

Au 薄膜を用いたき裂長さ測定法による フロートガラスおよび熱強化ガラスのき裂進展特性評価*

徳永 仁夫^{*1}, 鄧 鋼^{*2}
池田 清彦^{*2}, 海津 浩一^{*2}

Evaluation of Crack Growth Characteristics in Float Glass and Thermally Tempered Glass Based on the Crack Length Measurement Using Au Ion Sputtered Film

Hitoo TOKUNAGA, Gang DENG^{*3},
Kiyohiko IKEDA and Koichi KAIZU

^{*3} Department of Mechanical Systems Engineering, University of Miyazaki,
1-1 Gakuen-kibanadai Nishi, Miyazaki-shi, Miyazaki, 889-2192 Japan

Thermal tempered glass is made by rapidly cooling after heating float glass to near the softening point. Compressive residual stresses at the surface layer of thermally tempered glass strengthen the material, and tensile residual stresses are also generated at the same time in the interior of the material to balance with the surface compressive residual stresses. It is considered that the fatigue crack growth characteristics of thermally tempered glass are remarkably different from that of float glass, due to the existence of those residual stresses. In this study, Au film made by ion sputtering method and an optical microscope are used to measure the crack length of the thermally tempered glass and float glass, and these fatigue crack growth characteristics are investigated. As a result, it is confirmed that the crack length measurement with an Au film has high accuracy of measurement. Furthermore, it is found that the higher stress intensity factor is needed to cause the crack growth in thermally tempered glass than in flat glass.

Key Words: Ceramics, Crack Propagation, Stress Intensity Factor, Stress Corrosion Cracking Au Film, Crack Length Measurement, Thermally Tempered Glass, Crack Growth Characteristics

1. 緒 言

熱強化ガラスは物理強化ガラスの一種で、通常のガラスよりも2~3倍の強度を有すること、破壊時に細かい破片になることから安全ガラスとして広く用いられている。その表面には圧縮残留応力、内部には引張残留応力が存在しており、これら残留応力⁽¹⁾の影響によって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る。熱強化ガラスのき裂の伝ばパターン⁽²⁾やき裂進展速度⁽³⁾などについていくつかの研究がなされているが、その疲労き裂進展特性についてはいまだ十分に解明されていないのが現状である。その原因は主としてガラスやセラミックスのき裂長さの測定法にあると考えられる。ガラスやセラミックスのき裂長さの測定についてはCT、DCB試験片等の比較的長いき裂を有する試験片を用い、光学顕微鏡等により直接的に測定することが一般的である^{(4)~(6)}。しかしながら、光学顕微鏡では連続的なき裂長さの測定と進展速

度の速いき裂の測定が難しい。特にピッカース圧子の押込みにより生じる短いき裂に対しては、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光学顕微鏡による測定が困難である。一方、小川ら⁽⁷⁾⁽⁸⁾はき裂進展を連続的に測定するため金属膜を利用した測定法を提案し、き裂進展を金属膜の電気抵抗変化より測定している。これはCT試験片あるいはSEN試験片に対して貫通き裂長さを試験片側面より測定するものであるが、使用する金属膜の初期抵抗、形状および測定可能なき裂長さに制約があり、曲げ試験片の表面に存在する短いき裂を測定するには不向きである。

本研究では、小川らの測定理論を応用し、Au薄膜を用いた曲げ試験片の引張側面に存在するき裂のき裂長さ測定法を示す。この測定法の精度を検討するとともに、ピッカース圧子を用いて表面にき裂を導入したフロートガラス試験片、熱強化ガラス試験片に対し四点曲げ静疲労試験を行い、これらの材料のき裂進展特性評価を行った。

2. Au 薄膜によるき裂長さの測定法

2.1 金属薄膜によるき裂長さ測定原理 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

* 原稿受付 2005年2月17日。

^{*1} 正員、宮崎大学大学院機械システム工学科(〒889-2192 宮崎市学園木花台西1-1)。

^{*2} 正員、宮崎大学工学部。

E-mail: t0d114u@cc.miyazaki-u.ac.jp

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る。小川ら⁽⁷⁾⁽⁸⁾はこの原理を利用して、表面フィルム法としてCT試験片あるいはSEN試験片に対して貫通き裂長さを求める方法を提案している。本研究では、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薄膜を用いて曲げ試験片の引張側表面に存在するき裂長さを連続的に測定した。

2.2 金属薄膜抵抗とき裂長さの関係 Au薄膜の抵抗と膜上に存在するき裂長さの関係を明らかにするために、フロートガラス試験片(幅12mm, 厚さ10mm, 長さ100mm)表面に長さ*l*, 幅*W_g*の矩形のAu薄膜をイオンスパッタリングにより作成し、図1に示すようにこの薄膜に切欠きを入れ、その際の膜の抵抗*R*と膜上の切欠長さ*x*の関係を測定した。測定結果の一例を図2に示す。Au薄膜の厚さは30nmで、長さ $と幅の比\ l/W_g=0.18 (W_g=9.03\text{ mm}, l=1.63\text{ mm})$ 、と $l/W_g=0.4 (W_g=7.93\text{ mm}, l=3.17\text{ mm})$ の2種類を用いた。切欠導入前のAu薄膜の初期抵抗は数Ω程度である。図2から膜の抵抗は切欠長さ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膜の抵抗と切欠長さの関係は薄膜の初期形状に依存することが確認された。

小川らによれば、このような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⁽⁷⁾⁽⁸⁾。

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

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

$$(0.2 < a_g/W_g < 0.8, \quad 0 < l/W_g < 0.5)$$

ここで、*R₀*はき裂長さ*a_g*=0における初期抵抗である。図2中に示す曲線は、式(1)においてき裂長さ

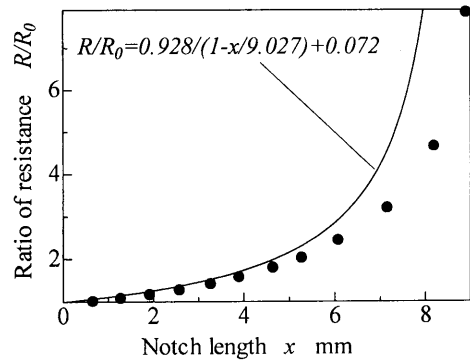
*a_g*を切欠長さ*x*に置換え求めた抵抗比*R/R₀*と*x*の関係を示している。図2からわかるように測定結果と式(1)より求めた曲線の間には明らかな差が存在し、それらの差は測定薄膜ごとに異なる。Au薄膜の寸法は小川の式の適用範囲内であることから、膜の寸法のほかに材質や厚さおよび初期抵抗において小川の式の適用条件があると思われる。

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。したがって、き裂が安定成長する狭い領域において、本研究でのき裂長さの測定には、以下に示す二次関数で膜の抵抗と切欠長さの関係を表すことができる。

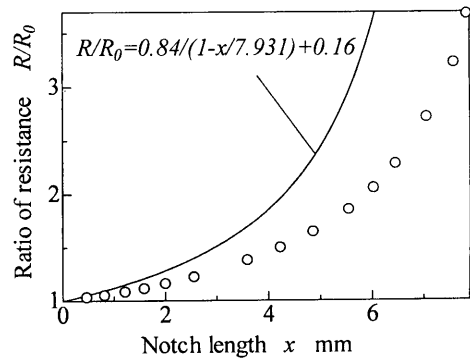
$$\frac{R}{R_0} = ax^2 + bx + c \dots (3)$$

ここで、*a*, *b*, *c*はAu薄膜ごとに定まる定数である。

図2に示した膜の抵抗の測定結果を用いて、切欠長さ



(a) $l/W_g=0.18$



(b) $l/W_g=0.4$

Fig. 2 Relationship between ratio of resistance and notch length

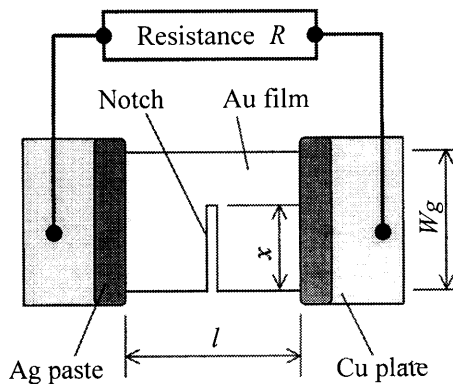


Fig. 1 Measurement of notched Au film resistance

き裂 x/W_g が 0~0.5 の範囲において最小二乗法で式 (3) の係数 a, b, c を定め、それらの値を用いて求めた膜の抵抗と切欠長さの近似曲線を図 3 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 (3) の相関係数は 99% 以上であり、抵抗比 R/R_0 と切欠長さ x の関係を二次関数で表せることがわかった。

式 (3) を用いて、膜の抵抗からき裂長さを外挿して測定するには、係数 a, b, c をあらかじめ定めることが必要である。そのためき裂長さを連続的に測定する前に、き裂長さと膜の抵抗の関係を 3 点以上、別の手法で正確に測定しなければならない。そこで、き裂進展に伴う薄膜の抵抗の測定と光学顕微鏡を用いた膜上に存在するき裂長さの測定を数回行いこれら校正に必要なデータを求めた。本研究では、今後係数 a, b, c を定める過程を式 (3) の校正と呼ぶ。

2.3 Au 薄膜によるき裂長さの測定精度 曲げ試験における表面き裂の進展量を Au 薄膜により測定し、その測定精度を検討した。試験片は市販のフロートガラス(幅 12 mm, 厚さ 10 mm, 長さ 100 mm)であ

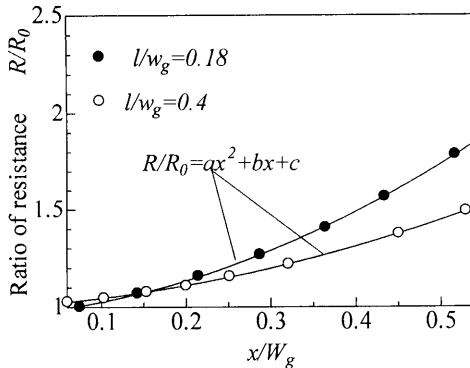


Fig. 3 Calibration of Au film

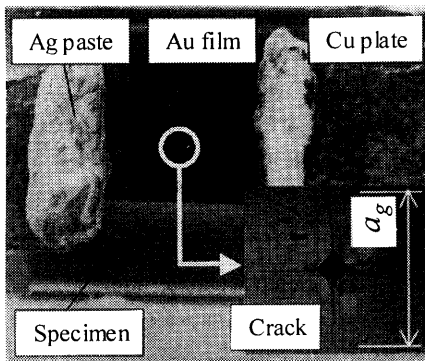


Fig. 4 The shape of Au film and crack

り、四点曲げの上部スパン $L_1=30$ mm, 下部スパン $L_2=90$ mm とした。試験片の引張側中央部にビッカースダイヤモンド圧子を 9.8~49 N, 30 s 押付けることにより予き裂を導入する。図 4 に示すように、き裂が進展すると予想される領域に厚さ 10 nm の矩形の Au 薄膜をイオンスパッタリングにより作成し、図 1 に示す方法で膜の抵抗を測定した。なお、式 (3) の校正、すなわちそれぞれの測定用薄膜における係数 a, b, c の決定および Au 薄膜によるき裂長さ測定の過程を図 5 に示す。具体的には上述した試験片に 300~600 N 程度の一定負荷を 100 s 程度加えて予き裂を進展させ、膜の抵抗をマルチメータで、き裂長さを光学顕微鏡で測定した。この過程を数回繰返すことにより図 5 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 (3) の係数 a, b, c を求めた。図 5 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からき裂長さを算出した。さらに、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 5 に白色のプロットで示したように式 (3) の校正後も上述したような過程を繰返し、光学顕微鏡で測定した除荷後のき裂長さと Au 薄膜の抵抗より式 (3) を用いて算出したき裂長さを比較した。図 6 は 2 種類の試験片における式 (3) の校正に用いたデータおよび外挿法で求めたき裂長さと光学顕微鏡で求めたき裂長さの関係を示している。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、図中に示す黒色のプロットが式 (3) の校正に用いたデータ、白色のプロットが式 (3) を用いて算出したき裂長さのデー

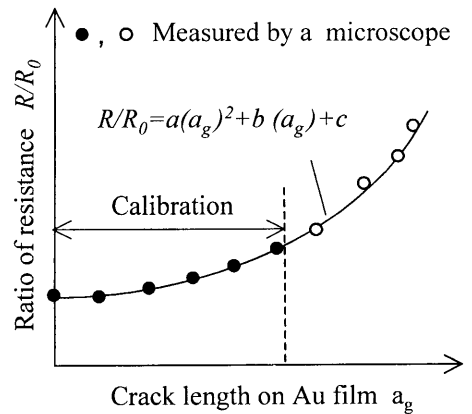


Fig. 5 Calibration and crack length measurement with Au film

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わかる。試験片1についてはき裂長さ0.08 mmから0.20 mmまでの間を光学顕微鏡で測定した。そのうち図6の黒丸印が示す0.08 mmから0.11 mmの間の測定値をAu薄膜の電気抵抗とき裂長さの関係式、すなわち式(3)の校正に用いた。図6の白丸印が示す0.11 mmから0.20 mmまでの間はAu薄膜の電気抵抗から式(3)より求めたき裂長さとして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 $2.9\ \mu\text{m}$ 、最大で $17.3\ \mu\text{m}$ である。また、試験片2についてはき裂長さ0.23 mmから0.36 mmまでの間を光学顕微鏡で測定した。そのうち図6の黒三角印が示す0.23 mmから0.29 mmの間の測定値を式(3)の校正に用いた。図6の白三角印が示す0.29 mmから0.36 mmまでの間はAu薄膜の電気抵抗から式(3)より求めたき裂長さとして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⁹⁾、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わかった。その理由としては、Au薄膜は非常に薄く、さら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などが挙げられる。

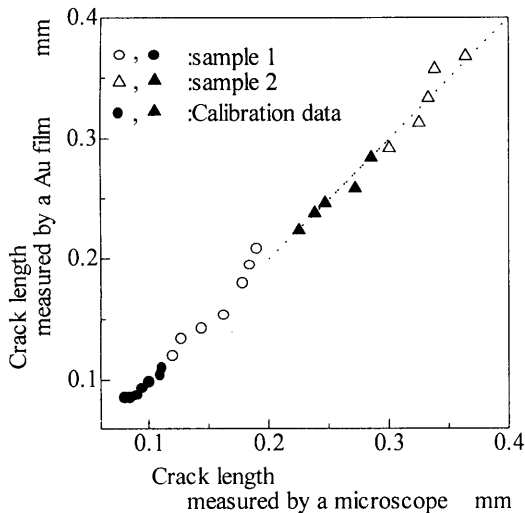


Fig. 6 Comparison of crack length measurement by Au film and microscope

3. Au 薄膜を用いたフロートガラス、熱強化ガラスのき裂長さ測定

3・1 試験片 試験片は市販のフロートガラスであり、引張側表面中央部にビッカースダイヤモンド圧子を49 N、30 s押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った。焼なまし温度は 565°C で1 h加熱後、炉冷した。また、熱強化ガラスは、焼なまし後、試験片を 620°C で15 m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、それぞれについて2・3節と同様の手法でAu薄膜を作成した。

3・2 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荷重を加えき裂進展量を測定した。四点曲げの上部スパン $L_1=30\ \text{mm}$ 、下部スパン $L_2=90\ \text{mm}$ である。一定荷重を加える時間は30~600 s程度とし、き裂進展に伴う薄膜抵抗の上昇 ΔR を図7に示す測定回路を用いて、また除荷後のき裂長さ a_0 を光学顕微鏡を用いて測定する。き裂がゆっくりと進展する間、光学顕微鏡で測定したき裂長さとそのときの膜の抵抗を式(3)の校正に用い、それ以外の実験中のき裂長さはAu薄膜の抵抗より求める。この手法によって、き裂がある程度の長さに達してき裂進展速度が急速に増加し、不安定破壊に至る直前の領域においてもき裂長さの測定が可能である。この領域におけるAu薄膜の抵抗は、図7に示す測定回路を用いて、AD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。AD変換器のサンプリング速度は

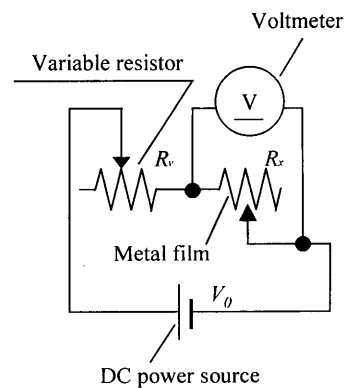


Fig. 7 Electric resistance measurement system

50 Hz とした。

Au 薄膜の抵抗はき裂の進展以外でも、試験片測定部のひずみや環境温度の変化によって変わることが考えられる。中村ら⁽¹⁰⁾はイオンインプランテーションによりセラミックス上に形成した導電層のクラックゲージおよびひずみゲージとしての利用に関する研究を行っている。しかしながら、本研究においては脆性材料であるガラスを試料として用いているため、試験片の変形は微小であり、さらに一定負荷によるき裂進展試験を行うため、負荷中の試験片のひずみによる薄膜抵抗の変化は無視することができるとした。また、今回の静疲労試験は室温大気中で行った。測定を行う際、負荷を加える時間は 30~600 s 程度、試験片が破壊に至るまでに要する総負荷時間は 1500 s 程度であり、その間に急激な湿度、温度の変化は生じなかったため、これらの影響は無視できるとした。

4. 実験結果および考察

図 8 は Au 薄膜と光学顕微鏡を用いて測定したフロートガラス試験片および熱強化ガラス試験片の負荷時間 t とき裂長さ a_g の関係を示している。図 8 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測定が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わかる。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。

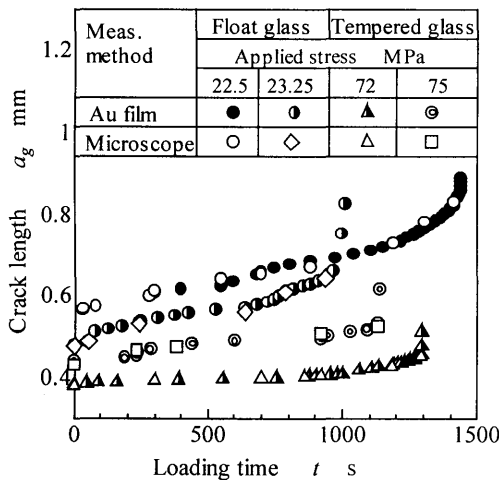


Fig. 8 Subcritical crack growth during four-point bending static fatigue test

図 9 はフロートガラスと熱強化ガラスのき裂長さの測定結果より求めたき裂進展速度 da_g/dt と応力拡大係数 K_I との関係を両対数軸系に示したものである。半円状表面き裂の最深点における応力拡大係数 $K_{I(1)}$ は次式で表される。

$$K_{I(1)} = \frac{M\sigma\sqrt{\pi C}}{\phi} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、 C はき裂深さ、 σ は曲げ応力、 ϕ は第二種完全円積分、 M は補正係数である。き裂深さについては試験片を破壊させた後、破面観察を行い、垂直き裂の試験片表面での長さ a_g と垂直き裂の深さとの比、すなわちアスペクト比を測定し、き裂進展試験の間この値は一定であると仮定し、試験片表面でのき裂長さからき裂深さを求めた。図 9 より $\log(da_g/dt) - \log K_I$ の関係はほぼ直線関係であることがわかる。この直線のこう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負荷応力に依存せず、いずれの場合においても $n=18$ 程度であった。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、報告されている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⁽¹²⁾⁽¹³⁾ という値が報告されている。本研究においてもこれらに近い値を得ることができた。また、それぞれの測定値は応力拡大係数 K_I が 0.4 MPa \cdot m^{1/2} から 0.7 MPa \cdot m^{1/2}、き裂進展速度 da/dt が 10⁻⁷ m/s から 10⁻⁴ 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 da/dt いずれの測定結果も Wiederhorn⁽⁴⁾、依田⁽⁵⁾らが測定したき裂進展特性と

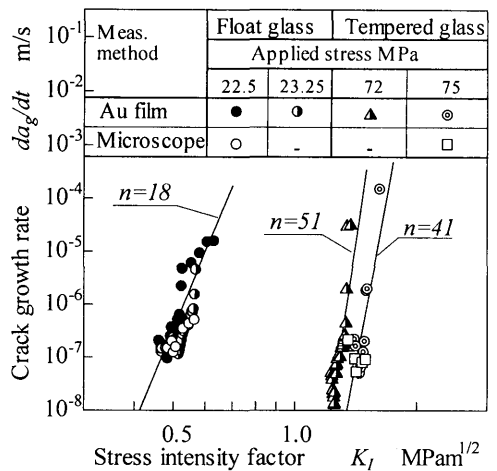


Fig. 9 Relationship between crack growth rate and stress intensity factor

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 $\log(da_g/dt) - \log K_I$ 関係も直線であり、この直線のこう配より求めたき裂進展パラメータは $n=40 \sim 50$ 程度であり、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。したが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、熱強化ガラスのほう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わかった。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} m/s の範囲であり⁽⁵⁾、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 9 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わかった。

5. 結 言

本研究では、イオンパattering法で作成した Au 薄膜を用いた曲げ試験片のき裂長さを測定する方法を示した。この測定法の有効性を検討するために、予き裂を導入したフロートガラス、熱強化ガラス試験片に対し四点曲げ一定荷重によるき裂進展試験を行った。得られた結論を以下にまとめる。

(1) イオンパatteringにより作成される Au 薄膜の抵抗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_0 に対して $0 < x/W_0 < 0.5$ 程度の範囲内において二次関数で表せることが確認された。この関数を膜ごとに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求めることができる。

(2) Au 薄膜を用いたき裂長さの測定において、測定誤差は最大 19 μm 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。また、本測定法はき裂長さを連続的か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を示した。

(3) 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。

(4) フロートガラス、熱強化ガラスについてき裂進展速度が 10^{-8} m/s から 10^{-4} m/s の範囲で $K_I - V$ 特性評価を行った結果、両対数軸系におけるき裂進展速度と応力拡大係数の関係を表すき裂進展パラメータ n はフロートガラスでは 18、熱強化ガラスでは 40 から 50 であることがわかった。また、この範囲において、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、より長い疲労寿命を有することが考えられる。一方で、熱強化ガラスは n 値が大きいこと、すなわち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わかった。したがって熱強化ガラスを構造用材料として利用する際、この特性を考慮しなければならない。

文 献

- (1) 土肥修・鶴飼隆好・石丸裕, 機論, 75-647, A (1972), 1667-1669.
- (2) 高津学・荒谷眞一・日比野浩・三嶋康玄, 材料, 33-375 (1984), 1540-1544.
- (3) 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.
- (4) Wiederhorn, S. M., *J. Am. Ceram. Soc.*, 50 (1967), 407-414.
- (5) 依田満夫, 日本セラミックス協会学術論文誌, 97-9 (1989), 960-964.
- (6) 木村雄二・山本茂夫・関谷道雄・国尾武, 材料, 36-401 (1986), 160-165.
- (7) Ogawa, T. and Suresh, S., *Eng. Fract. Mech.*, 39-4 (1991), 629-640.
- (8) 小川武, 材料, 40-458 (1991), 1479-1489.
- (9) 鄧綱・井上克巳・高津宣夫・加藤正名, 機論, 57-535, C (1991), 909-913.
- (10) 中村守・斎藤和雄・池山雅美・小塚晃透・重松一典, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 101-1 (1993), 139-142.
- (11) 国尾武・中沢一・林郁彦・岡林弘之, 破壊力学実験法, (1984), 251, 朝倉書店.
- (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), 99-100, 朝倉書店.
- (13) Gupta, P. K. and Jubb, N., *J. Am. Ceram. Soc.*, 64 (1981), C-112.