

# ビッカース圧子押し込みによる ガラスのクラックの発生しやすさの研究

日本電気硝子(株) 技術部

加藤 嘉成

## Investigation of crack initiation of glass under Vickers indentation test

Yoshinari Kato

Technical Division, Nippon Electric Glass Co., Ltd.

### 1. はじめに

ガラスは様々な優れた特性をもち、現在でも様々な用途に用いられているが、ガラスには割れやすいという大きなデメリットがある。よく知られているように強固な共有結合からなるガラスの理論強度は非常に高い (~10 GPa) が、現実のガラス製品は表面にクラックが存在するためにクラックの先端に応力が集中し、2桁以上低い応力で割れが生じてしまう。

ガラスのクラックに関する特性としては、“クラックの発生しやすさ (crack initiation)” と “クラックの伸びやすさ (crack propagation)” に分けて議論されている。クラックの伸びやすさの指標として、破壊靱性値  $K_{IC}$  が用いられる。セラミックスと比較すると、ガラスの  $K_{IC}$  は  $0.7 \sim 1.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-0.5}$  と低く、ガラス組成によって大きな差はない。一方、“クラックの発生しやすさ” に関してはあまり研究されていない。筆者らは、クラックの発生しやすさが実際の製品の強度に影響する重要な機械的な特性であると考えて、圧子押し込み法を用いて研

究を続けている<sup>1-3)</sup>。本報告では、押し込みによるクラック発生しやすさと各種の機械的特性と関係についての研究結果について報告する。

### 2. 実用ガラスのクラックレジスタンス CR とガラス特性の関係

#### 2.1 圧子押し込みによるクラック発生とクラックレジスタンス CR

実用ガラスにビッカース圧子を押し込んだときの圧痕周辺の顕微鏡写真を Figure 1 に示す。ガラスの種類によりクラック発生が大きく異なる。ソーダ石灰シリケートでは、ガラス表面に垂直な方向のラジアルクラックが圧痕のコーナー周辺に発生している。同じ荷重でもアルミノボロシリケートではほとんどクラックが発生しない。一方、鉛シリケートではラジアルクラックのほかに、ラテラルクラックと呼ばれるガラス表面に水平なクラックが多く発生する。このように、同じガラスでも組成によって非常に大きな違いがある。

このようなクラックの発生しやすさの違いを評価する指標の一つが “クラックレジスタンス (CR)” である<sup>4)</sup>。ガラス表面にビッカース圧子を押し込むと圧痕のコーナー周辺にラジアルクラックが生じる。クラックが発生したコーナー

〒520-8639 滋賀県大津市晴嵐二丁目7番1号  
TEL 077-537-1371  
FAX 077-534-3572  
E-mail: ykato@neg.co.jp

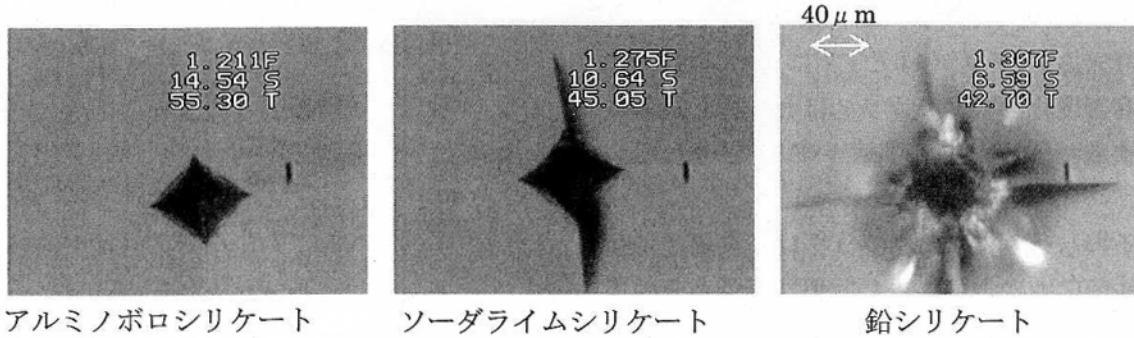


図1 圧子押し込みにより生じるクラック (荷重: 500 gf)

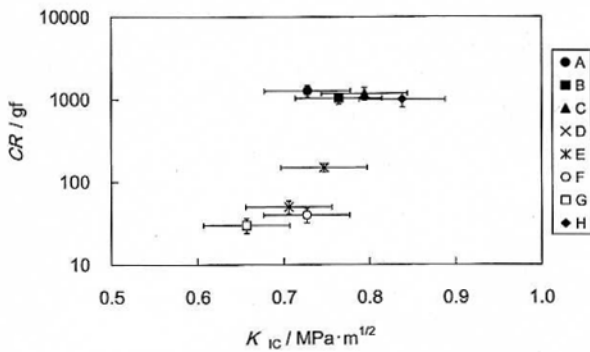


図2 CRと破壊靱性値  $K_{IC}$  と CR の関係

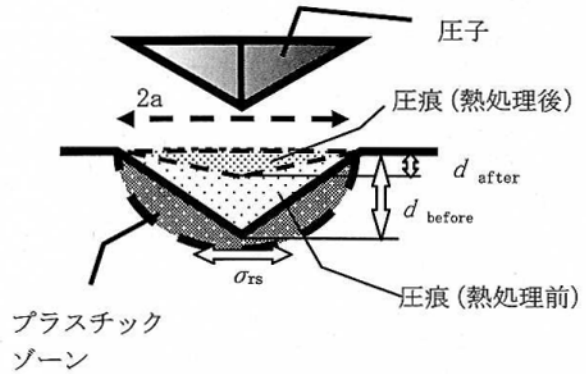


図3 圧痕周辺の変形の模式図

の数を圧痕のコーナーの全数で割った、クラック発生率を求め、クラック発生率が50%になるときの荷重をCRと定義している。

### 2.2 CR と破壊靱性値 $K_{IC}$ , ビッカース硬度 $H_v$ の関係

実用ガラスのCRと破壊靱性値  $K_{IC}$  の関係をFigure 3に示す。CRの値は数十gfから1000gf程度まで大きく異なっているため、縦軸のCRを対数軸で表示している。 $K_{IC}$ とCRの間に明確な相関は見られない。このことから、クラックの発生しやすさはクラックの伸びやすさと全く異なる特性であることがわかる。また、塑性変形に対する耐性を示すビッカース硬度  $H_v$  とCRの間にも明確な相関は見られなかった。

### 2.3 CR と高密度化率の関係

ガラスに静水圧をかけると圧力を除いても体積が収縮したままになる“高密度化”現象が知られており<sup>5)</sup>、高密度化は圧子押し込みによる

圧痕の周辺にも発生している<sup>6)</sup>。また、熱処理前後の圧痕形状を測定することでガラスに生じた高密度化を評価できる<sup>7)</sup>。そこで、上記のガラスの高密度化を測定し、CRと比較した。熱処理前後の圧痕深さの変化  $\Delta d$  と熱処理前の圧痕深さ  $d_{before}$  の比、 $\Delta d/d_{before}$  を“圧痕回復率 [Recovery of indentation depth (RID)]”として、高密度化を評価した(熱処理前後の圧痕の断面の模式図をFigure 3に示す)。Figure 4に示す

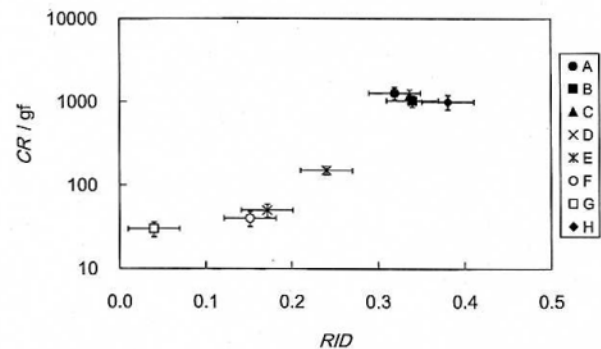


図4 CRと圧痕回復率RIDの関係

ように、CRとRIDには強い相関が見られる。RIDの大きいガラスほどCRは高い、すなわち、高密度化しやすいガラスほど、押し込みによるクラックが発生しにくいことを示している。

圧子押し込みによるクラックは圧痕周辺に生じる残留応力によって生じ、塑性変形とその周辺の弾性変形の歪みのミスマッチが残留応力の原因となっている。塑性変形には、通常の金属に見られるような塑性流動（体積変化なし）と上記で述べた高密度化（体積収縮あり）が含まれるが、押し込み時のエネルギーが内部エネルギーの増加に使用される高密度化領域は残留応力（弾性エネルギー）の発生には寄与しない。Lawnらによると、圧痕周辺の残留応力 $\sigma_{rs}$ は、以下の式で推定される<sup>8)</sup>。

$$\sigma_{rs} = K \cdot \frac{\Delta V_{pf}}{V_{pz}} \quad (式1)$$

Kは体積弾性率、 $\Delta V_{pf}$ は塑性変形体積、 $V_{pz}$ はプラスチックゾーンの体積である。上記のように塑性変形体積の内、高密度化の部分は残留応力の発生に寄与しないので、塑性変形体積を熱処理後の圧痕の体積（高密度化分を含んでいない）とすると、式1は以下のように表すことができる。

$$\sigma_{rs} = 0.427 \cdot K \cdot \frac{d_{after}}{a} \quad (式2)$$

ここで、 $a$ は圧痕の対角線の長さの半分、 $d_{after}$ は熱処理後の圧痕の深さである（式2の導出の詳細については、参考文献1を参照していただきたい）。荷重100 gfの場合の $\sigma_{rs}$ とCRの関係をFigure 5に示す。同じ荷重でもCRの高いガラスは発生している残留応力が小さくなっている。レタデーションを用いた応力評価においても、この傾向を定性的に確認している<sup>9)</sup>。したがって、高密度化率の大きいガラスは、生じる残留応力が小さくなるために、クラックが発生しにくくなるものと考えられる。Figure 5に見られるガラス間の残留応力の差は小さいが、残留応力は荷重の対数に対して直

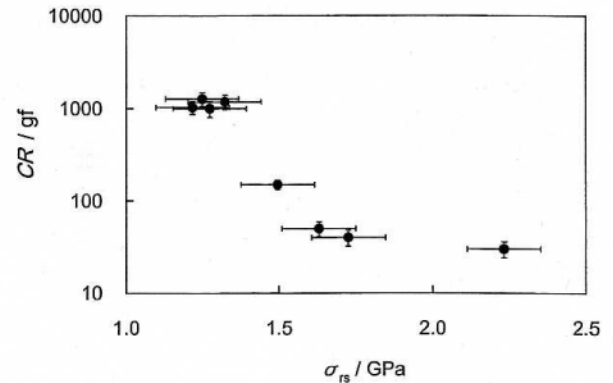


図5 CRと推定残留応力の関係

線的に変化するため、残留応力がクラック発生 の閾値を超える荷重、すなわちCRではガラス間で大きな差が生じている。<sup>3)</sup>

#### 4. まとめ

種々の実用ガラスを用いて、クラックの発生しやすさを示すクラックレジスタンス (CR) を調査した。CRはガラスによって大きく異なり、破壊靱性値 $K_{IC}$ やビッカース硬度 $H_v$ とは明確な相関は見られないが、高密度化の指標である圧痕回復率RIDとは強い相関を示した。ガラスの高密度化は圧痕周辺の残留応力を減らしクラックを発生しにくくさせているものと考ええる。

しかし、Figure 1で示したように、ガラスに発生するクラックは多種多様であり、CRだけでクラックの発生しやすさを論じられる訳ではない。クラックの発生には、圧痕周辺の高密度化領域や残留応力の分布が大きく影響していることから、今後はレタデーションやラマンスペクトルを用いた密度・応力分布の実測や有限要素法を用いた計算を行い、クラック発生メカニズムの検討を進める予定である。

#### 参考文献

- 1) Y. Kato, H. Yamazaki, S. Yoshida, and J. Matsuoka, *J. Non-Cryst. Solids*, 356 (2010) 1768.
- 2) Y. Kato, H. Yamazaki, Y. Kubo, S. Yoshida, J. Matsuoka, and T. Akai, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 118 (2010) 792.

- 3) Y. Kato, H. Yamazaki, S. Itakura, S. Yoshida, and J. Matsuoka, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 119 (2011) 110.
- 4) M. Wada, H. Furukawa, K. Fujita, *Proc. of X International Congress on Glass*, 11 (1974) 39.
- 5) J. E. Neely and J. D. Mackenzie, *J. Mater. Sci.*, 3 (1968) 603.
- 6) K. W. Peter, *J. Non-Cryst. Solids*, 5 (1970) 103.
- 7) S. Yoshida, J. - C. Sangleboeuf, and T. Rouxel, *Int. J. Mat. Res.*, 98 (2007) 360.
- 8) B. R. Lawn, A. G. Evans, and D. B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, (1980) 574.
- 9) Y. Kato, H. Yamazaki, S. Yoshida, J. Matsuoka, and C. R. Kurkjian, *Proc. of XXII International Congress on Glass*, (2011) 0239.