

マイクロカンチレバー法によるソーダライムガラスの 局所領域の破壊靱性評価

¹⁾横浜国立大学, ²⁾神奈川科学技術アカデミー

多々見 純一¹⁾, 片山 正己¹⁾, 飯島 志行¹⁾
矢矧 東穂²⁾, 高橋 拓実²⁾

Local fracture toughness of soda-lime glass measured using microcantilever beam specimens

Junichi Tatami¹⁾, Masaki Katayama¹⁾, Motoyuki Iijima¹⁾
Tsukaho Yahagi²⁾, Takuma Takahashi²⁾

¹⁾Yokohama National University, ²⁾Kanagawa Academy of Science and Technology

1. はじめに

近年の機械や電子機器の事故の多くは材料の破壊に起因しており、材料の機械的信頼性の向上が強く望まれている。特に、ガラスやセラミックスは金属やプラスチックと比較して機械的信頼性が低いことから、強度や破壊靱性、疲労寿命、耐摩耗性などの改善が学術的・工学的に喫緊の課題となっている。バルクなガラスやセラミックスの機械的特性は、局所領域の機械的特性に支配される。ナノインデント法は、局所領域の弾性率や硬さを評価する上で重要である¹⁾。しかし、強度や破壊靱性などの機械的特性をナノ～マイクロメートルレベルの領域で測定する手法はなかった。筆者らは、材料の局所領域の機械的特性を評価可能なマイクロカンチレバー試験片を用いた手法を提案し、いくつかの材料に適用して研究を進めている²⁾。本報告ではソーダライムガラスを例として、マイクロ

カンチレバー試験片を用いて測定した局所領域の破壊靱性評価の結果について報告する。

2. マイクロカンチレバー試験片を用いたソーダライムガラスの局所領域の破壊靱性評価

2.1 マイクロカンチレバー試験片

本研究で用いた試料は市販のソーダライムガラスである。測定の対象としたのはソーダライムガラスの As-received 面と、これを HF と HCl の混酸でエッチングして表面層を約 5 μm 程度除去したエッチング面である。これらの表面に対して、O_s をコーティングした後集束イオンビーム加工装置 (XVision 200 TB, SII ナノテクノロジー (株)) を用いて、図 1 のようなマイクロカンチレバー試験片を作製した。集束イオンビーム法における加工条件は、加速電圧 30 kV、電流量は 27, 6.5 あるいは 1.3 nA である。図 1 (a) および (b) に示すように、マイクロカンチレバー試験片の寸法は幅 2 μm × 高さ 2.5 μm × 長さ 15 μm 程度であり、断面形状は五角形である。外形を加工後、加速電圧 30 kV、電流量 80 pA の条件で、鋭いノッチを

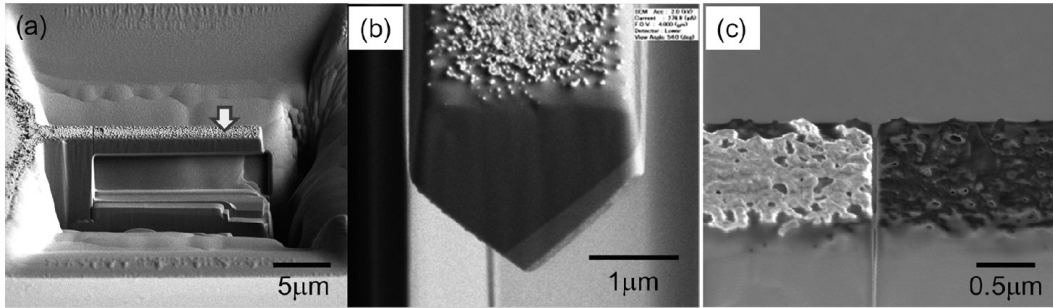


図1 集束イオンビーム法で加工したマイクロカンチレバー試験片
(a) 側面, (b) 断面, (c) ノッチ部

マイクロカンチレバー試験片端部に導入した。導入したノッチの曲率半径は 15 nm 以下である (図 1 (c))。

2.2 破壊試験

得られた片側切り欠き入りマイクロカンチレバー試験片の破壊試験は、ナノインデントアー (TI-950, Hysitron Inc.) を用いて行った。荷重印加点はマイクロカンチレバー試験片の端から 12 μm の位置 (図 1 (a) 中矢印) であり、荷重印加速度を 100 μN/s で制御しながら荷重印加した。図 2 に、破壊試験で得られた荷重-変位曲線を示す。荷重点変位の増加とともに荷重は線形的に増加し、試験片は脆性的に破壊した。図 3 は、破壊試験後の破面の SEM 写真である。破壊はノッチ先端 (図中矢印) から進行し、バルク体と同様に極めて平坦な破面を示し

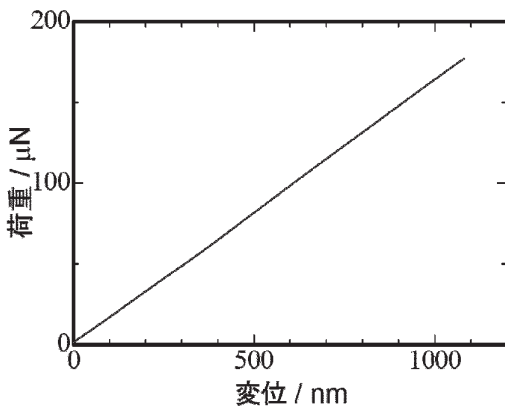


図2 荷重-変位曲線

た。ノッチの形状は、この SEM 写真から計測した。ノッチの深さは 80~170 nm である。すなわち、測定された破壊靱性は、表面から約 100 nm の位置の値である。また、エッチングにより除去した表面層は約 5 μm であり、これよりも導入したノッチ深さは十分小さいことから、ソーダライムガラスの表面から異なる深さの局所的な破壊靱性を測定していることになる。

2.3 破壊靱性の算出

本研究では、応力拡大係数は変位外挿法により求めた。平面ひずみ状態での応力拡大係数 K_I は、き裂先端からの距離 r とき裂開口変位とを

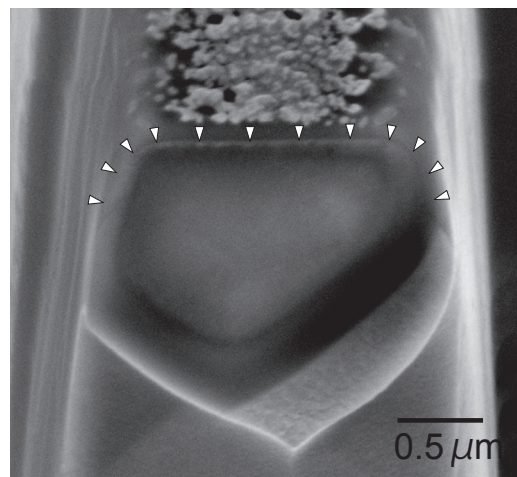


図3 ソーダライムガラスの破面
(矢印はノッチ先端を示す。)

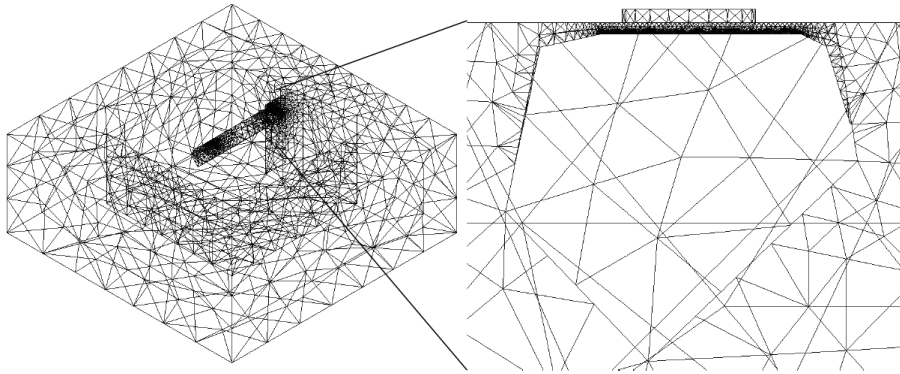


図4 有限要素解析のためのメッシュ例

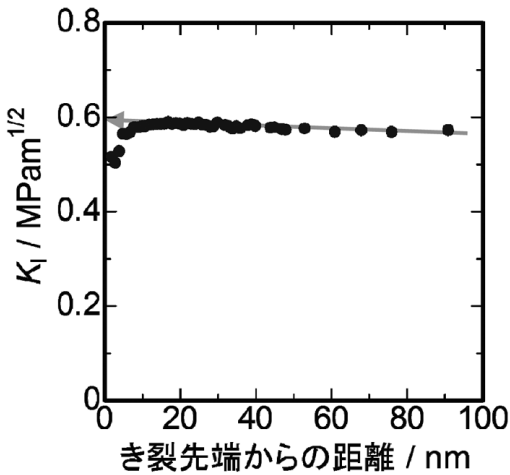


図5 き裂先端からの距離とその点でのき裂開口変位から求めた K_I との関係

用いて次のように表される³⁾。

$$K_I = \sqrt{\frac{2\pi}{r}} \frac{E}{1-\nu^2} \frac{\delta}{8} \quad (1)$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。これより、破壊荷重を印加したときのき裂先端からの距離 r におけるき裂開口変位に δ を知ることにより、応力拡大係数 K_I を求めることができる。試験片の応力拡大係数の評価は、ノッチを含めた試験片形状と破壊試験により得られた破壊荷重を用いて、有限要素法 (ANSYS 13.0, ANSYS, Inc.) で行った。図4は、有限要素解析に用いた典型的なメッシュである。ノッチ先端には特に細かいメッシュを生成させた。図5に式(1)から求めた K_I とき裂先端からの距離 r の関係を示す。 K_I は r の増加とともに

増加してほぼ一定値となった。き裂先端近傍は応力特異性に起因して応力と変位の精度は悪いいため、これらの値を用いて正確な K_I を求めることは難しい。本研究では、き裂先端からの距離が 25 nm より大きな r について求めた K_I を $r=0$ に直線外挿することで得られた値を、マイクロカンチレバー試験片に破壊荷重を作用させたときの K_I とした。この値は破壊荷重を用いて求めたものなので、破壊靱性 K_{IC} である。本研究の試験片について面内せん断方向のき裂開口変位より求めた K_{II} は $0.00 \text{ MPam}^{1/2}$ となり、試験片の破壊に及ぼすモードIIの影響はないこともわかった。このようなマイクロカンチレバー試験片で測定した単結晶Siの(011)面の破壊靱性 ($1.17 \pm 0.13 \text{ MPam}^{1/2}$) は、既往の研究で得られた値 ($1.13 \pm 0.17 \text{ MPam}^{1/2}$) と良く一致しており、測定方法の妥当性も確認されている¹⁾。

2.4 ソーダライムガラスの破壊靱性

表1にマイクロカンチレバー試験片を用いて測定したソーダライムガラスの表面近傍の破壊靱性を示す。As-received面の破壊靱性は0.51

表1 マイクロカンチレバー試験片を用いて測定したソーダライムガラスの破壊靱性

測定箇所	破壊靱性 $K_{IC} / \text{MPam}^{1/2}$
As-received面	0.51 ± 0.06
エッチング面	0.68 ± 0.03

$\pm 0.06 \text{ MPam}^{1/2}$, エッチング面の破壊靱性は $0.68 \pm 0.03 \text{ MPam}^{1/2}$ となり, As-received 面はエッチング面, すなわち, ソーダライムガラス内部と比較して低い値を示した。一般的なソーダライムガラスにおいて, その製造プロセスに依存して表面近傍から内部に向かって組成が変化していることが報告されている⁴⁾。As-received 面とエッチング面で異なる破壊靱性となったのは, ガラスを構成する化学組成の差異に起因している可能性が考えられる。また, ソーダライムガラスの強度はエッチングにより増加することが知られている⁵⁾が, 破壊靱性と強度の増加の程度を考慮すると, 高強度化に及ぼすエッチングによる表面欠陥の除去の効果は極めて大きいことがわかった。

3. まとめ

ソーダライムガラスの表面近傍の破壊靱性をマイクロカンチレバー試験片を用いて測定した。その結果, ソーダライムガラスの As-received 面の破壊靱性はエッチング面と比較して低い値となることが明らかとなった。この差異は化学組成の違いに起因している可能性が示唆された。

マイクロカンチレバー試験片を用いた手法は, 今回紹介した破壊靱性の測定だけでなく,

弾性率, 強度, 疲労特性なども評価可能である。また, バルク体の表面だけでなく, 繊維, 粒子, 膜, 多孔体とそのネック部, MEMS などを含む微小試料, 材料中に存在する不純物偏析などの特異領域, 異材界面などほぼありとあらゆる材料・領域の機械的特性を評価することが可能であり, 波及効果の高い手法であるといえる。例えば, 我々は, これまで実測できていなかった Si_3N_4 セラミックスの中の一個粒子や粒界の破壊靱性の測定に成功している¹⁾。本手法は, 従来, 測定方法がなくブラックボックスとして扱わざるを得なかった局所領域の機械的特性を実部材から定量的に評価できる手法であり, 読者の皆様の自由な発想で本手法を多くの材料に適用していただければ幸いである。

参考文献

- 1) A. Dey, R. Chakraborty and A. K. Mukhopadhyay, *International Journal of Applied Glass Science*, 2, 144–155 (2011).
- 2) J. Tatami, M. Katayama, M. Ohnishi, T. Yahagi, T. Takahashi, T. Horiuchi, M. Yokouchi, K. Yasuda, D. K. Kim, T. Wakihara, K. Komeya, *J. Am. Ceram. Soc.*, in press.
- 3) G. R. Irwin, *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, 24, 361–4 (1957).
- 4) 山本雄一, 旭硝子研究報告, 59, 51–54 (2009).
- 5) E. K. Pavelchek and R. H. Doremus, *J. Mater. Sci.*, 9, 1803–1808 (1974).