

圧子押し込み試験におけるガラスの変形と破壊

(滋賀県立大学) ○吉田 智

Flow and Fracture of Glass under Some Diamond Indenters / S. Yoshida (U. Shiga Pref.) / It has been well known that flow behaviors of glass under sharp diamond indenters affect cracking events occurring around residual imprints. However, because of limited knowledge about permanent densification and shear flow of glass under the indenters, obtained data from indentation tests have always confused us. In this study, in order to get an insight into flow behaviors of glass under the indenters, effects on glass composition and indenter geometry on the indentation-induced densification of glass are investigated by AFM observation of residual imprints before and after annealing. In addition, elastic and residual stress components during and after indentation are evaluated by using a micro-photoelastic measuring system, and relation between the stresses and indentation cracking is discussed.

問合せ：E-mail yoshida@mat.usp.ac.jp

【緒言】

ビッカース押し込み試験は、簡便に弾性変形・非弾性変形・破壊の各特性が評価できる試験法であることから、ガラスを含む様々な脆性材料に幅広く用いられている。しかしながら、ガラスの変形機構には不明な点が多いため、圧子押し込み試験で得られるガラスの破壊特性を定量的に議論することは困難である。例えば、ファインセラミックスの JIS R 1607 には押し込み試験法による破壊靱性値評価法が規定されているが、図 1 に示すように押し込み試験法による破壊靱性値 (K_{Ic}) と、曲げ試験による破壊靱性値 (SEPB, K_{Ic}) の相関が小さい場合も多い。

一方、近年のスマートフォンやモバイル機器の需要急増は、改めてガラスの脆さ評価の重要性がクローズアップされていることを意味している。ガラスの種類による「壊れやすさ」の違いを定量的に評価することは、ガラスメーカーおよびガラスユーザーに共通する課題となっている。簡便な試験法であるが故に、圧子押し込み試験から得られるデータの意味を正しく理解する必要があると言えよう。ここでは、ガラスに特徴的な永久高密度化（圧密ともいう）現象に着目してガラスの変形特性のガラス組成依存性及び圧子形状依存性を評価した例を紹介する。さらに、ガラスの破壊の駆動力を直接測定することを目的として、顕微光弾性観察システムを用いて押し込み試験中および押し込み試験後のガラスの応力測定を試みた結果も併せて報告する。

【実験】

①押し込み誘起高密度化の評価

ソーダ石灰ガラス等の各種ガラスに種々のダイヤモンド鋭角圧子を押し込み、押し込み荷重 100 ~ 500 mN で永久変形痕（以降、圧痕）を得た。原子間力顕微鏡（AFM）を用いて、圧痕の 3 次元形状を計測し、圧痕対角長さ等の形状パラメータと圧痕体積を決定した。ガラスの圧子押し込み試験では、主に「永久高密度化」と「せん断流動」という二つの塑性変形機構により圧痕が形成されると考えられ、前者による変形は、ガラス転移温度近傍の熱処理で構造緩和することが知られている。そこで、押し込み試験後の試料を熱処理 ($T_g \times 0.9$ (K), 2 h) し、熱処理による圧痕の収縮体積を高密度化されていた体積と考え、圧痕の全容積に対する高密度化されていた体積の割合（高密度化割合）を決定した。¹⁻³⁾

②押し込み弾性応力および押し込み残留応力の評価

ソーダ石灰ガラスおよび石英ガラス（シリカガラス）の約 0.5 mm 角の角柱棒を試料とした。圧子には先端の曲率半径が 0.05mm あるいは 0.1mm のダイヤモンド円錐圧子を用いた。顕微光弾性観察システム（LC-PolScope, CRi）を利用して、圧子押し込み中の光弾性測定を可能とする装置を作製し、得られるリタデーションおよび遅相軸マッピングから、圧子周囲の押し込み弾性応力および圧痕周囲の押し込み残留応力を決定した。⁴⁾

【結果と考察】

図 2 は、シリカガラス、オキシナイトライドガラス、金属ガラス等様々なガラスのポアソン比と高密度化割合の関係である。弾性パラメータであるポアソン比と非弾性変形特性である「高密度化割合」に相関があることが分かる。ポアソン比の小さいガラスほど、圧痕形成に対する高密度化の寄与が大きいと言えた。ナ

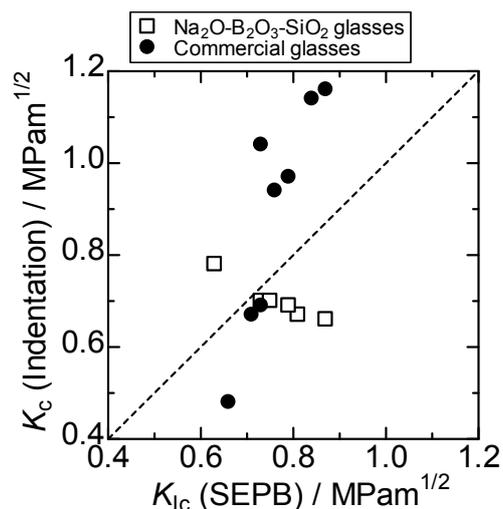


Fig. 1 Relation between K_{Ic} and K_{Ic} of some glasses.

トリウムホウ酸塩ガラスにおける関係曲線からの逸脱は、応力下での配位数変化との関連性が示唆される。

図3は、ソーダ石灰ガラスを試料として、頂角の異なる3種類の三角錐圧子を用いて同様に高密度化割合を決定した結果である。圧子の頂角が大きくなるほど（より鈍角の圧子を用いるほど）、高密度化の寄与が大きくなることが分かった。Anstisら⁵⁾の提案による押し込み破壊靱性値では、き裂発生の駆動力は押し込み変形による体積ひずみと体積弾性率により決定される（ヤング率と硬度から E/H が残留応力の尺度として用いられる）。しかしながら、このモデルでは高密度化の影響を考慮していない。高密度化は、体積収縮を意味するため、体積ひずみに寄与せず残留応力を低下させるはずである。実際に、Katoら⁶⁾は高密度化を考慮した残留応力と押し込み試験によるき裂発生荷重に良い相関があることを報告している。図2および図3の結果は、ガラスの組成の違い、あるいは圧子形状の違いが、押し込み変形挙動に影響を与えることを示している。

図4は、顕微光弾性法により求めたシリカガラス表面の押し込み残留応力である。また、図5は光弾性観察した残留圧痕のAFM画像である。ここでは、ダイヤモンド圧子先端の曲率半径を0.05 mm、押し込み最大荷重は7 Nとしている。なお、この応力計算に先立ち、この方法で算出された押し込み弾性応力（残留圧痕が形成されない条件下での押し込み応力）がヘルツの解析解とよく一致することを確認している。図4より、圧痕端には接線方向よりも動径方向に大きな引張応力が残留していることが分かる。このことは、除荷後あるいは除荷開始時にラジアルき裂ではなく、リング／コーンき裂が形成されるという実験結果と対応している。顕微光弾性法による押し込み変形時の応力解析は、その組成依存性も含めて今後さらなる実験が必要であるが、ガラスの押し込み破壊現象を理解するために有用なツールの一つとなると考える。

【参考文献】

- 1) S. Yoshida et al., *J. Mater. Res.* **20** (2005) 3404.
- 2) S. Yoshida et al., *Phys. Chem. Glasses* **50** (2009) 63.
- 3) S. Yoshida et al., *J. Mater. Res.* **25** (2010) 2203.
- 4) S. Yoshida et al., *J. Non-Cryst. Solids* (2012) in print.
- 5) G.R. Anstis et al., *J. Am. Ceram. Soc.* **64** (1981) 539.
- 6) Y. Kato et al., *J. Non-Cryst. Solids* **356** (2010) 1768.

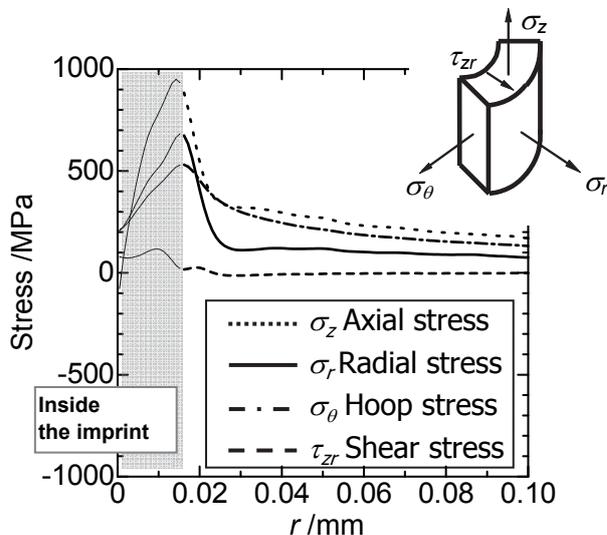


Fig. 4 Residual stresses of silica glass at surface after unloading. The indenter used and indentation load are ball ($R=0.05$ mm) and 7N, respectively.

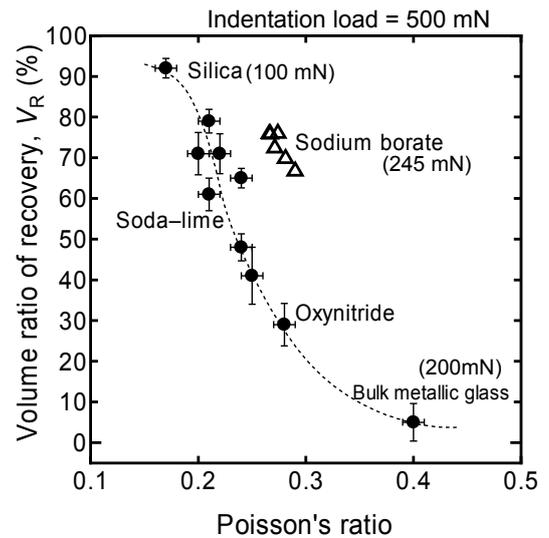


Fig. 2 Relationship between the volume ratio of recovery and Poisson's ratio of glasses.

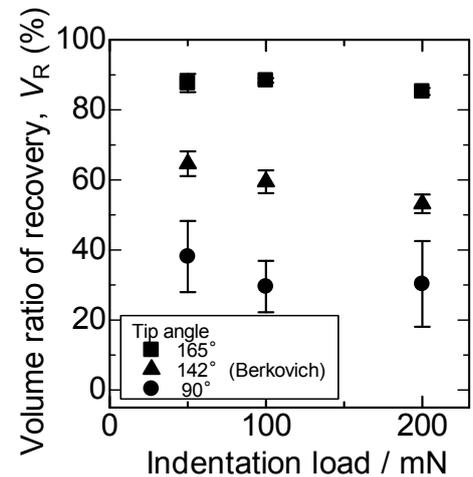


Fig. 3 Relationship between the volume ratio of recovery and indentation load using three kinds of trihedral pyramid indenters.

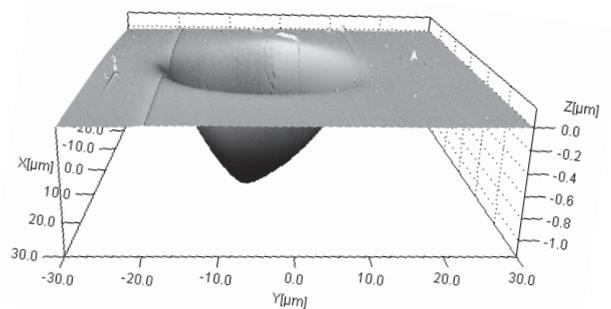


Fig. 5 AFM 3D image of the residual imprint on silica glass at 7.0 N using the ball indenter with a tip radius of 0.05 mm.