \dots\dots\dots (5.7)$$

ここで、 $r$  は初期要素半径、最下面に位置する要素の  $z$  座標は  $0$ 、 $z_{upper}$  は最上面の  $z$  座標、 $C$  は定数である。この  $C$  に間隙ばねの設定基準を超えない範囲で値を与えて解析を行った。

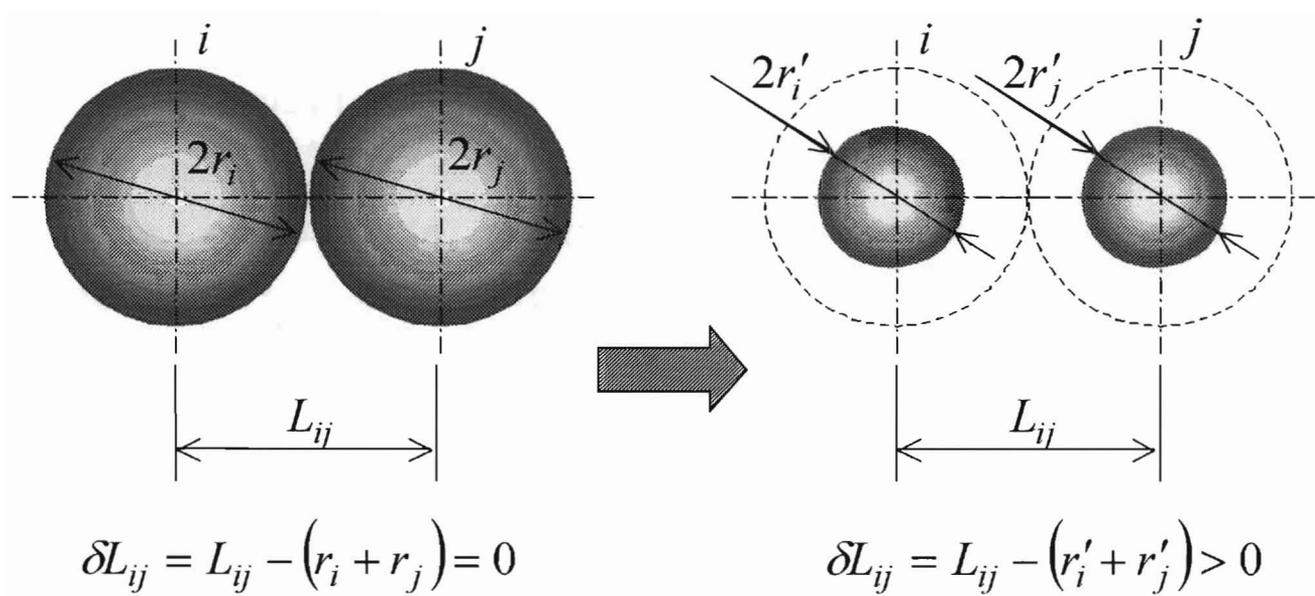


图 5.4 要素半径变更

## 5.8 数値計算例

本解析で作成した熱強化ガラスモデルは予め間隙ばねに力の分布を与え、時間の経過にともない、表面に圧縮、内部に引張りの相互にバランスする残留応力分布を生じさせるものである。したがって、モデル全体としては力のつりあいが保たれていなければならない。図 5.5 は  $C=0.00007$  とした場合の解析時間経過に伴う熱強化ガラスモデル全体の  $x, z$  方向に働く力の総和の推移を示している。解析開始直後は要素半径の変更によってモデル全体としては  $x, z$  いずれの方向にも引張りの力が働いている。その後、時間の経過に伴いこれら合力は振動しながら減衰し、ほぼ 0 に収束することが分かる。このことから、本解析における熱強化ガラスモデル全体として力のつり合いが保たれていることが確認された。また、図 5.6 は、 $x$  方向の合力がほぼ 0 に収束した時点での熱強化ガラスモデル中央断面（図 5.3 における  $z - z'$  面）に働く  $x$  方向の応力分布を示している。図 5.6 中に示した解析例  $M_a, M_b, M_c$  にはそれぞれ  $C=0.00007, 0.0001, 0.00017$  を用いた。

これらの結果から、式(5.7)を仮定し要素半径を滑らかに小さくすることにより間隙ばねにあらかじめ引張りの力の分布を与えることで、力のつりあいから放物線状の残留応力分布を自然に表現することができ、その大きさも調節できることが分かった。さらに、いずれの解析結果においても発生する表面の圧縮応力と中心の引張応力の比はおよそ 2:1、圧縮残留応力層の厚さは試験片厚さの 1/6 程度となり、それらの結果は土肥ら<sup>③</sup>の測定結果と一致しており、式(5.7)を用いて熱強化ガラスの残留応力分布を表現することが可能であると考えられる。図 5.7 は同様の解析モデルを用いた残留応力分布解析の一例を示している。後に述べるが、き裂伝ば速度に及ぼす表面圧縮残留応力の影響を検討するため、表面付近における圧縮残留応力の勾配が緩やかになるように式(5.7)を用いた要素半径変更後、更に半径を調節した。図 5.7 から分かるように放物線以外の残留応力分布も、要素半径の調節によって表現することができる。

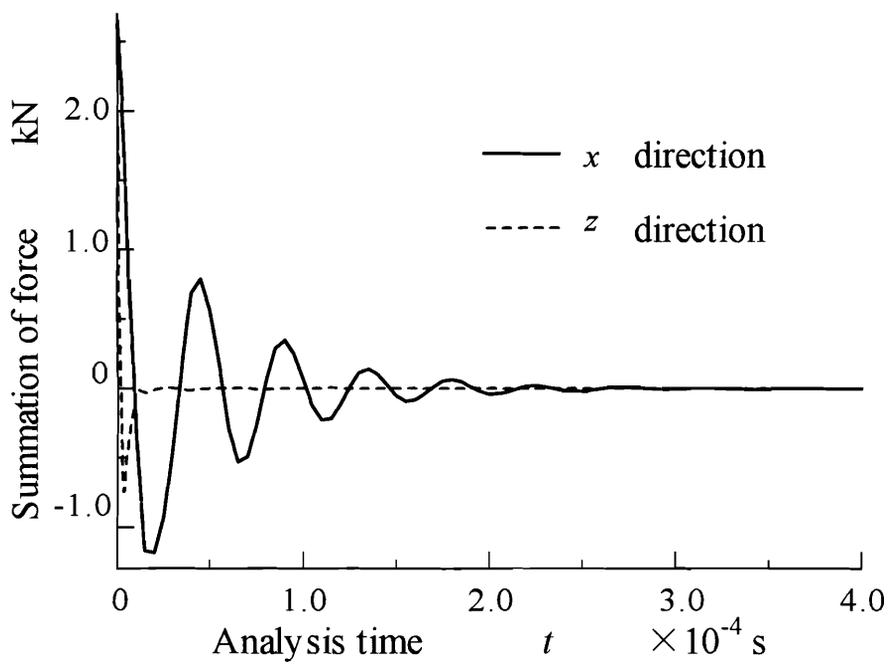


図 5.5 解析時間と熱強化ガラスモデルの合力の関係

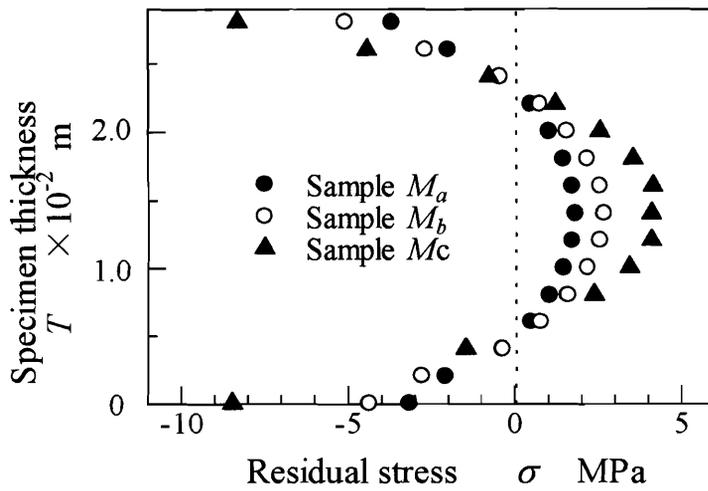


図 5.6 熱強化ガラスモデルの残留応力分布

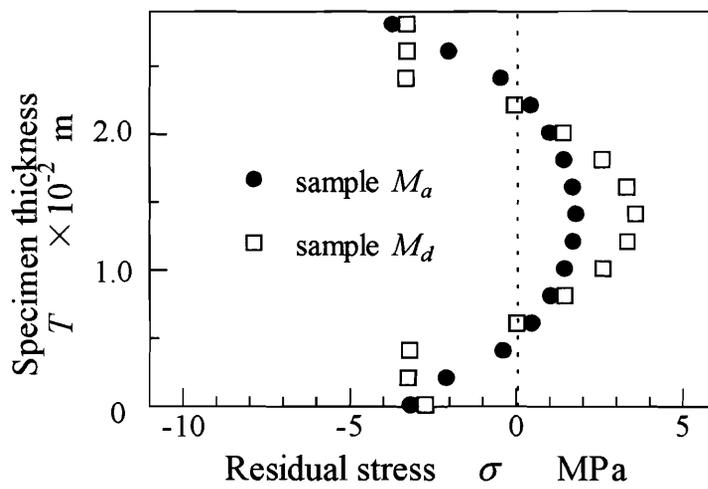


図 5.7 熱強化ガラスの残留応力分布

## 5.9 熱強化ガラスモデルの衝撃破壊解析

### 5.9.1 解析モデル

熱強化ガラスの残留応力が衝撃破壊挙動に及ぼす影響を検討するため、図 5.8 に示すように単純支持された通常の板ガラスと熱強化ガラス板の表面中央部に炭素鋼の衝撃子(図中の濃い色の要素)が 10m/s の速度で衝突する 2 次元解析を取り上げる。解析モデルは長さ  $L=9.8 \times 10^{-2} \text{m}$ 、厚さ  $T=1.8 \times 10^{-2} \text{m}$ 、奥行き 1.0m のフロート板ガラス及び熱強化ガラスで、正方形配列で  $49 \times 9$  の 441 要素に分割しており、計算条件は 5.5 節と同様である。熱強化ガラスモデルの作成条件は式(5. 3)において  $C=0.00007$  とした。また、炭素鋼の衝撃子に対してはヤング率  $E=206 \text{GPa}$ 、密度  $\rho=7800 \text{kg/m}^3$  と仮定し、重力の影響は無視した。

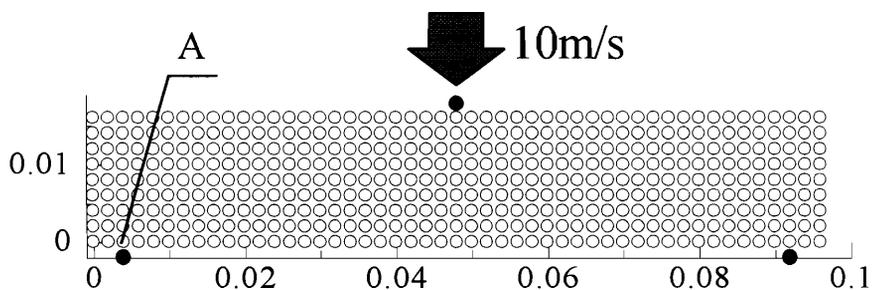


図 5.8 衝撃破壊解析モデル

## 5・10 数値計算例

拡張個別要素法を用いて作成した残留応力の分布が存在する熱強化ガラスモデルおよび残留応力が存在しない通常の板ガラスモデルに対して、炭素鋼の衝撃子が衝突した場合の衝撃破壊解析を行った。図 5.9 は、衝突後  $6.0 \times 10^{-4}$ s の時点における通常のガラス、図 5.10 は衝突後  $2.4 \times 10^{-4}$ s,  $6.0 \times 10^{-4}$ s の時点における熱強化ガラスの衝撃破壊の様子を示している。通常のガラスにおいては衝突部分の真下できれいに二つに割れているが、熱強化ガラスのモデルでは、衝突面から裏面に向かって斜め方向にき裂が発生し、また衝突部分を中心に細かな破片に砕けている様子がわかる。衝突により発生したき裂が内部に進展すると、残留応力の影響によって横方向にもき裂が進展するものと考えられる。このように細かい破片に砕ける現象は実際の破壊でも見ることができる<sup>(2)</sup>。図 5.11 は図 5.8 に A 点として示す試験片を支持する下端の治具部分に発生する支持反力  $R_A$  の時間変化を表している。この図より、熱強化ガラスの場合に発生する支持反力は大きくなり、明らかに熱強化ガラスがフロートガラスよりも強度が高く、強化されていることが確認できる。

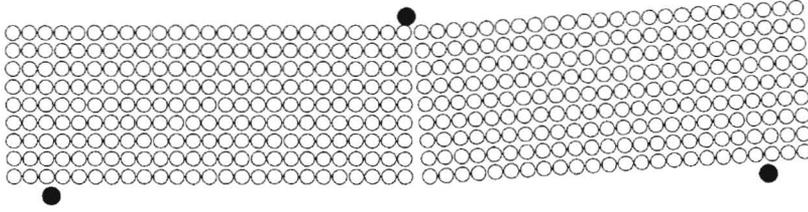
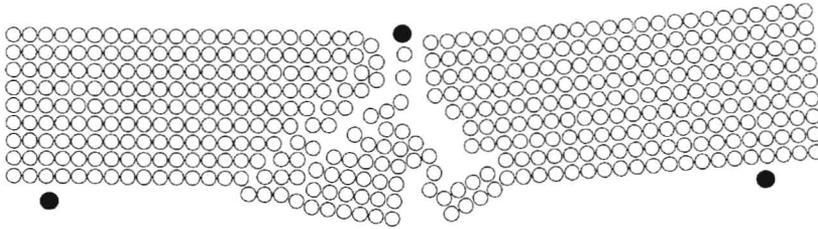
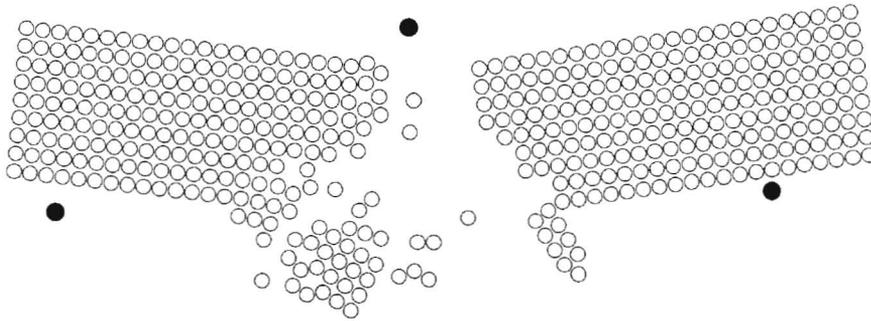


図 5.9 フロートガラスの衝撃破壊挙動 (衝突後  $6.0 \times 10^{-4}$ s)



(a) 衝突後  $2.4 \times 10^{-4}$ s



(b) 衝突後  $6.0 \times 10^{-4}$ s

図 5.10 熱強化ガラスの衝撃破壊挙動

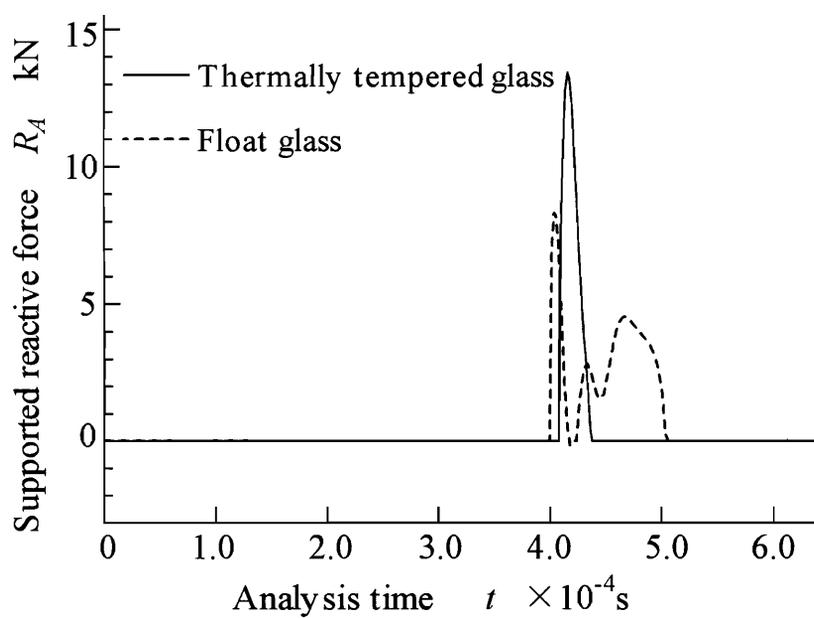


図 5.11 支持反力と解析時間の関係

## 5.11 熱強化ガラスモデルを用いたき裂伝ば速度解析

熱強化ガラスの衝撃破壊のメカニズムを検討するうえで、密接に関連するき裂の伝ば速度について検討する。解析例として、図 5.12 に示すように三点曲げを想定し、単純支持された通常のガラス板と熱強化ガラス板の上表面中央部において炭素鋼の治具が 1.0m/s の速度で変位する 2 次元解析の場合を取り上げる。熱強化ガラスモデルには 5.5 で述べた  $M_a$ ,  $M_b$ ,  $M_c$ ,  $M_d$  を用いた。計算条件は前節と同様である。ここでは、熱強化ガラスモデル、通常の板ガラスモデルについてき裂伝ば速度を求めるため下面中央部に予き裂を導入する。具体的には図 5.12 に示すように試験片下面中央の間隙ばねを予め切断することにより予き裂とした。また、間隙ばねの切断をき裂の進展とみなし、新たに切断された間隙ばねまでの距離  $da$  とそれに要した時間  $dt$  からき裂伝ば速度  $da/dt$  を求めた。

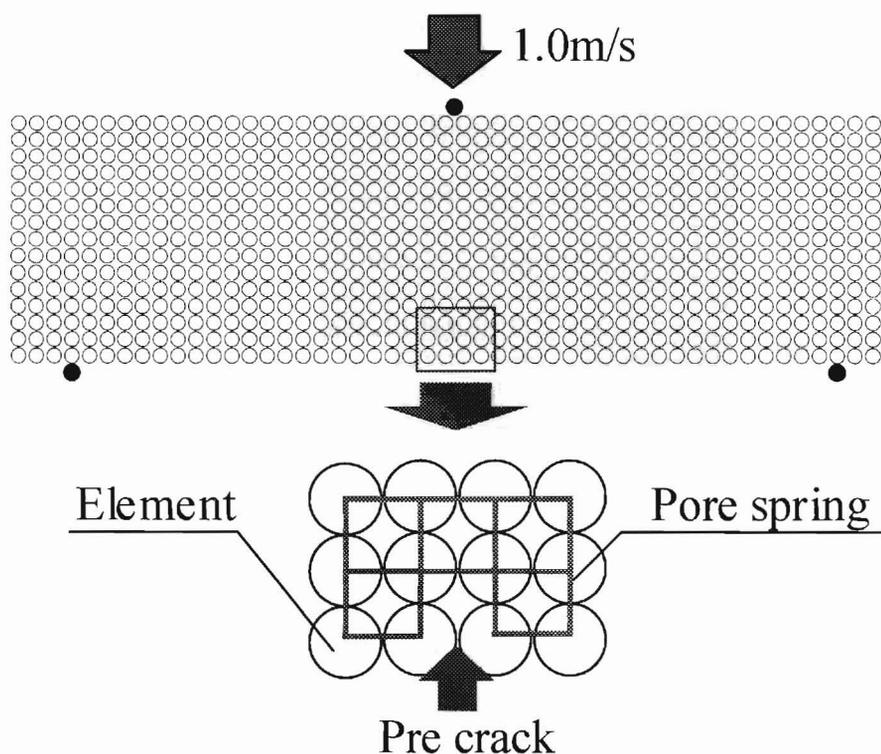


図 5.12 き裂伝ば速度解析モデル

## 5.12 数値計算例

図 5.13 に異なる大きさの残留応力が分布する熱強化ガラスと残留応力が存在しないフロートガラスにおけるき裂伝ば速度の解析例を示す。横軸は試験片の厚さに対するき裂長さの割合  $a/T$ 、縦軸がき裂伝ば速度  $da/dt$  を表している。まず、フロートガラスの解析結果を見ると、き裂伝ば速度はき裂の進展とともに徐々にその速度は上昇していき、 $a/T=0.4$  程度でピークに達し、その後減少していく。この後半のき裂伝ば速度の減少は、三点曲げ負荷による圧縮の領域にき裂先端が入ったためであると考えられる。熱強化ガラスの解析結果を見ると、放物線状の残留応力が存在する熱強化ガラスモデル  $M_a$  及び  $M_b$  の結果においては、き裂伝ばの初期にはその速度には圧縮残留応力の影響は見られない。一方、熱強化ガラスモデル  $M_d$  の解析結果を見ると、き裂伝ば速度は伝ばの初期においてフロートガラスにおけるそれよりも小さくなっていることが分かる。これらはいずれの解析モデルにおいても厚さ  $1.0 \times 10^{-3} \text{m}$  から  $3.0 \times 10^{-3} \text{m}$  にかけてのき裂の伝ばに相当し、熱強化ガラスモデルについては圧縮残留応力が働いている領域内でのき裂の進展である。最も圧縮残留応力が大である熱強化ガラスモデル  $M_c$  で伝ば速度は最も大きく、 $M_a$ 、 $M_b$  の速度にはあまり差は見られず、 $M_d$  における速度が最小であることから、き裂伝ば速度は残留応力の大きさよりもむしろ分布形状、応力勾配に影響されるのではないかと考えられる。その後、いずれの熱強化ガラスモデルにおいてもき裂伝ばとともにその速度が大きく上昇する。その速度変化の勾配は引張残留応力が大きいほど大きくなっていることから、明らかに内部引張残留応力がき裂伝ば速度に及ぼす影響を見取ることができる。ここにおいても、引張残留応力が最大となる試験片の中央部よりもやや前に位置する部分でき裂伝ば速度はそのピークを迎えることから、き裂伝ば速度の応力勾配依存性の可能性が考えられる。また、フロートガラスにおけるき裂伝ば速度は  $1500 \text{m/s}^{(2)}$  とされており、今回の解析結果を見ると、これに近い値を得ることができている。従来、き裂伝ば速度はガラス組成により決まるとされてきたが、今回の解析の結果、き裂伝ば速度は明らかに内部残留応力の影響で変化し、表面圧縮残留応力が大きいほど（内部引張残留応力が大きいほど）増加する傾向が確認された。この傾向は、荒

谷ら<sup>(2)</sup>が実験によって求めた傾向と一致する。したがって、本研究で提案した熱強化ガラスモデルは、熱強化ガラス内部を進展するき裂に及ぼす残留応力の影響を検討する上で有効な手段となる可能性が示された。

以上の結果より熱強化ガラスにおけるき裂伝ば速度は内部に分布する残留応力の影響を受けることが確認された。つまり、圧縮残留応力はき裂伝ばを抑制し、引張残留応力はそれを促進する。しかしながら、き裂先端が圧縮残留応力の分布する領域にあっても、むしろき裂伝ば速度は増加する傾向が見られた。さらに、強化度(残留応力分布)によってもその速度は変化する。これらの傾向はき裂伝ば速度の応力勾配依存性を示唆していると考えられる。今後は、実験結果との比較を行い、材料パラメータの選定をより正確に行う必要がある。

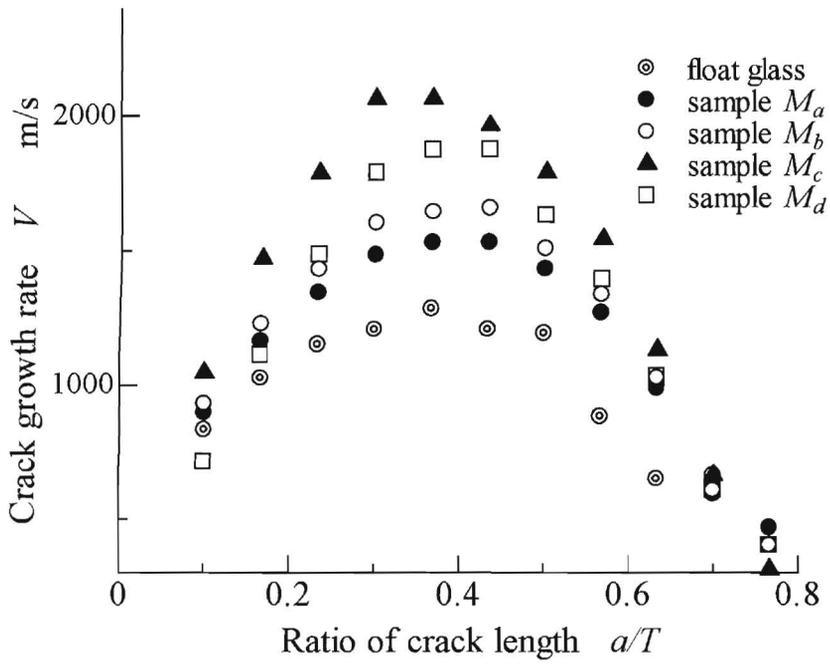


図 5.13 フロートガラスおよび熱強化ガラスにおけるき裂伝ば速度

### 5.13 結言

本研究では拡張個別要素法(EDEM)を用いて表面に圧縮、内部に引張りの相互にバランスして存在する残留応力を有する熱強化ガラスモデルを提案した。また、強化度すなわち残留応力分布の異なる熱強化ガラスモデルを作成し、それらが衝撃破壊挙動とき裂伝ば速度に及ぼす影響を解析し、以下の結論を得た。

(1) 拡張個別要素法 (EDEM) を用いて、配列させる要素の半径を意図的に変化させることで、表面に圧縮応力、内部に引張応力の相互にバランスして存在する残留応力を有する熱強化ガラスモデルを作成することができた。その際生じる残留応力の量や分布は要素半径によって制御することができる。

(2) 提案した熱強化ガラスモデルでは、実際の熱強化ガラスの破壊に見られるように細かな破片に砕けること、およびその衝撃強度が向上することが確認できた。

(3) 残留応力場を伝ばするき裂の伝ば速度は、その応力場の影響を受けることが確認された。内部引張残留応力が大きいほどき裂伝ば速度は増加する。また、ガラスの表面から進展するき裂の伝ば速度は残留応力の大きさよりもむしろ応力勾配に依存することが確認された。以上のことから、強度設計や疲労寿命予測においては最表面の圧縮残留応力の大きさのみではなく内部に存在する残留応力の分布、応力勾配を考慮する必要がある。

#### 参考文献

- (1) 荒谷眞一・荻納淑・高津学, 材料, 40-448, (1990), 46-50
- (2) 荒谷眞一・山内豊・高橋清, J.Ceram.Soc.Japan, 100-9, (1997), 789-794
- (3) 土肥修・鶴飼隆好・石丸裕, 日本機械学会誌, 75 - 647, (1972), 1667-1669
- (4) 伯野元彦, 破壊のシミュレーション, 森北出版, 1997
- (5) 海津浩一・佐伯敏郎・富永修治・池田清彦, 材料, 51 - 7, (2002), 821-825
- (6) 尾田十八・臧孟炎・遠山清文, 機論, 63 - 607 A (1997), 178-183

## 第6章 総 括

熱強化ガラスの破壊は、疲労と衝撃によるものがそのほとんどを占める。熱強化ガラスの破壊について既にいくつかの研究がなされているが、そのほとんどは外部からの衝撃による破壊挙動を検討したものであり、熱強化ガラスの疲労現象、き裂進展挙動、およびそれらに及ぼす内部残留応力の影響について調べた例は、ほとんど見られない。

本研究では、実験的、解析的な手法を用いて、熱強化ガラスのき裂進展特性、疲労特性、破壊挙動およびそれらに及ぼす内部残留応力の影響を検討した。実験において熱強化ガラスのき裂進展特性の解明のためには、微小き裂長さを連続的に測定することができる手法を確立する必要がある。そこで、Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を新たに提案した。そして、この測定法をセラミックスのき裂進展特性評価に用いることの有効性を調べるとともに、熱強化ガラスについて種々のき裂進展試験を行い、そのき裂進展特性について検討した。また、き裂進展特性と材料の疲労特性との関連を調べるため、熱強化ガラスの疲労試験を行った。さらに、解析的手法として拡張個別要素法を用いて実験による解明が困難であると思われる熱強化ガラス内部の残留応力が衝撃破壊挙動、およびき裂伝ば速度に及ぼす影響を検討した。第2章から第5章までの研究成果を以下に要約する。

第2章では、イオンスパッタリングにより作成した Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法を提案し、その測定原理および測定方法について説明した。次に、提案した測定法をセラミックスの破壊力学試験法として広く利用されている CSF 法 (Controlled Surface Flaw Method) および DT 法 (Double Torsion Method) に応用し、測定法の測定精度とその有効性について検討した。その結果、以下に示す結論を得た。

(1) イオンスパッタリングにより作成される厚さ数十 nm の矩形の Au 薄膜の抵抗  $R$  と膜上を横断するき裂長さ  $x$  との関係はき裂長さが膜幅  $W_g$  に対して  $0 < x/W_g < 0.5$  程度の範囲内において 2 次関数で表せることを明らかにした。

(2) Au 膜ごとに膜の抵抗とき裂長さの関係を表す 2 次関数を定めることにより、膜の電気抵抗より外挿法を用いて膜上に存在するき裂長さを高精度に求めることができ

ることを示した。

(3) 矩形の Au 薄膜をグリッド型に加工することで、校正式を必要としないき裂長さ測定ができることを示した。

以上に示したように、新たに提案した Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法は、き裂進展を高感度かつ連続的に検出できる。したがって、ガラスをはじめセラミックスにおける短いき裂の長さを連続的に測定することが可能であり、 $K_I$ - $V$  特性評価に有効であることが分かった。

第 3 章においては、CSF 法 (Controlled Surface Flaw Method) および押し込み誘起微小き裂進展試験を用いて熱強化ガラスのき裂進展特性評価を行った。CSF 法においては、材料としてフロートガラスと熱強化ガラスを用い、四点曲げ一定負荷によるき裂進展試験を行い、き裂長さを前章で述べた Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法によって測定した。押し込み誘起微小き裂進展試験においては、ビッカース圧子を押し込んだ際にき裂近傍に生じる残留応力と大気中の水分の影響で除荷後も進展するき裂に着目し、これを顕微鏡観察により追跡し、き裂進展パラメータおよびき裂進展特性を評価する手法を提案した。その結果、以下に示す結論を得た。

(1) Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法によって、光学顕微鏡による測定が困難である速いき裂進展領域においてもき裂長さを連続的に測定でき、またき裂進展速度が  $10^8$  m/s から  $10^4$  m/s の範囲について  $K_I$ - $V$  特性評価を行うことができることを示した。

(2) いずれの実験結果においても熱強化ガラスのき裂進展パラメータ  $n$  値はフロートガラスのそれよりも明らかに大きくなることが分かった。また、同じ応力拡大係数に対して、熱強化ガラスはフロートガラスよりき裂進展速度が小さくなることが分かった。

(3) 熱強化ガラスに存在する表面圧縮残留応力は破壊強度を増大させるのみではなく、き裂の進展抵抗を増大させ、疲労寿命を増大させる効果があることが判明した。また、熱強化ガラスはフロートガラスよりも  $n$  値が大きい材料、すなわちき裂進展抵抗が大きい反面、き裂進展の加速が大きく、突然の破壊を生じやすい材料であることが分かった。したがって、熱強化ガラスを構造用材料として用いる際、この特性を考慮しなければならないという知見を得た。

第4章においては、第3章で求めたき裂進展特性の疲労寿命との関連を疲労試験で確認するために動疲労および静疲労試験を行った。具体的には、あらかじめその表面に、大きさの異なる予き裂を導入したフロート板ガラスに熱処理を加えて熱強化ガラスを作成し、四点曲げ負荷による動疲労試験、静疲労試験を行い、熱処理によって生じた表面圧縮応力と内部の引張応力の破壊強度および疲労特性への影響、また、それらに及ぼす破壊源となる表面き裂の大きさの影響を検討した。その結果、以下に示す結論を得た。

(1) 熱強化ガラスの表面圧縮応力は、破壊強度を増大させると共に、き裂の進展抵抗も高める働きをすることが分かった。また、フロートガラス、熱強化ガラス共に初期き裂寸法とは関係なく、応力速度が低くなるほど破壊応力も低下することが分かった。

(2) き裂進展特性より求めたき裂進展パラメータ  $n$  値と疲労試験より求めた  $n$  値には同様の傾向が見られ、き裂進展特性と疲労寿命との関連が確認された。すなわちいずれの試験結果においても熱強化ガラスの  $n$  値はフロートガラスのそれよりも増大する。このことから、熱強化ガラスの表面圧縮残留応力はき裂の進展を拘束し、疲労寿命を増大させる効果があることが分かった。また、いずれの試験結果においても  $n$  値に及ぼすき裂寸法の顕著な影響は確認されなかった。

第5章では拡張個別要素法(EDEM)を用いて表面に圧縮、内部に引張りの相互にバランスして存在する残留応力を有する熱強化ガラスモデルを提案した。また、強化度すなわち残留応力分布の異なる熱強化ガラスモデルを作成し、それらが衝撃破壊挙動とき裂伝ば速度に及ぼす影響を解析した。その結果、以下に示す結論を得た。

(1) 拡張個別要素法を用いて、配列させる要素の半径を意図的に変化させることで、表面に圧縮応力、内部に引張応力の相互にバランスして存在する残留応力を有する熱強化ガラスモデルを作成することができた。さらに、その際生じる残留応力の量や分布は要素半径によって制御することができることを示した。

(2) 衝撃破壊解析の結果、提案した熱強化ガラスモデルでは、実際の熱強化ガラスの破壊に見られるように細かな破片に碎けること、およびその衝撃強度が向上することが確認できた。

(3) き裂伝ば速度解析の結果、残留応力場を伝ばするき裂の伝ば速度はその応力場の

影響を受けることが確認された。内部引張残留応力が大きいほどき裂伝ば速度は増加する。また、ガラスの表面から進展するき裂の伝ば速度は残留応力の大きさよりもむしろ応力勾配に依存することが確認された。

以上のことから、強度設計や疲労寿命予測においては最表面の圧縮残留応力の大きさのみではなく内部に存在する残留応力の分布、応力勾配を考慮する必要があるという新たな知見を得た。

以上のことより、熱強化ガラスはフロートガラスと比較して破壊強度が増大するのみでなく、き裂の進展抵抗も大きく、長疲労寿命を有しており、熱強化ガラスを使用することの有効性が示された。また、強度設計や疲労寿命予測においては最表面の圧縮残留応力の大きさのみではなく、内部に存在する残留応力の分布とその勾配を考慮する必要があるという新たな知見を得た。得られた知見は、強度設計や疲労寿命予測に大きく寄与するのみではなく、材料開発の立場からも有意義なものである。

## 謝 辞

本研究を遂行するにあたり，宮崎大学工学部の 池田 清彦 教授，海津 浩一 助教授には，終始，懇切丁寧なご指導とご鞭撻を賜りました。このたび，本論文を提出させていただくにあたり，あらためて心から深く御礼申し上げます。

また，本論文をまとめるに当たり，ご指導とご鞭撻をいただきました宮崎大学工学部の 中澤 隆雄 教授，木島 剛 教授，鄧 鋼 助教授に深く御礼申し上げます。

さらに，大阪産業大学工学部の 小堀 修身 教授には多くの有益なご助言ならびに暖かい激励をいただき，心から御礼申し上げます。

最後に，本研究を遂行するにあたりご協力いただきました宮崎大学工学部機械システム工学科材料力学研究室の学生諸君に厚く御礼申し上げます。また，有益なご助言と激励をいただきました機械システム工学科教職員諸氏に心から感謝いたします。