S042023

ガラス材料のき裂進展中に生じるフォトンエミッションの放出特性

塩田 忠^{*1}, 佐藤 由隆^{*2}, 安田 公一^{*1}

Photon Emission Characteristics during Crack Propagation in Glass Materials

Tadashi SHIOTA^{*1}, Yoshitaka SATO and Kouichi YASUDA^{*1} Tokyo Institute of Technology Dept. of Metallurgy and Ceramics Science
Ookayama 2-12-1-S7-14, Meguro-ku, Tokyo, 152-8552 Japan

2.7eV and 1.9eV photon emissions (PEs) were measured during crack propagation in brittle fracture of silica glass, borosilicate glass and soda-lime glass. In silica glass, an intense 2.7eV-PE was observed at the beginning of the crack propagation, and 1.9eV-PE was detected during the crack propagation. On the other hand, only an intermittent 2.7eV-PE was observed in both of borosilicate glass and soda-lime glass. The difference on the PE characteristics could be related to that on microscopic processes in the crack propagation. This result implies that the PE is a tool to study crack propagation in brittle materials on a microscopic scale.

Key Words : Brittle Fracture, Photon Emission, Crack Propagation, Glass

1. 結 言

脆性材料の破壊に伴う粒子放出現象（フラクトエミッション）は、破壊の微視的過程に関する新たな評価法として期待されてきた⁽¹⁾。しかしながら、これまでに数多くの研究が報告されているものの、脆性破壊におけるき裂進展過程とフラクトエミッションの放出特性を対応付ける研究報告は殆ど無く、放出メカニズムも完全には解明されていない。

最近、著者らは、シリカガラスの脆性破壊におけるき裂進展中に放出されるフォトンの検出を試みた⁽²⁾。その結果、過去に報告された結果⁽³⁾と同様に酸素欠乏型欠陥に由来する 2.7 eV (450 nm) 付近と非架橋酸素正孔欠陥に由来する 1.9 eV (650 nm) 付近のフォトンエミッション (PE) が検出され、加えてそれぞれのき裂進展中の放出特性が異なることが分かった。そこで本研究では、各種ガラスにおけるき裂進展中に生じる PE を計測し、それぞれのガラスのき裂進展中の PE 放出特性を明らかにし、それらの放出特性を比較することにより、PE の脆性破壊過程に対する微視的評価法への応用の可能性をについて検討した。

2. 実 験 方 法

試料として、シリカガラス（東ソーケオーツ，ES），ソーダライムガラス（旭硝子，フロートガラス），ホウケイ酸ガラス（住田光学ガラス，S-BK7）を用いた。計測方法の詳細は、既報⁽²⁾に述べられており、ここでは概要を述べる。それぞれの試料を、幅 2 mm，高さ 3 mm，長さ 25 mm の曲げ試験片に加工した。試験片の引張り面中央のエッジに、破壊源としてノッチを導入した後、引張り面と圧縮面に金コートを施し、それらの面を銀ペーストを用いて導通させた。試験片の一方の端は直流電源に、他方の端は約 100 Ω の外部固定抵抗に接続した。そのような試験片を 10⁻⁴ Pa 台の高真空中で 3 点曲げにより破壊した。その際、引張り面と圧縮面の電気伝導度の変化、すなわち外部固定抵抗の電圧 (V_{del}) 変化をモニターすることにより、試験片中のき裂進展を検出した。き裂進展

^{*1} 正員，東京工業大学（〒152-8552 東京都目黒区大岡山 2-12-1-S7-14）

^{*2} 東京工業大学 大学院理工学研究科
E-mail: tshiota@ceram.titech.ac.jp

Fig.1 Photon emission during crack propagation in silica glass; (a) crack propagation behavior, (b) 2.7eV-PE and (c) 1.9 eV-PE.

Fig.2 Photon emission during crack propagation in borosilicate glass; (a) crack propagation behavior, (b) 2.7eV-PE and (c) 1.9 eV-PE.

中に放出された光子は、2.5 eV ~ 2.9 eV と 1.8 eV ~ 2.0 eV を透過させる 2 つのバンドパスフィルターと 2 本の光電子増倍管 (PMT) を用いて、2.7 eV 付近と 1.9 eV 付近の光子に分離して同時に検出した。PMT は、フォトカウンティングモードで動作させた。そのため、光子が入射したときの PMT 出力は、振幅が 0.005V 以上の負パルス電圧である。V_{det} の変化と 2 本の PMT の出力負パルス電圧を、サンプリング速度 1GS/秒でデジタルオシロスコープを用いて計測・記録することにより、き裂進展の検出、及びそれに伴い生じる 2.7 eV-PE と 1.9 eV-PE の計測を行った。

3. 実験結果と考察

図 1 にシリカガラスの計測結果を示す。図 1(a) は、き裂進展挙動を示す V_{det} の変化であり、図 1(b) と (c) は、同時に計測された 2.7eV-PE と 1.9eV-PE の時間変化である。V_{det} の減少し始める時刻をき裂進展開始時刻とみなし、t = 0 とした。2.7eV-PE は、き裂進展開始直後から急激に増加し、V_{det} が約 0.15V へと急激に低下する t = 0.7 μs 付近、すなわちき裂が引張り面を貫通した時刻付近でピークを示す。その後すぐに減衰し、以降、V_{det} がゼロとなりき裂進展が完了するまでは、離散的に生じている。1.9 eV-PE については、き裂進展開始後約 1.5 μs でピークを示した後、緩やかに減衰しながらも放出が続いている。このような PE 放出特性は、過去の研究⁽²⁾に一致する。

一方、ホウケイ酸ガラスとソーダライムガラスの場合、き裂進展中の PE は、シリカガラスの場合とは異なる放出特性を示した。ホウケイ酸ガラス試験片における V_{det} の変化を図 2(a) に、それに伴う 2.7 eV-PE と 1.9 eV-PE の放出特性を図 2(b) と (c) にそれぞれ示す。2.7 eV-PE が離散的にわずかに生じているものの、1.9 eV-PE については殆ど放出が見られない。ソーダライムガラスの場合も、同様の放出特性が観測された。

シリカガラス、ソーダライムガラス、ホウケイ酸ガラスにおいて、いずれの場合もき裂は大きく分岐すること無く進展しており、破面観察からもき裂進展挙動に巨視的には大きな違いは見られなかった。また、いずれの試験片の場合も、き裂進展時間はほぼ 7 ~ 9 μs の範囲であったため、き裂進展速度にも大きな違いは見られな

った。したがって、シリカガラスとソーダライムガラス及びホウケイ酸ガラスにおける PE 放出特性の違いは、き裂進展の微視的な過程の相違を反映したものと考えられる。

4. 結 語

各種ガラス材料の破壊におけるき裂進展中に放出された 2.7 eV と 1.9 eV の光子を検出し、それぞれの光子エミッションの放出特性について比較した。その結果、シリカガラスとソーダライムガラス及びホウケイ酸ガラスでは、PE の放出特性が大きく異なることが分かった。これは、き裂進展の微視的過程の相違を反映していると考えられる。したがって、脆性破壊に伴う光子エミッションが、き裂進展過程の微視的な研究手法の 1 つになり得ることを本結果は示唆している。

文 献

- (1) Langford, S. C., Dickinson, J. T., and Jensen, L. C., "Simultaneous measurements of the electron and photon emission accompanying fracture of single-crystal MgO", *Journal of Applied Physics*, Vol. 62, No. 4 (1987), pp. 1437-1449.
- (2) 佐藤由隆, 塩田忠, 安田公一, "シリカガラスにおけるき裂進展中の光子エミッション計測", 日本機械学会第 18 回機械材料・材料加工技術講演会 CD-ROM 論文集, No.10-29 (2010), no.110.
- (3) Kawaguchi, Y., "Time-resolved fractoluminescence spectra of silica glass in a vacuum and nitrogen atmosphere", *Physical Review B*, Vol. 52, No. 13 (1995), pp. 9224-9228.