ソーダ石灰ガラスのサブクリティカルなき裂成長に 及ぼす環境および多軸応力の影響* (定負荷速度試験による検討)

池田 清彦^{*1}, 井垣 久^{*1}, 田頭 浩一郎^{*2}

Effect of Environment and polyaxial Stress States on Subcritical Crack Growth in Soda-Lime Glass (Examination Based on Constant Stressing Rate Technique)

Kiyohiko IKEDA, Hisashi IGAKI, and Koichiro TAGASHIRA

The constant stressing rate tests of Soda-Lime glass specimens having a controlled surface flaw introduced by Vickers microhardness indentation were conducted by four-point bending of plates (uniaxial stressing) and by concentric ring loading of disks (equibiaxial stressing) under different environments of vacuum, air, and ion exchanged water. The fracture strength at a certain stressing rate became almost greater in the order of water < air < vacuum, and vacuum showed little stressing rate dependence. In both air and water environments, the parameters n for subcritical crack growth were obtained from the stressing rate dependence of the fracture strength. The biaxial stress effects were exhibited only in water, with a slightly lower n value and apparently higher strength observed. Furthermore, the n value in water was higher than that in air, and this behavior was explained by taking the change by stressing rate in the radius of the crack tip blunted in water into consideration.

Key Words: Fracture Strength, Subcritical Crack Growth, Vacuum Environment, Equibiaxial Stress, Stressing Rate

1. 緒 言

ガラスやセラミックスの破壊強度における時間依存性は、サブクリティカルなき裂成長に支配される。そして、このサブクリティカルなき裂成長は、雰囲気中の腐食成分、特に水分による応力腐食割れ⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾に起因すると考えられており環境の影響を強く受ける。そのき裂成長に関する進展特性は、一般に、き裂進展速度と応力拡大係数の関係として表示される。したがってこれらの関係を明らかにすることは、破壊強度の時間依存性を理解するうえで重要でありさらに寿命予測や工学設計の立場からも有意義である。これまでも多くの研究者が、実際にき裂の伝ば過程を追跡することによる直接的方法⁽¹⁾⁽²⁾、および材料強度の測定による間接的方法⁽²⁾⁻⁽⁴⁾の両面からき裂の伝ば特性を得ることを試みているが、異なる環境のもとで多軸応力がき裂伝ば過程にどのような影響を及ぼすかということについて系統的に調べたものは少ない。著者らは、前報⁽⁵⁾でビッカース圧子を押し付けることにより人工き裂を形成したソーダ石灰ガラスを用いて大気中、イオン交換

水中で単軸および等二軸引張試験を行い腐食環境下での破壊強度に及ぼす等二軸引張効果を調べたが、その際、き裂近傍の残留応力の除去を施さなかった。

本報では、残留応力を除去するために真空焼なましを行った試験片を用い、大気中、イオン交換水中、さらに真空中と異なる環境下で、円板曲げ(等二軸引張り)、四点曲げ(単軸引張り)負荷で定負荷速度試験を行いサブクリティカルなき裂成長に及ぼす環境と多軸応力負荷の影響を検討した。

2. 試験片および実験方法

供試材は、表1に示すような化学組成のソーダ石灰ガラスを円板状(直径 38 mm, 厚さ 2.8 mm)および板状(20×40×2.7 mm)に加工した試験片を用い、図1に示す負荷方法でそれぞれ円板曲げおよび四点曲げ試験を行った。人工き裂は、ビッカースダイヤモンド圧子を負荷荷重 9.8 N で押し込むことにより、試験片の引張側表面に約 150 μm 長さの半だ円状き裂を形成した。なお、その際生じた残留応力を除去するために 565°C で 1 h, 真空焼なましを行った。そして、これらの試験片を大気中(相対湿度約 60%)、イオン交換水中、真空中(5 Pa)で負荷を加え破壊させた。真空雰囲気中での定負荷速度試験は、前報⁽⁵⁾で用いた試験装置

* 昭和 63 年 10 月 19 日 第 66 期全国大会講演会において講演、原稿受付 昭和 63 年 3 月 31 日。

^{*1} 正員、大阪府立大学工学部 (〒591 堺市百舌鳥梅町 4-804)。

^{*2} 学生員、大阪府立大学大学院。

を真空容器に組み込み、インストロン型万能試験機で荷重プランジャを押すことにより行った。負荷速度は、0.005 cm/min から 2 cm/min までの間を 3～5 段階に分け各条件下でそれぞれ 5 本以上の試験片を破壊させた。試験片破壊後、破面の観察を行い破壊源があらかじめ形成されたき裂であることを確認するとともに、初期き裂の形状およびサブクリティカルなき裂成長を確認した。なお、破壊された破面の一例を図 2 に示す。

3. 実験結果および考察

図 3 (a), (b) は単軸引張および等二軸引張試験のそれぞれの場合に関して真空中、大気中、イオン交換水中の異なった環境下における破壊応力の応力速度による変化をその平均値および標準偏差で示したものである。ここで縦軸および横軸は対数目盛を使用している。イオン交換水中、大気中では破壊強度は応力速度の増加とともに単調に増加しており、明らかに応力速度依存性を示している。一方真空中では応力速度の変化にもかかわらず、ほぼ一定の破壊応力 96.4 MPa を保っており、破面の観察においても図 2 にみられるようにサブクリティカルなき裂成長がほとんどみられなかったことより、この値を不活性強度とした。また破

壊強度は全体的に真空中、大気中、イオン交換水中の順に低下しており、雰囲気中の水分の侵食作用を強く受けていることを示している。ただし、等二軸引張試験においては、大気中とイオン交換水中での破壊強度の間に顕著な差は認められず、これについては後に述べる。

図 4 (a)～(c) は、各雰囲気中での実験において、単軸引張強度と等二軸引張強度の応力速度による変化をその平均値および標準偏差で示し比較したものである。真空中、大気中においては破壊強度に応力状態による違いがそれほど顕著に現れなかったのに対して、イオン交換水中においては明らかに等二軸引張強度のほうが単軸引張強度よりも大きく、応力速度が高くなるにつれてその差は顕著になった。この傾向は、前報⁽⁵⁾での残留応力除去処理を施さなかった場合と同様であり、腐食環境下での等二軸引張効果を確認することができた。

上図のように $\log \sigma_f$ を $\log \dot{\sigma}$ に対してプロットするときその傾きより、サブクリティカルなき裂の進展速度 V と応力拡大係数 K_I との関係 ($V = AK_I^n$) におけるパラメータ n を求めることができる。表 2 は各プロットに対して最小二乗法を用いて得られた n 値を示したものである。なお、定変位法(荷重緩和法)のような直接的方法で求めた K_I - V 関係においては、き裂

表 1 供試材の化学組成(wt %)

SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Na ₂ O ₃
81.0	13.0	2.0	4.0

図 1 試験片の形状・寸法および負荷条件

図 2 破面で観察された人工表面き裂の一例
(真空中：等二軸引張り， $\dot{\sigma} = 13.75 \text{ MPa/s}$)

(a) 単軸引張り

(b) 等二軸引張り

図 3 破壊強度に及ぼす環境の影響

成長速度 V が一定($n=0$)となる第II領域が明りょうに現れることが言われているが⁽²⁾, き裂の大きさが減少するにつれて第II領域も小さくなるという報告⁽⁶⁾があることより, 本試験法のように非常に小さなき裂を導入した試験片を使用する場合においては第II領域はほとんど無視でき, ここで得られた n 値は第I領域の K_I - V 関係を表していると考えた。前報⁽⁵⁾での残留応力除去処理を施さなかった場合と比較すると, 今回得

られた n 値はいずれの条件下においても増加しており, 焼なましを行うことによって残留応力が引き起こすき裂成長を阻止することができたことを意味している。また, 今回の実験においては大気中, イオン交換水中下のいずれの環境下においても等二軸引張りの場合のほうが単軸引張りの場合よりも n 値が低下しており, これはガラスセラミックスを用いた Shetty⁽⁷⁾, Pletka⁽⁸⁾による実験結果と一致している。等二軸引張応力下での n 値の低下の理由に関しては, き裂の進展に際して, その前方にこれを阻止する障害が存在しても, その進行方向を容易にそれることができるためであるという定性的な説明がなされている。本材料は非晶質のガラスでありその効果は小さいけれども, 等二軸引張応力下においてき裂進展が容易であることは考えられることである。

次に, 大気中とイオン交換水中での n 値とを比較した場合, 等二軸引張り, 単軸引張りのいずれの場合もイオン交換水中での n 値のほうが, 大気中での n 値よりも大きく, 水中のような腐食環境下では, サブクリティカルなき裂成長が助長されることを考えるならば, 予想外な結果である。これについては, 次のように考えた。

き裂先端が水中や高温環境下におかれた場合は, 水分による侵食作用や溶融作用により, き裂先端が鈍化⁽⁹⁾することが言われている。したがって, 焼なまし処理を施した本試験片は, すでに鈍化しておりイオン交換水中での実験においてはその鈍化の程度がさらに増加していると考えられる。そのような鈍化したき裂先端から鋭いき裂が発生して破壊する場合, Hirao ら⁽¹⁰⁾は, 破壊応力と応力速度との間に Charles⁽³⁾による式を修正した次式を提案している。

$$\sigma_f = (\sigma_c^{n+1} + a\dot{\sigma})^{1/(n+1)} \dots\dots\dots (1)$$

$$a = \left(\frac{n+1}{n-1}\right) \frac{1}{k} e^{A_0/RT} \left(\frac{\rho^{1/2}}{2}\right)^n a_i^{1-(n/2)} \dots\dots\dots (2)$$

ここで k , A_0 , n は材料定数, a_i は初期き裂長さ, R , T はガス定数および絶対温度, σ_c は鈍化したき裂先端より鋭いき裂が発生するために必要な応力であり, ρ はき裂先端の曲率半径である。いま σ_c が $a\dot{\sigma}$ に対して無視できないほど大きく, ρ が $\dot{\sigma}$ によって変化するならば, $\log \sigma_f - \log \dot{\sigma}$ の傾き $1/(n+1)$ より得られた n 値は実際のサブクリティカルなき裂進展パラメータと異なることになる。すなわち, イオン交換水中に長時間浸される低負荷速度において, 水分の侵食作用によりき裂先端での鈍化が進み曲率半径が増大すると仮定する。そうすれば, き裂先端の応力集中の程度が減少

表 2 き裂進展パラメータ n 値

	Environment	
	Air	Water
Uniaxial	22.3	27.8
Equibiaxial	19.0	22.3

図 4 等二軸引張強度に及ぼす環境の影響

図5 初期き裂先端の模式図

しき裂発生応力 σ_c が増大する。その結果、サブクリティカルなき裂成長が抑制され破壊強度も増加する。一方、高負荷速度においては、イオン交換水中に浸される時間が短いためにき裂先端での鈍化がそれほど進展せず、それによる破壊強度の増加は低負荷速度

における場合よりも小さいと考えられる。これは $\log \sigma_f - \log \dot{\sigma}$ の傾き $1/(n+1)$ が、き裂先端の曲率半径 ρ が一定の場合よりも小さくなることを意味し、その傾きから求められる見掛け上の n 値は実際のき裂進展パラメータの n 値よりも増大することになる。

イオン交換水中における破壊強度に及ぼす等二軸引張応力効果に関しては、すでに前報⁽⁵⁾で詳述したように、鈍化したき裂先端に新たに鋭いき裂が発生した場合の応力拡大係数における補正係数が、応力状態により異なるという事実から説明できる。

図5のようにイオン交換水中において大きく鈍化したき裂先端から発生した鋭いき裂に対しては、無限体中のだ円孔から発生するき裂モデルを適用することができる。そのようなき裂に対する補正係数 $F_I (= K_{Ic}/\sigma\sqrt{\pi(a_i+s)})$ は、単軸引張りのほうが等二軸引張りの場合よりも大であるという結果が弾性解⁽¹¹⁾より得られており、これは、本実験における等二軸引張強度が単軸引張強度よりも大であるという結果に対応している。さらに前に述べた等二軸引張応力下での n 値の低下は、低負荷速度での破壊においてより大きなサブクリティカルなき裂成長を意味し、破壊強度の低下を引き起こす。イオン交換水中の低負荷速度での破壊においては、高負荷速度の場合よりもき裂端での鈍化が大きいにもかかわらず、等二軸引張強度と単軸引張強度の差がやや小さくなっているのは等二軸引張応力下での n 値の低下によると考えられる。イオン交換水中での等二軸引張強度は上記の理由により増大するため、図3(b)のように大気中での等二軸引張強度との差にほとんど差がなくなったものと推測される。

真空中で破壊させた試験片の破面観察から得た初期き裂形状および破壊時の応力 σ_f を次式に代入することにより得た値 $1.07\text{MN/m}^{3/2}$ を臨界応力拡大係数 K_{Ic} とみなすことができる。

$$K_{Ic} = \frac{\beta\sqrt{\pi d}}{\phi} \sigma_f \dots\dots\dots (3)$$

$$\phi = \int_0^{\pi/2} \left\{ \sin^2 \phi + \left(\frac{d}{a_i} \right)^2 \cos^2 \phi \right\}^{1/2} d\phi \dots\dots\dots (4)$$

ここで β はき裂の形状と試験片厚さに関する幾何学的因子であり、 $2a_i$ はだ円き裂の長軸長さ、 d はき裂の試験片表面からの深さである。

この値 $1.07\text{MN/m}^{3/2}$ は、表面を研磨することにより残留応力除去処理を施した試験片より得た値 $0.84\text{MN/m}^{3/2(12)}$ よりも大きくなった。これは、焼なましによるき裂先端の微妙な鈍化による影響と考えた。

4. 結 言

ソーダ石灰ガラスにビッカース圧子を押込人工き裂を生成した後、残留応力除去のため真空焼なましを行った。これらの試験片を真空中、大気中、イオン交換水中で、四点曲げおよび円板曲げ負荷で定負荷速度試験を行い、破壊強度に及ぼす環境と多軸応力負荷の影響を検討した。

(1) 単軸および等二軸引張り負荷のいずれの場合も破壊強度は、イオン交換水中、大気中、真空中の順に増加した。また、大気中・イオン交換中での破壊強度は、応力速度の増加とともに単調増加したが、真空中での破壊強度は応力速度依存性を示さずほぼ一定の値を示した。また、真空中でサブクリティカルなき裂成長がほとんどみられなかったことから、雰囲気中の水分によるサブクリティカルなき裂成長が、破壊強度に大きく影響することを確認した。

(2) 真空中、大気中では、単軸引張強度と等二軸引張強度の差はほとんどみられなかったが、イオン交換水中では、前報⁽⁵⁾と同様、等二軸引張強度が単軸引張強度よりも全体的に大きくなり、腐食環境下での等二軸引張応力効果を確認することができた。

(3) 破壊応力と応力速度の関係からき裂進展パラメータ n を求めたところ、残留応力処理を施さなかった場合よりも全体的に高くなった。

(4) イオン交換水中においては、単軸引張りの n 値が、等二軸引張りの場合より大きくなった。

(5) イオン交換水中においては大気中での場合よりも n 値が増加した。これは、水分の侵食作用による初期き裂先端の鈍化の程度が、応力速度に依存すると仮定することにより説明できた。

最後に、本研究に協力していただいた本学学生の滝口昌宏君に深く感謝する。

文 献

- (1) Wiederhorn, S. M., *J. Am. Ceram. Soc.*, **50**-8(1967), 407.
- (2) Pletka, B. J. and Wiederhorn, S. M., *Fracture Mechanics of Ceramics*, **4**(1978), 745, Plenum, New York.

- (3) Charles, R. J., *J. Appl. Phys.*, **29**(1958), 1657.
 - (4) Roker, E. M. and Pletka, B. J., *Fracture Mechanics of Ceramics*, 4(1978), 725, Plenum, New York.
 - (5) 池田・井垣・田頭, 機論, **53**-495, A(昭62-11), 2085.
 - (6) Chandan, H. C., Bradt, R. C. and Rindone, G. E., *J. Am. Ceram. Soc.*, **61**-5, 6(1978), 207.
 - (7) Shetty, D. K., Rosenfield, A. R., Bansel, G. K. and Duckworth, W. H., *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**-1(1981), 1.
 - (8) Pletka, B. J. and Wiederhorn, S. M., *J. Mater. Sci.*, **17**(1982), 1247.
 - (9) Bando, Y., Ito, S. and Tomozawa, M., *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**-3(1984), C-36.
 - (10) Hirao, K. and Tomozawa, M., *ibid.*, **70**-6(1987), 377.
 - (11) 石田, き裂の弾性解析と応力拡大係数, (昭51), 173, 培風館.
 - (12) 池田・井垣, 機論, **53**-489, A(昭62-5), 890.
-