201 石英ガラスの破壊強度特性に及ぼす大気雰囲気の影響

Effect of Atmosphere on Fracture Strength of Quartz-glass

○正 鶴来昌樹（日立材料研） 正 町田隆志（日立材料研） 正 長埜浩太（日立材料研）

Masaki TSURUKI, Materials Research Lab., Hitachi, Ltd., Saiwai-cho 3-1-1 Hitachi, Ibaraki

Takashi MACHIDA, Kouta NAGANO, Materials Research Lab., Hitachi,

Abstract

The influential factors on the fracture behavior on the quartz-glass are measured. The fracture strength depends markedly on the environment. In air, the fracture strength does not depend on temperature, but in a vacuum, it increases rapidly at elevated temperature.

The static fatigue appears in air at room temperature, but it does not appear in air at elevated temperature. These results shows that the water vapor in air seems to be dominant in the fracture process. Furthermore, in air at room temperature, the cyclic fatigue lifetime depends mainly on loading time.

Key Words : quartz-glass, fracture behavior, fatigue behavior, effect of atmosphere

1. 緒 言

石英ガラスは、透明で化学的に安定であり、かつ熱膨張率が低く熱応力設計が容易なことから、化学反応容器等に広く使用されている。しかしながら、長期間の使用を考慮すると、使用温度、雰囲気および内外圧差の変動等が強度に及ぼす影響を十分に把握して機器設計を行う必要がある。以上の観点から、本研究では主に石英ガラスの強度、とくに疲労特性に及ぼす大気雰囲気、温度、負荷繰返し数の影響等¹⁾ に関して実験的に検討した。

2. 実験方法

石英ガラスの疲労強度の支配因子を明らかにするため、主に以下の2項目に関して検討した。

- 1) 大気中および真空中の即時破壊および疲労破壊強度を比較し、疲労挙動に及ぼす環境の影響を評価した。
- 2) 繰返し疲労試験と静疲労試験の結果比較し、疲労挙動に及ぼす負荷時間と繰返し数の影響を評価した。

2.1 供試材と試験片 供試材は、市販の板厚3mmの石英板材を使用した。試験片は、供試材よりJIS R1601に準拠した幅4mm×厚さ3mm×長さ35mmの角柱試験片を採取し、稜線を面取りして用いた。

2.2 試験方法 即時破壊強度試験、疲労強度試験ともに、引張側スパン30mm、圧縮側スパン10mmの4点曲げで行い、即時破壊強度における変位速度は0.5mm/minを基本とした。試験環境は、大気中および 2.7×10^{-2} MPa程度の真空中とし、室温から1100℃までの温度範囲とした。疲労試験は、負荷応力一定の静疲労試験、および正弦波もしくは矩形波の繰返し疲労試験とし、波形と繰返し速度の影響を検討した。

3. 実験結果および考察

3.1 即時破壊強度特性 試験に先立って、本供試材の室温大気中における即時破壊強度を測定した結果、平均強度は106MPa、ワイブル係数は $m=7.2$ であった。

図1には、室温の即時破壊強度に及ぼす大気雰囲気と変位速度の影響を示す。変位速度が0.5mm/minの一定条件の場合、大気中の即時破壊強度が真空中より低いことがわかる。また、大気雰囲気、変位速度を0.05mm/minと0.5mm/minの2段階で調べた結果では、前者の方が強度が低い結果を示した。これは、石英ガラスの破壊が水分によりSiとOの結合が切断される水和反応に起因するため、供給水分量の多い大気中の方が真空中より強度が低く、また変位速度の低い方が強度が低くなる遅れ破壊現象が顕著となる結果と解釈できる。

図2は、1000℃もしくは1100℃の大気中に6時間保持した後に、室温大気中で即時破壊強度を測定した結果を示す。本熱処理による強度の改善はあまりみられないことがわかる。

図3には、即時破壊強度の温度依存性を、1100℃までの範囲で大気中と真空中で測定した結果を示す。大気中では、1000℃の強度は室温と比較して若干上昇する程度であるが、真空中では500℃を超える温度領域で強度は急速に増加し、1100℃では室温の5倍以上となることがわかる。

これは、真空中では石英に吸着されていた水分の離脱、とくに500℃以上では物理的吸着分、さらにガラス転移点以上では化学吸着分が離脱するため、水和反応に基づく石英の破壊が困難になった結果と考えることができる。同時に、高温では強度の潜在欠陥依存性が低減した可能性もある。一方、大気中では温度上昇しても吸着水分の影響が残るため、真空中と比較して強度上昇はみられない結果を示

していると推定される。

Fig.1 Effect of atmosphere on strength

Fig.2 Effect of heat treatment on strength

Fig.3 Effect of temperature on strength

3.2 疲労強度特性 図4には、室温で測定した静疲労試験および繰返し疲労試験の結果を示す。繰返し疲労試験は、負荷時間の効果を容易に分離するため矩形波を用い、応力比 0.1、繰返し速度 $f=0.5\text{Hz}$ で実施した。図中の試験結果は、負荷応力と負荷時間の関係で整理したが、繰返し疲労の場合、負荷応力、負荷時間は矩形波の最大応力とその累積作用時間で整理した。

静疲労の場合、破壊までの時間は負荷応力の低下とともに長くなり遅れ破壊挙動を示す。繰返し疲労の場合も同様の傾向を示すが、その寿命は、静疲労の場合よりおよそ 1/10 程度短かいことがわかる。したがって、石英の場合、

疲労は基本的には遅れ破壊現象であるが、その寿命は負荷時間と負荷繰返し数の両方に依存することがわかる。

図5には、応力波形が異なる繰返し疲労試験の結果を、負荷応力(最大応力)と負荷繰返し数の関係で示す。繰返し速度は正弦波の場合は 2Hz 、矩形波の場合は 0.5Hz とし、応力比は $R=0.1$ とした。矩形波および正弦波で負荷した場合の破壊繰返し数は、前者の方が短い傾向がみられる。別途実施している繰返し速度 0.5Hz の正弦波の結果は、両者の中間に位置し、繰返し速度は低い方が寿命は短い可能性を示している。

Fig.4 Relationship between stress and time to failure

Fig.5 Effect of waveform on fatigue lifetime

4. 結 言

石英ガラスの大気中および真空中での即時破壊および疲労破壊特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1) 石英の即時破壊強度は、大気中では温度依存性は示さないが、真空中では温度とともに急激に上昇する。
- 2) 室温大気中では、静疲労条件で遅れ破壊現象を示すが、負荷の繰返しはさらに加速する効果を示す。

参考文献

- (1) 作花済夫編, ガラスの事典, 342(1985)