

いまさら「ガラスの強度試験」

滋賀県立大学工学部 材料科学科

吉田 智

A Survey of Strength Tests of Glass

Satoshi Yoshida

Department of Materials Science, The University of Shiga Prefecture

1. はじめに

企業においてガラスの強度が研究テーマになることは少なく、議論の対象となることはあっても強度や破壊に時間とお金をつぎ込むことは稀である。大学等研究機関でも、「ガラスの破壊」で研究費を得ようとする試みは内外問わずレアケースである¹⁾。すなわち、ガラス研究者は強度に馴染みがないと言えよう。しかしながら、昨今のスマートフォンやタブレット機器の台頭は、ガラス研究者が強度のことを「知らない」とは言えない状況を生み出している。

ガラスの強度や破壊の実験は、ばらつきが大きく時間を要するため、できることなら行いたくない実験の一つである。しかし、「この条件では壊れるのに、なぜこの条件では壊れないのか？」という疑問を解決するためには、議論に耐えうる信頼性のあるデータを得る他はない。

ガラスの強度は、ガラス表面の状態に依存するが、ガラスの表面状態や表面傷の実体が何かという問題が未解決であるため、強度のデータやそのばらつきについて科学的に議論することは難しい。しかし、正しく丁寧に実験すれば再

現性のあるデータを得ることができ、そこからデータの現象論的解釈が可能となるだろう。そこで本稿では、ガラスの強度と破壊に関する幾つかの専門用語の解説を含めながら、「ガラスの強度を議論するための正しいデータ取得法」について紹介したい。

2. ガラスの強度

ガラスに限らず材料の強度を考えるときには、破壊するときの負荷荷重だけではなく、材料の大きさや形状にも注目しなければならない。このことは、材料力学を学習するまでもなく感覚的に理解できる²⁾。同じ材料であっても、太い棒の方が細い棒よりも曲げにくく壊れにくいのは、負荷荷重が同じでも材料内部で生じる単位断面積あたりの力、すなわち「応力」が異なるためである。従って、材料の強度を比較するためには、同じ形状の試験片について破壊荷重を比較するか、破壊応力を比較するか、どちらかを選択する。例えば、ガラス瓶の強度試験は前者の場合が多いだろうし、後者の破壊応力を用いれば形状の異なるガラスや組成の異なるガラスについて強度の比較が可能となる。

一方、ガラスに存在する傷や欠陥も強度には大きな影響を与える。これは、傷や欠陥が応力集中源となるためである。そのため、本来ならばガラス表面に存在する傷の大きさを揃える必

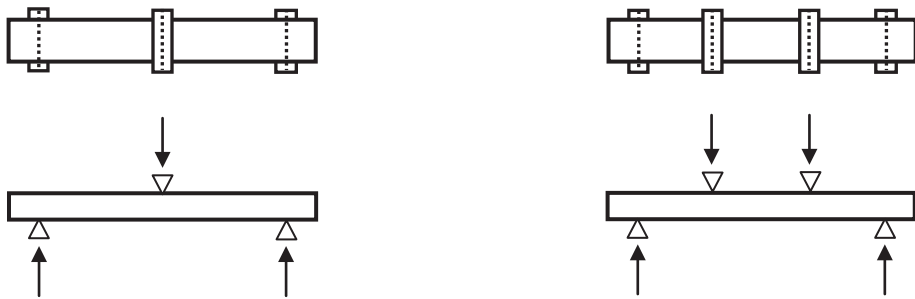
〒522-8533 滋賀県彦根市八坂町 2500
TEL 0749-28-8366
FAX 0749-28-8587
E-mail: yoshida@mat.usp.ac.jp

要があるが、それは不可能に近いので、作製条件により表面状態が大きくばらつくことが懸念される場合は、研磨などの条件を出来るだけ揃えて破壊試験を行うことが重要である。ガラスの強度に違いがあった時に、それが表面状態の違いによるものか、作製条件も含めたガラスの違いによるものかは、常に考えておく必要がある。

実際に強度試験を行う場合は、既存の工業規格に従って試験を行うことを勧める。ガラスの当該規格が見付からない場合は、セラミックス

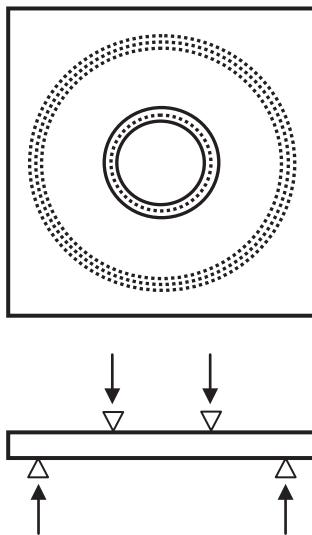
の規格を利用すればよい。規格に従った条件で試験を行えば、破壊荷重から破壊応力値を正しく決定することができる。また、本稿では述べないが、測定環境によってガラスの強度は大きく異なる場合があるので、湿度を制御して実験することができない場合でも、試験雰囲気湿度を記録することが大切である。

ガラスの強度試験は主に、3点曲げ試験³⁾、4点曲げ試験³⁾、リングオンリング曲げ試験¹⁾により行われる。それぞれの試験における試料と荷重点の関係を図1に示す。詳細は、それぞれの



(a) 3点曲げ

(b) 4点曲げ



(c) リングオンリング曲げ

図1 曲げ試験に用いる試料と支持点（上面図と側面図）

規格を参照いただきたい。3点曲げ、4点曲げ試験の違いは、前者がより簡単に試験できるのに対し、後者は下部支点間で引張応力が一樣になる領域が大きく、データがばらつきにくいという利点がある。しかし、3点曲げや4点曲げ試験では、破壊起点が試料角柱の下面ではなく端部になる場合も多く、試料下面が起点になる結果と混在するような場合は、得られたデータの取扱いに注意を要する。一方、リングオンリング曲げ試験は、2軸の4点曲げ試験と考えれば良く、ガラス板端部の影響を受けずに試験できるメリットがあり、得られる強度は「面内強度」と呼ばれる。

破壊起点を決定することは、データのばらつきを解析するために非常に重要である。面倒な作業であるが、破壊試験後の全ての試料は破面観察をして破壊起点を決定するべきである。強度のばらつきは、破壊起点が「面内」か「端面」かの違いによるものだけではない。破壊起点近傍における傷の大きさの分布により、強度のデータがばらつくことは避けられない。そのため、得られたデータは、ワイブル分布に従うと仮定して統計的にそのばらつきを評価する。その詳細は文献⁵⁻⁹⁾を参照いただくことにして、そのプロットの手順のみ述べる。まず、①出来るだけ多く(数十以上が望ましい。ファインセラミックスのJIS規格8)では30本以上と規定)の強度データを得る。②得られた強度値を大きさの順に並べ、その順位から「累積破壊確率(その応力で破壊試験を行った時に、試料が破壊する確率)」を決定する。③累積破壊確率を応力に対して(1)式に従いプロットする。

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\xi} \right)^m \right] \quad (1)$$

$$\ln \ln \frac{1}{1 - F(\sigma)} = m \ln \sigma - m \ln \xi$$

(1)式において、 $F(\sigma)$ は累積破壊確率、 σ は応力(破壊応力)であり、 m はワイブル係数という。また、 ξ は尺度母数と呼ばれるフィッティングパラメータである。ワイブル係数は、デー

タのばらつきの指標となり、ワイブル係数が小さいほどばらつきの多いデータ群であることを意味している。

3. ガラスの破壊靱性値

前節で述べたように、ガラスの強度はその表面状態に依存する。すなわち、破壊強度は材料固有のパラメータであるとは言えない。別の言い方をすると、表面状態を揃えることが困難であるならば、強度をガラス間や材料間で比較できないことになる。しかし、この問題は破壊力学の考え方により解決できる^{2,5-8)}。破壊力学では、存在する傷の先端近傍での応力集中に着目する。傷先端近傍の応力の大きさは、傷の先端から離れるほど小さくなるが、その大きさは①外部から加える応力、②傷の長さ、③傷先端からの位置(座標)により決定できる。このうち、①と②により決定されるパラメータは「応力拡大係数」と呼ばれ(2)式で表される。

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2)$$

ここで、 K_I は応力拡大係数、 Y は傷および試験片の形状因子、 σ は外部から加える応力、 a は傷の長さである。応力拡大係数は、ある特定位置の応力値ではなく、傷先端近傍の応力場の代表値のように考えれば良い。応力拡大係数が得られれば、傷先端周辺の全ての点の応力値が求められる。図2は、2次元平板に存在する傷と、その周囲の任意の点(r, θ)における応力値を示したものである。図2中の $f(\theta)$ は θ のみの関数である。 $r=0$ の点では、数式上は応力

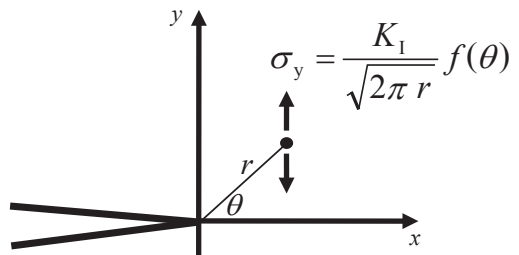


図2 傷先端近傍の応力値

が無限大となるが、実際にはわずかに塑性変形が起こるためそのようなことはなく、ガラスのような脆性材料のような場合、塑性変形領域は十分に小さいため、応力拡大係数が傷先端近傍の応力場を正しく表していると考えてよい。応力拡大係数が等しければ、傷の長さに関係なく傷の先端では同じ応力場強度となっていることを意味しているので、傷の大きさに強度が支配されるガラスのような脆性材料の場合、この考え方は都合が良い。

ガラスは、応力拡大係数がガラス固有のある臨界値に達したときに破壊する。このときの応力拡大係数が「破壊靱性値」である。破壊靱性値は、「傷が存在するときの破壊強度（単位は応力とは異なる）」を表すため、ガラス固有の物性値となる。もちろん、破壊靱性値の測定でもばらつきは存在するが、この場合は破壊強度のばらつきとは意味が異なり、ガラスのような均質材料の場合は測定誤差によるものと考えてよい。ガラスの破壊靱性値は硝材間の違いがほとんど見られないと片づけられることが多いが、規格で定められた正しい方法でガラスの破壊靱性値を測定している例は極めて少ない。「差

が無い」ことは測定して初めて確認できることである。強度がばらつく要因や、経時劣化の要因などを考える際には、そのガラス材料の破壊靱性値という信頼できる材料パラメータを測定してから議論するべきと思う。

破壊靱性値の測定についてもファインセラミックスのJIS規格¹⁰⁾が存在する。破壊靱性値の測定では、人為的に導入した傷を破壊起点として破壊試験を行う（図3）。曲げ強度試験に比べて試料作製が少々厄介だが、規格で示される「傷導入治具」を用いれば、それほどハードルが高いことはない。もちろん、破壊靱性値の硝材間の差が小さいことは事実であり、破壊靱性値だけでガラスの強度を議論することは危険であるが、機械的性質の中で大変重要なパラメータであることに違いはない¹¹⁾。後述する押し込み破壊靱性値をその材料の破壊靱性値としている論文も多いが、JIS規格¹⁰⁾にも記載されているように押し込み破壊靱性値はあくまで定性的な方法であることに注意が必要である。

4. ガラスの押し込み試験

ダイヤモンド鋭角圧子を材料表面に押し込む

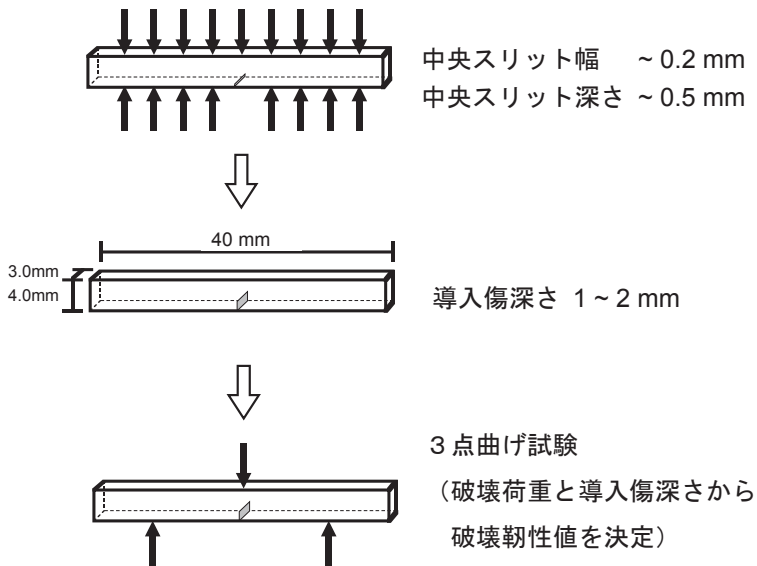


図3 破壊靱性値測定の手順 (JIS R 1607 準拠)

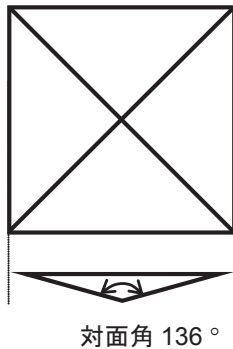


図4 ビッカース圧子の形状

と、永久変形痕が出来る。この変形痕の大きさから様々な材料の硬さが求められる。ビッカース圧子(図4)を用いて得られる硬さをビッカース硬さ HV と言い、負荷荷重と変形痕の対角長さから(3)式を用いて求められる¹²⁾。

$$HV = \frac{2P \sin(\theta/2)}{d^2} = 0.1891 \frac{P}{d^2} \quad (3)$$

ここで、 P は押し込み荷重(N)、 θ は圧子の対面角、 d は変形痕の対角長さ(mm)である。ビッカース硬さは、「押し込み荷重」を圧子の形状から予測される「最大負荷時の接触面積」で除した値となる。ガラスのような弾塑性体では、最大負荷時の変形痕は弾性変形と塑性変形の両方の寄与により形成される。弾性回復の寄与が大きいガラスの場合、最大負荷時と除荷後では変形痕の表面積が異なるため、ビッカース硬さは塑性変形のパラメータというよりはむしろ弾塑性パラメータとしてとらえるべきである¹³⁾。

ファインセラミックスのJIS規格¹²⁾では、硬さの単位を示さないことが定められている。これは、硬さの物理的意味が不明確であるためだが、硬さは「(負荷荷重) / (面積)」として求められるため、応力の次元を有している。JIS規格では、 kgf/mm^2 の次元となるように数値を求め、その単位は示さない(HV0.5のように負荷荷重(kgf)を併記する)ことが記されている。本来単位をもつ数値の単位を表示しな

い点は何とも悩ましいが、多くの学術論文では、ガラスに限らず材料の硬さの単位を「Pa」とする場合があること、筆者もそれを支持することを書き添える。

「硬さ」の物理的な意味は不明確だが、それが凹みの出来にくさの指標であることは確かであり、「硬さ」は重要な材料パラメータである。延性材料では、「硬さ」が降伏応力に比例するため、ガラスにおいても「硬さ」を「強度」の代わりに用いる論文も見受けられるが、硬いガラスが壊れやすい場合も多く注意が必要である。

上述のJIS規格¹⁰⁾には、押し込み試験により発生する傷の長さから破壊靱性値を見積もる方法が併記されている。ガラスでもその方法により破壊靱性値が求められるが、曲げ試験で求められる破壊靱性値とは大きく異なる場合がある。押し込み試験では、残留応力を駆動力として傷が発生・成長する。すなわち、ガラスでは残留応力が正しく推定できないために、見かけの破壊靱性値が変化すると考えることができる。このように、押し込み破壊靱性値は正しい破壊力学パラメータではないが、ガラスの耐損傷性の定性的な尺度となり得る。実際、押し込みにより発生する傷の長さや変形痕の大きさの比率から、ガラスの「押し込み脆さ」を評価する試みも報告されている¹⁴⁾。

5. おわりに

「このガラスの強度測ってよ」と言われたときに役立つ小文をと思い、強度試験、破壊靱性値試験、押し込み試験について概説した。メモ書き程度の内容であるため、詳細は末尾の文献を参照いただきたい。また、算出式の導出過程や試験を行うときに注意すべき項目についてなど割愛した点も多いこともお許し願う。冒頭で述べたように、重要なことは、議論に耐えうる再現性のあるデータを取得することである。そのためには、規格に忠実に従った試験を行うことが近道となろう。規格に従ったデータを得る

ことができれば、測定条件や試料作製条件による強度の違いを議論できるようになるかもしれない。その後のステップは、実際の製品形状での応力分布や経時的な強度低下の評価となるだろう。

ガラスの強度評価は決して易しいことではないが、材料力学や破壊力学の教科書を熟読しなくても何とかなる。破壊力学の教科書を開くことをためらっていた方が、仕方ないから少しやってみようかと思っただけであれば幸いである。

参考文献

- 1) 最近、ドイツでは「DFG-SPP 1594, Topological Engineering of Ultra-strong Glasses」、米国では「GMIC, Usable Glass Strength Coalition」のような比較的大きなガラス強度研究のプロジェクトが動き出している。
- 2) 材料力学についての分かりやすい書籍を1冊挙げるならば、淡路英夫、深津鋼次「考え方を身につける材料力学」(森北出版, 2005)。
- 3) JIS R 1601「ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法」。
- 4) ASTM C 1499-05 “Standard test method for monotonic equibiaxial flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature”. or ISO /DIS 1288-5 “Determination of the bending strength of glass”。
- 5) セラミックス基礎工学講座小委員会編, 「セラミックスの機械的性質」, ((社) 日本セラミックス協会, 1979)。
- 6) 西田俊彦, 安田榮一編著「セラミックスの力学的特性評価」(日刊工業新聞社, 1986)。
- 7) 岡田明「セラミックスの破壊学」(内田老鶴圃, 1998)。
- 8) 淡路英夫「セラミックス材料強度学」(コロナ社, 2001)。
- 9) JIS R 1625「ファインセラミックスの強さデータのワイブル統計解析法」。
- 10) JIS R 1607「ファインセラミックスの破壊じん(靱)性試験方法」。
- 11) 新開紀彦, 「ガラスの破壊じん性」, セラミックス, 17 (1982) 651。
- 12) JIS R1610「ファインセラミックスの硬さ試験方法」。
- 13) M. Sakai, J. Mater. Res, 14 (1999) 3630。
- 14) J. Sehgal and S. Ito, J. Non-Cryst. Solids, 253 (1999) 126。