加傷板ガラスの水中におけるき裂伝ば挙動†

木村 雄二* 山本 茂夫*
関谷 道雄* 国尾 武**

Crack Growth Characteristics of Vickers Indented Glass
Plate Specimen in Water

by

Yuji KIMURA*, Shigeo YAMAMOTO*, Michio SEKIYA*
and Takeshi KUNIO**

The present authors have been investigating the delayed fracture process of soda-lime-silica glass in water by conducting four point bending tests using plate specimens with initial cracks and an indentation pit generated by Vickers diamond indentation. The crack growth behavior in the delayed fracture process, however, has not yet been clarified. Therefore, in this paper, the crack growth characteristics of the same glass materials were investigated by employing the same plate specimens. At the same time, double cantilever beam test was conducted. Then, K_I analysis of a semi-elliptical crack was applied to make some correction to a tentatively calculated K_I value. In the analysis, the morphology effect of lateral crack was taken into consideration.

As a result, the crack growth rate data obtained by four point bending tests were found to agree well with the double cantilever beam test data obtained in this experiment as well as those by S.M. Wiederhorn. Therefore, it is concluded that the K_I - V relationship can be evaluated by the four point bending delayed fracture tests.

キー・ワード：ソーダ石灰ガラス，遅れ破壊，き裂進展速度，半だ円き裂，横方向割れ目の形態

1 緒 言

ガラスおよびセラミックス等のぜい性材料の強度を検討するに際しては，同材料の環境により加速された遅れ破壊挙動を考慮に入れることが不可欠であろう。特に，この現象は，水分存在下における応力腐食割れと認識され，この点に関してこれまで数多くの研究が行われている現状にある。さきに著者らは，ビッカース・ダイヤモンド圧子により圧痕および初期き裂を付与した板状試験片を用いた四点曲げ試験から，ソーダ石灰ガラスの水中における遅れ破壊過程を明らかにしたが^{1)~3)}，同試験片におけるき裂進展挙動に関しては不明な点が多数残されていた。^{4)~6)}

そこで，本報告では，同様な試験片を用いてき裂進展過程に対して検討を加えたが，同時に二重片持ちはり試験を行い，現実の表面き裂形態を考慮に入れた K_I 値の修正を試みることを通じて，応力拡大係数を前述の試験片のき裂伝ば速度の解析に適用する際の問題点に対して検討を行った。このようにして，ビッカース・ダイヤモンド圧子により初期き裂を付与した板状試験片を用いた四点曲げ遅れ破壊試験により，ガラスの水中における K_I - V 関係を評価することの可

能性について検討を加えた。

2 試験片および実験方法

四点曲げ遅れ破壊試験は，前報と同様に，JIS に規定される厚さ 3 mm の普通板ガラス (1676×1219×3.0±0.3 mm，日本板硝子製) から長さ 210 mm，幅 10.0±0.1 mm の帯板状に長手方向に切り出した試験片を用いて行った。この試験片の切り出し時に傷を付けていない側の中央部にビッカース硬度計により圧痕および初期き裂を付与したが，その際の荷重負荷条件は，1.96 N，5 秒間とした。負荷応力は $\sigma_1=43.3$ MPa ならびに $\sigma_2=40.2$ MPa の二種類とし，それぞれ10本ずつの試験片に対して脱イオン水 (温度 298±1 K) 中で遅れ破壊試験を行い，き裂進展挙動を測定した。

一方，Fig. 1 には二重片持ちはり試験片を示す。同試験片は，市販の顕微鏡用スライドガラス (76.0±0.5×26.0±0.5×1.3^{+0.2}_{-0.1} mm) ならびに前述の厚さ 3 mm の普通板ガラスを，き裂進展方向が板ガラスの横方向と一致するように，スライドガラス状に切断したものである。これらの試験片にはダイヤモンドカッターによりスリットを入れ，その先端角 θ の値は 45° 程

† 原稿受理 昭和61年7月17日 Received July 17, 1986

* 正会員 工学院大学 東京都新宿区西新宿, Kogakuin University, Nishi-shinjuku, Shinjuku-ku, Tokyo

** 正会員 慶応大学理工学部 横浜市港北区日吉, Faculty of Science and Engineering, Keio University, Hiyoshi, Kohoku-ku, Yokohama

Fig. 1. Geometry of double cantilever beam test specimen.

度としたが、荷重負荷の際スリット先端からのき裂進展を確実にものとするために、スリット先端近傍であるA部にビッカース硬度計により圧痕および初期き裂を付与した。その際のビッカース荷重条件は、板厚の薄い試験片に対しては1.96 N、5秒間であり、板厚の厚い試験片については、49 N、5秒間としている。そしてさらに後者については、圧痕および初期き裂を付与した表面と反対側に、深さ0.7~0.9 mm程度の片側側溝を設け、き裂のモードI進展を確保することを試みた。これら試験片は、Fig. 2に示す遅れ破壊試験装置へスリット先端部が脱イオン水（温度 298 ± 1 K）中に完全浸漬するように装着し、初期応力拡大係数条件が $K_{Ii} = 0.40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ から $K_{Ii} = 0.50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となる範囲で二重片持ちはり遅れ破壊試験を行った。

Fig. 2. Apparatus of double cantilever beam test.

これら四点曲げならびに二重片持ちはり試験片の荷重負荷時間は、リニア・ヘッドにより速やかに荷重負荷が行われるのと同時にスタートし、除荷および破断時に停止するようにセットしたタイマーにより測定した。一定時間ごとのき裂長さの測定は、測微計を取り付けた光学顕微鏡ならびに移動式顕微鏡により行った。また、破面形態の詳細な観察は光学顕微鏡により行った。

3 実験結果およびその考察

3.1 四点曲げ条件下における遅れ破壊き裂進展特性

$\sigma_1 = 43.3 \text{ MPa}$ ならびに $\sigma_2 = 40.2 \text{ MPa}$ の二種類の

Table I. Results of delayed fracture tests: $\sigma = 43.3 \text{ MPa}$, $T = 298 \text{ K}$.

Test piece No.	$d(\mu\text{m})$	$d^*(\mu\text{m})$	$w_i(\mu\text{m})$	Time to fracture $t_f(\text{s})$
1	14.9	7.0	65.4	789
2	20.6	—	67.9	191
3	11.8	—	69.9	616
4	16.6	10.7	66.5	709
5	14.8	10.5	72.5	370
6	12.9	8.7	66.5	460
7	15.8	11.7	61.2	287
8	12.7	9.2	63.1	390
9	13.1	11.6	68.6	710
10	16.2	9.4	65.7	556
Mean value	14.9	—	66.7	508

Table II. Results of delayed fracture tests: $\sigma = 40.2 \text{ MPa}$, $T = 298 \text{ K}$.

Test piece No.	$d(\mu\text{m})$	$d^*(\mu\text{m})$	$w_i(\mu\text{m})$	Time to fracture $t_f(\text{s})$
1	12.4	12.1	66.2	1379
2	15.2	—	71.1	1910
3	16.6	—	64.6	2035
4	14.4	13.4	68.0	1232
5	15.9	10.7	63.5	1833
6	16.4	13.4	63.9	1499
7	14.4	9.6	63.8	2072
8	18.1	13.7	67.2	933
9	19.3	18.3	59.0	332
10	17.3	13.5	68.5	2865
Mean value	16.0	—	65.6	1609

応力レベルにおける各々10本ずつの試験片に対して行った遅れ破壊試験結果を Table I および Table II に示す。また、同表には、破面上に現れる初期き裂形態の内、破断寿命 t_f と相関性が高いことが認められている初期き裂深さ $d(\mu\text{m})$ および Lateral crack 深さ $d^*(\mu\text{m})$ を、そしてさらに初期き裂の表面長さ $w_i(\mu\text{m})$ の値も併記してある。

Fig. 3 には、応力レベル 43.3 MPa において得られたき裂進展曲線の内の代表的な例を示す。すなわち、同図は、試験片表面でのき裂長さの半長の荷重負荷時間に対する成長挙動を示したものである。その結果、応力負荷に伴い、き裂長さは初期に急激な増大を生じた後、徐々にその増大の割合を小さくし、時間の経過に伴い再びその成長速度が少しずつ大きくなり、最終破断直前にさらに急激な増加を引き起し急速な破断に至るという特徴的な挙動を示した。このようなき裂進

Fig. 3. Crack growth curve.

Fig. 4. Morphology of delayed fracture surface.

展挙動は, Fig. 4 に示した破面形態との対応から以下のように理解される. すなわち, Fig. 3 のき裂進展曲線の変曲点 C_t は, 両側の Radial crack が Lateral crack を回り込む時点のき裂長さにほぼ対応するところから, Lateral crack 形態を考慮に入れた遅れ破壊き裂形状を考えたとき, 本供試材で本来検討されるべきき裂進展挙動は, この変曲点以降に対応する範囲のものであろう.

3・2 四点曲げ遅れ破壊試験によるき裂進展速度の評価

まず, き裂進展曲線の接線のこう配から求めたき裂伝ば速度と, 表面き裂長さの半長 c を用いて $\sigma\sqrt{\pi c}$ により計算された応力拡大係数 K_I との関係を求め,

Fig. 5. K_I - V relationship.

Fig. 5 に示した. また, Fig. 5 には, S. M. Wiederhorn⁹⁾¹⁰⁾ による二重片持ちりの試験結果を併記した. 同図は, S. M. Wiederhorn の試験結果と比較して, 本実験の四点曲げ試験により得られた結果は, 同一の応力拡大係数 K_I に対するき裂進展速度が著しく小さくなることを示している. 換言すれば, 同一のき裂進展速度に対して応力拡大係数 K_I が著しく大きな値となっていることを意味している. しかも, このような K_I 値の過大評価と同時に, 四点曲げ試験によるデータは, S. M. Wiederhorn のデータと傾きが僅かに異なり, 大きなばらつきの存在が認められた. そして, さらに, Fig. 5 に示したデータの 内, $\sigma=43.3$ MPa の応力レベルにおいて最小および最大寿命を示す試験片から得られたものをそれぞれ $\blacksquare$ ($t_f=191$ s) ならびに $\blacktriangle$ ($t_f=789$ s) で示すが, これらより, き裂進展速度に明らかな個体差が存在していることも理解される.

このようなき裂進展速度の過小評価すなわち応力拡大係数 K_I の過大評価は, 四点曲げ条件下で進展して行く現実のき裂の形態が貫通き裂とはほど遠く, むしろ三次元的な表面き裂であることに起因しているものと考えられる. そして, データの大きなばらつきならびにその値が試験片に対する個体差を有する要因として, ビッカース・ダイヤモンド圧子押し込みにより生成される Radial-Lateral crack 系の形態による効果⁸⁾

(a) $d=d^*=20.6\mu\text{m}$ $\blacksquare$: $t_f=191\text{sec}$ d : initial crack depth, (b) $d=14.9\mu\text{m}, d^*=7.0\mu\text{m}$ $\blacktriangle$: $t_f=789\text{sec}$ d^* : lateral crack depth

Fig. 6. Dependence of crack growth rate upon lateral crack morphology.

が重要となろう。そこで、き裂進展速度の Lateral crack 形態依存性について検討を加えた。その結果を Fig. 6 (a)(b)に示すが、これらは、前述のき裂進展速度のデータ■および▲を求めた試験片の破面形態を示したものである。すなわち、同図(a)は、 $\sigma=43.3$ MPa において破断寿命が $t_f=191$ s と最も短い試験片の破壊形態を示したものである。この場合、Lateral crack の深さ d^* が大きく、また、その形態が比較的に滑らかであり、したがってき裂進展速度が大きな値を示している。これに対して、同図(b)は、破断寿命が $t_f=789$ s と最も長い試験片の破面形態を示したものであり、この場合、Lateral crack 深さ d^* は小さな値をとり、また、その形態は折れ曲っている。その結果、き裂進展速度も小さな値を示した。このように、Fig. 6 は明らかにき裂進展速度に Lateral crack 形態依存性が存在することを示している。加うるに、同図は、四点曲げ条件下で進展するき裂の現実の形態が貫通き裂とはほど遠いことをも明示している。

したがって、これらのデータと S. M. Weiderhorn のそれとの差異は、三次元表面き裂に対する応力拡大係数の解析をこの問題に適用し、さらに、Radial-Lateral crack 系の形態の差異を考慮に入れることにより改善されるものと考えられる。しかしながら、現在までのところ、三次元的なRadial-Lateral crack 系に対する応力拡大係数 K_I の解析がなされていないところから、ここでは、この問題に対して、第一次近似として、半円き裂に対する K_I の解析を適用した。

すなわち、応力拡大係数 K_I としては、下記に示す通りの、一様引張条件下での半無限体表面における半円き裂に対する値を用いている。⁽¹¹⁾⁽¹²⁾

$$K_I = \frac{\sigma(\pi b)^{1/2} M_e}{\Phi} \left(\frac{b^2}{c^2} \cos^2 \varphi + \sin^2 \varphi \right)^{1/4} \quad (1)$$

$$\Phi = \int_0^{\pi/2} \left[\sin^2 \varphi + \frac{b^2}{c^2} \cos^2 \varphi \right]^{1/2} d\varphi \quad (2)$$

ただし、 Φ は第二種完全だ円積分であり、 c および b は半円の長軸ならびに短軸の半長を表し、そして、離心角 φ は Fig. 7 のように定義されたものである。式(1)における係数 M_e は、無限体中のだ円状き裂の K_I 値に対する表面および背面の修正係数を意味する。しかしながら、本実験の場合には、き裂深さ b の試験片板厚 t に対する割合 b/t が非常に小さいので、試験片

Fig. 7. Semi-elliptical crack.

表面の効果のみを考慮に入れることとした。よって、このような表面による修正係数の値としては、下記の式⁽¹³⁾に示されるものを用いた。

$$M_e = M_1 = 1.13 - 0.1(b/c), \quad (0.02 \leq b/c \leq 1.0) \quad (3)$$

したがって、 K_I の最大値は φ に $\pi/2$ を代入した時に式(1)より求められるが、進展して行く現実のき裂に対してはその表面長さの変化のみしか測定できないという実験上の制約から、その値は下記のように表現される。

$$K_I = \frac{\sigma(\pi b)^{1/2} M_e}{\Phi} = \frac{\sigma(\pi c)^{1/2} M_e}{\Phi} (b/c)^{1/2} \quad (4)$$

そして、さらに、本研究においては、初期き裂のアスペクト比とき裂の高速伝ば開始後に破面に現れるマーキングのアスペクト比がほぼ一致するという著者らの前報の結果⁽⁷⁾を考慮し、進展するき裂のアスペクト比 b/c の値を一定値と考え以下のように検討を加えた。

その結果として、現実の応力拡大係数 K_I の値は、 $K_I = \sigma\sqrt{\pi c}$ により仮に求めた K_I の値に対して、 $(M_e/\Phi) \times (b/c)^{1/2}$ の修正係数を乗ずることにより計算されよう。そして、現実の K_I の計算に際しては、初期き裂深さ d と Lateral crack 深さ d^* の算術平均 $(d+d^*)/2$ を半円形状の短軸の半長 b に等しいとみなし、Lateral crack 形態の差異を考慮に入れることとした。そして、この値と初期表面き裂の半長 $w_i/2$ との比 $\{(d+d^*)/2\}/(w_i/2)$ を求め、同試験片のアスペクト比 b/c とした。さらに、応力負荷条件下において半円き裂が相似的な形態を保ちながら進展すると仮定の下に、各試験片ごとの定数として決定される修正係数 $(M_e/\Phi)(b/c)^{1/2}$ を用いて K_I の値を計算し直した。したがって、このような取扱いは、Lateral crack を回り込むようにして進展して行くき裂の形態を、Fig. 8 (b)にハッチングにより示した形態で近似していることを意味する。

Fig. 8. Approximation of the real crack morphology by the semi-elliptical crack.

一方では、同時に、遅れ破壊き裂の進展速度は、 K_I 値が容易に決定される二重片持ちはり試験により以下のようにして求めた。すなわち、Fig. 1 に示した同試験片のスリット深さ a 、板厚 t (側溝を付与した場合はこの深さを除いた実質的板厚) ならびに初期応力拡大係数 K_{I0} 等の条件を Table III に示す。なお、その際の K_I 値は下記の式により求めた。

$$K_I = 3.45 \frac{Pl}{th^{3/2}} [1 + 0.7(h/l)] \quad (5)$$

$$l = a + 4a \quad (6)$$

ただし、 P は負荷荷重、 l は荷重を負荷するピンの中心からき裂先端までの距離、 t は板厚そして h は試験片の幅の半長である。

Table III. Various conditions of double cantilever beam tests.

Test piece No.	a (mm)	t (mm)	h (mm)	P (N)	K_{I0} (MPa $m^{1/2}$)
1	18.10	1.35	12.91	10.55	0.50
2	14.03	1.34	12.95	11.92	0.48
3	20.92	2.10	13.15	14.02	0.46
4	21.18	1.89	13.05	9.95	0.40

このようにして、二種類の遅れ破壊試験すなわち四点曲げならびに二重片持ちはり試験により得られたき裂進展速度のデータをまとめて、修正した四点曲げ試験に対する K_I および DCB 試験における K_I の値に対して Fig. 9 に示した。

Fig. 9. K_I - V relationship.

これらの結果より、四点曲げ試験における K_I の値が、 $\sigma\sqrt{\pi c}$ により求められた仮の K_I 値に対して約 50 ~ 60% と小さくなり、したがって、四点曲げ試験により評価される K_I - V 関係には、依然としてデータのばらつきが存在するものの、ばらつき幅の下限値に近い部分が S. M. Wiederhorn により示された K_I - V 関係と一致するに至った。さらに、このような関係は、本実験で行った二重片持ちはり試験の結果とも一致を見せている。そして、Fig. 9 に示した実験結果は、S.

M. Wiederhorn により提案されている K_I - V 関係の第 I 領域に対応するところから、これらの遅れ破壊は、水分の存在下における応力腐食機構によりもたらされることが明らかである。

このようにして、ビッカース・ダイヤモンド圧子により初期き裂を付与した板状試験片を用いた四点曲げ遅れ破壊試験により、ガラスの水中における K_I - V 関係を評価することの可能性が示された。

4 結 言

ビッカース・ダイヤモンド圧子により圧痕および初期き裂を付与した板状試験片ならびに二重片持ちはり試験片に対して、四点曲げおよび二重片持ちはり遅れ破壊試験を行い、ソーダ石灰ガラスの脱イオン水中におけるき裂進展特性について検討を加えた結果、以下の事柄が明らかとなった。

(1) 四点曲げ条件下での脱イオン水中のき裂進展挙動は、Fig. 3 に示されるき裂進展曲線の変曲点 c_c 以降に対応する領域におけるものが本来重要となる。

(2) 四点曲げ試験により得られたき裂進展速度のデータは、表面き裂長さの半長 c を用いて $\sigma\sqrt{\pi c}$ により計算された K_I に対してプロットした場合、二重片持ちはり試験により得られるそれに比較してかなり小さな値となり、しかも、大きなばらつきが存在する。そして、き裂進展速度に、Lateral crack の形態の差異に起因する、各々の試験片ごとの個体差の存在が認められた。

(3) そこで、半だ円状き裂に対する K_I 値の解析を本問題に対して適用し、さらに、Lateral crack 形態の差異をも考慮に入れ、仮に計算された K_I の値に対して修正を加えることを試みた。その結果、四点曲げ試験により得られたき裂進展速度のデータのばらつきがいくぶん軽減され、しかも、そのばらつき幅の下限値に近い部分で、S. M. Wiederhorn ならびに本実験で行った二重片持ちはり試験によるデータと一致を示した。したがって、同材料の K_I - V 関係を四点曲げ遅れ破壊試験により評価することの可能性が示された。

本研究を行うにあたり種々のご討論をいただいた、工学院大学化学工学科矢ヶ崎隆義氏に謝意を表します。(昭和58年5月23日 日本材料学会第32期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) R. J. Charles, J. Appl. Phys., **29**, 1549 (1958).
- 2) S. M. Wiederhorn and L. H. Bolz, J. Am. Ceram. Soc., **53**, 543 (1970).
- 3) C. J. Phillips, "Fracture", Vol. 7, Chap. 1 (1972) Academic Press, New York.
- 4) T. C. Baker and F. W. Preston, J. Appl. Phys., **17**, 179 (1946).
- 5) C. Gurney and S. Pearson, Proc. Phys. Soc., Sec.

- B, **62**, 469 (1949).
- 6) R.E. Mould and R.D. Southwick, J. Am. Ceram. Soc., **42**, 582 (1959).
- 7) 木村雄二, 矢ヶ崎隆義, 国尾 武, 材料, **32**, 315 (1983).
- 8) Y. Kimura, T. Yagasaki and T. Kunio, Engng. Fracture Mech., **19**, 1025 (1984).
- 9) S.M. Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc., **50**, 407 (1967).
- 10) S.M. Wiederhorn, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 2, p.613 (1974) Plenum Press, New York.
- 11) I.S. Raju and J.C. Newman, Jr., NASA TM X-72825 (1977).
- 12) J.J. Petrovic and M.G. Mendiratta, "Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials", ASTM STP 678, p.83 (1979) ASTM.
- 13) J.C. Newman, Jr., NASA TN D-8244 (1976).
- 14) A.G. Evans, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 1, p.17 (1974) Plenum Press, New York.