

# ソーダ石灰ガラスの非弾性硬度

(滋賀県大工) ○澤里拡志, 吉川真徳, 吉田智, 松岡純

**Energy-Based Inelastic Hardness of Soda-Lime Silicate Glass** / ○ SAWASATO, H., YOSHIKAWA, M., YOSHIDA, S., MATSUOKA, J. (U. Shiga Pref.) / Deformation mechanism of soda-lime silicate glass is investigated using a depth-sensing indenter and an atomic force microscope. In this study, we define inelastic hardness as the energy required to create a unit volume of residual indentation impression, and estimate the indenter-shape dependence of the energy-based inelastic hardness. At every indentation load, the inelastic hardness with a Cube-corner indenter is larger than those with Vickers and Berkovich indenters.

問合先 : E-mail yoshida@mat.usp.ac.jp

## 【緒言】

ガラスにダイヤモンド鋭角圧子を押し込むと、永久変形(非弾性変形)が起こり圧痕が形成される。室温における多くの酸化物ガラスの場合、非弾性変形は塑性流動と高密度化の二つのモードに分けて考える事が出来るとされているが、その詳細なメカニズムの報告例は少ない。そこで本研究では、硬度を単位体積あたりの非弾性変形に必要なエネルギーと考え[1]、押し込み試験による非弾性変形エネルギーを除荷後の圧痕体積で除したものを「非弾性硬度」と定義した。圧痕体積は、原子間力顕微鏡を用いて直接測定し、非弾性変形エネルギーは計装式インデンターによる負荷除荷試験から決定した。さらに、非弾性硬度は形状の異なる三種類の圧子を用いて求め、その圧子形状依存性を評価した。

## 【実験方法】

試料は市販のソーダライムガラス(松浪硝子製 S-0050)とした。負荷除荷試験は超微小硬度計(Shimadzu DUH-201)を使用し、空気中(25°C, r.h. 30%)で最大荷重を50~400mNの間で変化させて行った。押し込み試験から得られる荷重-深さ曲線(図1)において、 $U$ で示される面積が非弾性変形エネルギーである。一方、圧痕体積 $V^-$ の測定は、原子間力顕微鏡(AFM, Veeco NanoscopeE)を用いて行った。

得られた $U$ と $V^-$ から、(1)式を用いて非弾性硬度を決定した。

$$\text{Inelastic hardness (Pa)} = \frac{\text{Inelastic loop energy, } U \text{ (J)}}{\text{Indentation volume, } V^- \text{ (m}^3\text{)}} \quad (1)$$

また、非弾性硬度の圧子形状依存性を評価するために、形状の異なる三種類のダイヤモンド圧子、ビックカース(試料面と圧子面のなす角(面角)が22.0度の正四角錐圧子)、バーコビッチ(面角が24.7度の正三角錐圧子)、キューブコーナー(面角が54.7度の正三角錐圧子)を用いて同様の実験を行った。

さらに、これらの圧子を用いて最大荷重時の、圧子周囲の表面変形量を評価した。圧子周囲の表面変形係数 $\gamma$ は、(2)式を用いて表される[2]。

$$\gamma = h_{\max} / h_c \quad (2)$$

ここで $h_{\max}$ は最大荷重時の深さであり、 $h_c$ は $h_{\max}$ から圧痕周囲の弾性へこみ(sink-in)量を減じた圧子の接触深さである。本研究では $h_{\max}$ は負荷除荷試験から求め、 $h_c$ は除荷後の圧痕の頂点間距離と、圧子形状から決定した。

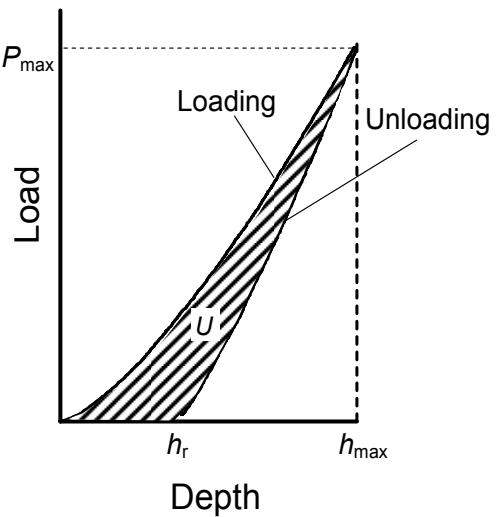


Fig. 1 Schematic of a loading-unloading curve.

## 【結果と考察】

図2にバーコビッチ圧痕とキューブコーナー圧痕のAFM断面図を示す。表面変形係数 $\gamma$ は、キューブコーナー圧子に比べて、バーコビッチ圧子の方が大きくなる事が分かった。このことから、バーコビッチ圧子を用いた場合、ガラスがより弾性的にふるまう事が分かった。

図3に三種類の圧子を用いて得られた非弾性硬度を示す。非弾性硬度は、キューブコーナー圧子を用いたときの値が他の圧子を用いて得られた値に比べて大きかった。これは単位圧痕体積を形成するために必要なエネルギーが、圧子形状により異なる事を意味している。

先の研究[3,4]で、圧痕体積のうち高密度化された体積は、熱処理することによりほぼ回復する事が報告されている。すなわち、この現象を利用して圧痕体積のうち高密度化された体積を分離する事が可能となる。図4は、ビッカース圧痕とキューブコーナー圧痕の、熱処理前後の形状変化を示している。キューブコーナー圧子を用いた場合、熱処理による形状の変化はビッカース圧子に比べて小さく、非弾性変形は塑性流動の寄与が大きいといえる。これらのことから、非弾性硬度の圧子形状依存性(図3)は、圧子形状の変化により非弾性変形に占める塑性流動の寄与が異なる事が原因であると考えられる。

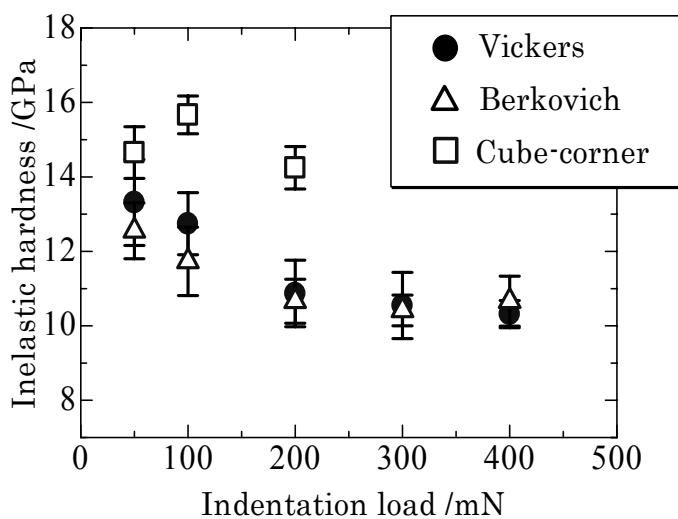


Fig. 3 Relationship between inelastic hardness and maximum indentation load.

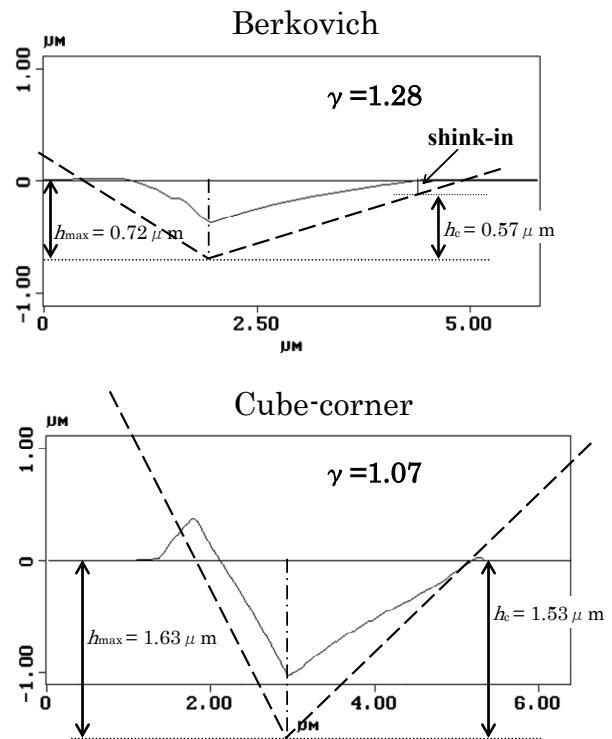


Fig. 2 AFM images of residual impressions.

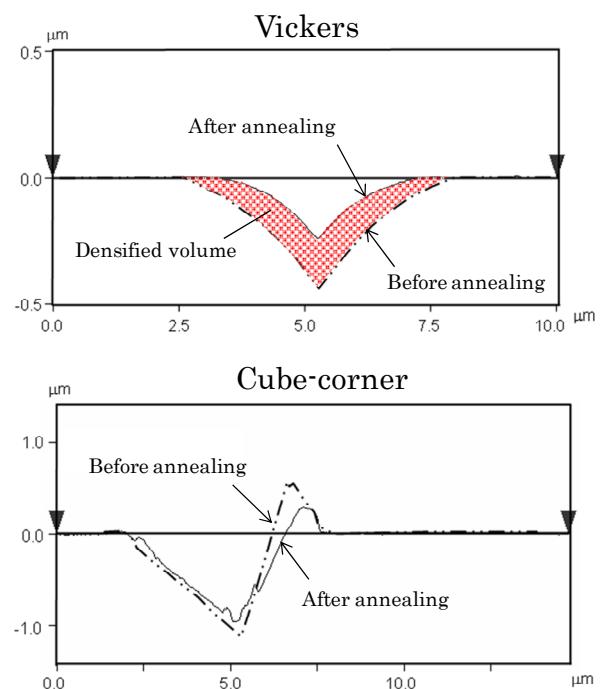


Fig. 4 AFM images of residual impressions before and after annealing.

- [1] M. Sakai, *Acta metal. Mater.*, 41(6), pp. 1751-1758, (1993).
- [2] W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mat. Res.*, 7(6), pp. 1564-1582, (1992).
- [3] S. Yoshida, J.C. Sangleboeuf, and T. Rouxel, *J. Mater. Res.*, 20(12), (2005)
- [4] 吉田 智, 澤里 拓志, 松岡 純 日本セラミック協会 2007 年年会予稿集 pp. 258