

ソーダ石灰ガラスの熱履歴と押し込み誘起高密度化

(滋賀県大工) ○吉田智, 金野亜希子, 菅原透, 三浦嘉也, 松岡純

Effect of Thermal History on Indentation-Induced Densification of Soda-Lime Glass / ○Yoshida, S., Konno, A., Sugawara, T., Miura, Y., Matsuoka, J. (U. Shiga Pref.) / Permanent densification of glass occurs under a sharp diamond indenter. In this study, effects on thermal history on the indentation-induced densification of soda-lime silicate glass were investigated by AFM observation of Vickers indents before and after annealing. The volume ratio of densified region to total indentation deformation increases with increasing fictive temperature of glass. This means that the mechanism of inelastic deformation in glass under a sharp indenter changes not only with glass composition but also with the structures given by different heat treatments. It is expected that the deformation mechanism of glass surely affects cracking behaviors under the indenter.

問合先 : e-mail yoshida@mat.usp.ac.jp

1. 緒言

ガラスは圧縮応力下で永久高密度化し、この永久高密度化現象は、ダイヤモンド圧子を用いた押し込み試験において認められることが知られている。高密度化された領域は、ガラス転移温度付近の熱処理により構造緩和するため、押し込み圧痕を有するガラスを熱処理すると顕著な圧痕収縮が認められる。この収縮体積は、圧子下で高密度化された体積であることから、熱処理前後の圧痕体積を測定することにより圧子直下の高密度化量の推定が可能である¹⁾。本研究では、ソーダ石灰ガラスの熱履歴と押し込み誘起高密度化挙動の関係を評価し、き裂(クラック)発生挙動との関係を議論した。

2. 実験方法

市販のソーダ石灰ガラス(Matsunami S-0050, $T_g = 539\text{ }^\circ\text{C}$, T_g : ガラス転移温度)を試料とし、表1に示す熱処理を行い種々の仮想温度を有するガラスを得た。得られたガラスの密度は、アルキメデス法により測定した。

各ガラスのクラックの発生し易さを評価するために、微小硬度計(Akashi MVK-H2)を用いて、押し込み最大荷重 50gf, 室温, 空気中でビックアース押し込み試験を行った。クラック発生確率は、「圧痕頂点の総数」に対する「クラックを有する圧痕頂点の数」の割合で求められ²⁾、30 点の圧痕から発生確率を決定した。

高密度化割合の決定するために、各ガラスについて 25gf でビックアース押し込み試験を行った。圧痕の形状や体積は、原子間力顕微鏡(SII, SPA400)を用いて観察・測定した。その後、各ガラスを $(490+273)\times 0.9\text{ (K)}$ で熱処理し、圧痕の形状および体積を再度測定した。熱処理により収縮した体積(高密度化された体積)を求め、高密度化割合(初期圧痕体積に対する収縮体積の割合)を算出した。

Table 1 Heat-treatment conditions to prepare samples with different fictive temperatures.

Temperature ($^\circ\text{C}$)	Time (hr.)
490	270
510	120
530	72
550	24
570	24
590	24

3. 結果と考察

図1に、ガラスの仮想温度と密度の関係を示す。ガラスの密度は、既報³⁾と同様仮想温度の上昇と共に低下する。図2は、各ガラスのクラック発生確率である。仮想温度の高いガラスの方が、クラック発生確率が低いこと、

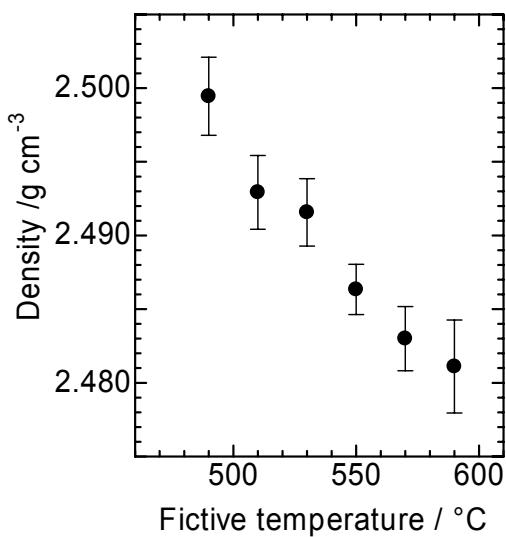


Fig. 1 Relation between density and fictive temp.

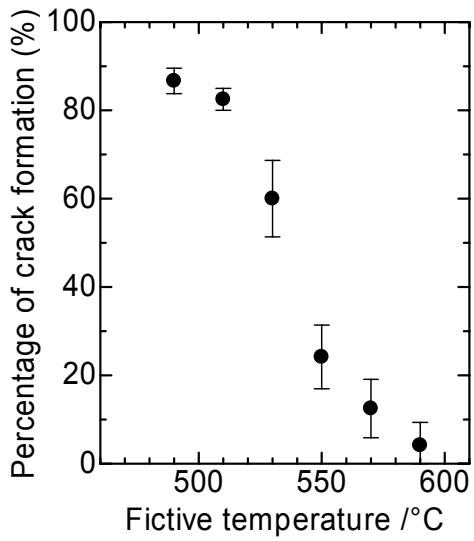


Fig. 2 Relation between percentage of crack formation at 50 gf and fictive temperature.

同じ組成のガラスであっても、その仮想温度の違いにより、クラック発生確率が大きく変化することが分かる。これは、仮想温度の高いガラスの脆さ(Brittleness)が低くなることと対応する⁴⁾。

図3は、仮想温度 590°Cのガラスにおけるビッカース圧痕(25gf)の熱処理前後のAFM像である。熱処理により、高密度化の緩和が起こるために圧痕が収縮する。この圧痕体積変化から高密度化割合を算出し、図4に仮想温度との関係をプロットした。本研究の熱処理温度($490+273\times 0.9$ K)は、仮想温度 490°Cのガラスでは $T_g \times 0.9$ (K)に相当するが、仮想温度 590°Cのガラスでは $T_g \times 0.8$ (K)に相当する温度である。高密度化割合は、熱処理温度の低下と共に減少するため⁵⁾、図4では仮想温度が高いガラスの高密度化割合を過小評価していることになるが、それを考慮しても高密度化割合は仮想温度の上昇と共に増大するといえる。高密度化割合は、ガラス組成のみならず仮想温度で凍結されるガラス構造に影響を受けることが分かった。

押し込み試験を行うと、ビッカース圧痕周囲の弾塑性ミスマッチのために応力が発生し、それがクラックの駆動力になるとされる⁶⁾。この応力は、押し込み変形により発生する体積ひずみに起因するが、高密度化による変形は、体積収縮による変形であるため体積ひずみに寄与しない⁷⁾。したがって、仮想温度の上昇に伴いクラック発生確率が低下する原因是、圧痕形成時に高密度化割合が増大するためだと考えられる。

参考文献:

- ¹⁾ S. Yoshida *et al.*, *J. Mater. Res.*, **20** (2005) 3404.
- ²⁾ M. Wada *et al.*, *Proc. 10th ICG* (1974) Vol. 11, p.39.
- ³⁾ 原ら, 旭硝子研, **5** (1955) 126.
- ⁴⁾ S. Ito *et al.*, *J. Non-Cryst. Solids*, **349** (2004) 173.
- ⁵⁾ H. Sawasato *et al.*, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **116** (2008) 864.
- ⁶⁾ B.R. Lawn *et al.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **63** (1980) 574.
- ⁷⁾ S. Yoshida *et al.*, *Int. J. Mater. Res.*, **98** (2007) 360.

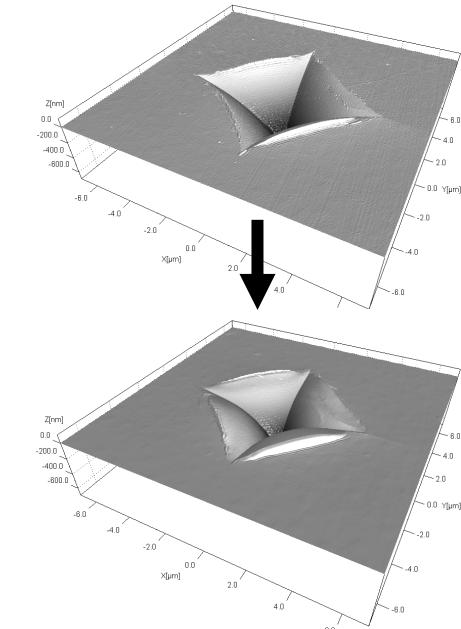


Fig. 3 AFM images of Vickers indent before and after annealing.

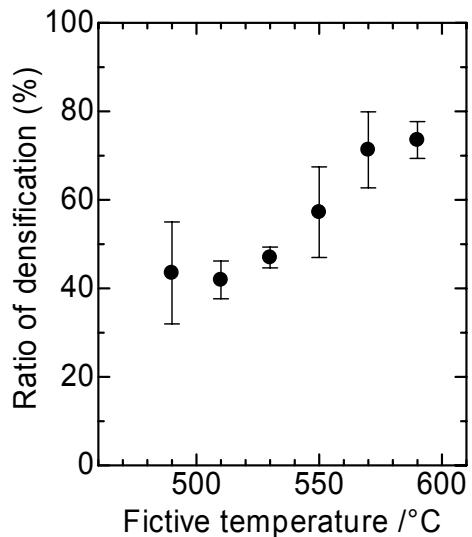


Fig. 4 Relation between densification ratio and fictive temp.