

Трещиностойкость технического и оптического стекла: скалывание кромок образцов

Г. А. Гогоци, С. П. Мудрик

Институт проблем прочности им. Г. С. Писаренко НАН Украины, Киев, Украина

Представлены результаты испытаний технического и оптического стекол на трещиностойкость при скалывании прямоугольных кромок образцов. Проанализированы особенности распространения трещин в стеклах при разрушении их кромок с помощью тупых и острых алмазных инденторов. При сравнении значений сопротивления разрушению при скалывании со значениями трещиностойкости получена новая информация о механическом поведении стекла при разрушении. В частности, показано, что они, как и керамические материалы, которые используются для изготовления брони, имеют повышенное сопротивление началу разрушения.

Ключевые слова: индентирование, разрушение, вязкость разрушения, скалывание кромок, EF-базовая линия, FR-линия.

Введение. Трудно переоценить значимость стекол в технике и в быту. Однако, несмотря на то что это очень хрупкий катастрофически разрушающийся материал, который в большинстве случаев использования должен выдерживать высокие механические нагрузки, его способности сопротивляться разрушению в последнее время уделяется сравнительно небольшое внимание. Трещиностойкость стекол оценивают по методам, разработанным для испытаний керамики [1], поскольку отсутствует стандарт, регламентирующий учет специфических особенностей их поведения при разрушении. При этом довольно часто используется метод IF (внедрение индентора Виккерса в полированную поверхность образца и измерение размеров трещин у углов его отпечатка) [2], однако таким образом фактически невозможно получить достоверную информацию о действительной стойкости хрупких материалов при критических нагрузках [3]. Для исключения случайных опасных повреждений кромок изделий из стекла на них наносятся фаски или они скругляются без каких-либо оценок этого эффекта.

В связи с вышеизложенным предпринята попытка изучить трещиностойкость стекол [4] с использованием такого нетрадиционного экспериментального метода, как метод EF (скалывание прямоугольной кромок образца [5]), который оказался эффективным при оценках различной керамики [6, 7 и др.].

В настоящей работе представлены результаты новых исследований в этом направлении. Особое внимание уделяется разрушению стекол с изменением концентрации напряжений за счет применения различных инденторов.

Материалы и методики. Основным объектом исследования служили силикатные стекла (техническое и свинецсодержащее (флинт)), дополнительным – тяжелый крон [8]. Образцы из этих материалов изготавливались в виде прямоугольных балок размером $3 \times 4 \times 20$ мм. Поверхности образцов вначале шлифовались, затем их грани шириной 4 мм полировались до зеркального блеска. Пять таких образцов склеивались по обработанным граням в пакет

клеем Loctite® Super Glue (Henkel Corp., USA), плоскости которого дополнительно шлифовались, а затем полировались. Таким образом, обеспечивалась достаточная острота прямоугольных кромок образцов и отсутствие на них каких-либо сколов, которые трудно исключить при обычной механической обработке стекол.

В данной работе вязкость разрушения стекол определялась по методу SEVNB [9], согласно которому разрушение прямоугольной балки с V-образным надрезом происходит при трехточечном изгибе. При подготовке образцов с помощью специальной машинки, которая обеспечивала возвратно-поступательное движение бритвы, полировался V-образный надрез. До этого алмазным диском в образцах прорезались пазы шириной порядка 200 мкм, заполнявшиеся алмазной пастой зернистостью 1-2 мкм. Острота надреза измерялась как диаметр окружности, вписанной в его кончик.

Значения критических коэффициентов интенсивности напряжений определялись как [10]

$$K_{Ic} = \frac{3\sqrt{\alpha}FS}{2BW\sqrt{W}} Y^*,$$

где

$$Y^* = \frac{1,99 - \alpha(1 - \alpha)(2,15 - 3,93\alpha + 2,7\alpha^2)}{(1 + 2\alpha)(1 - \alpha)^{3/2}};$$

F – разрушающее усилие; B – ширина образца; W – его высота; S – расстояние между точками нагружения; a – глубина V-образного надреза; α – относительная глубина надреза, $\alpha = a/W$.

При испытаниях по методу EF с помощью лупы вблизи кромки образца (грань шириной 3 мм) выбиралась точка, в которую внедрялся стандартный алмазный индентор Роквелла с радиусом закругления кончика 200 мкм (Gilmore Diamond Tools, Inc., USA) до локального разрушения кромки. Эта процедура повторялась многократно. Усилие P_f , при котором наблюдалось разрушение кромки образца, регистрировалось компьютеризированной системой. После испытаний измерялось расстояние разрушения L от кромки образца до крайней точки шрама скола на его поверхности (рис. 1). Среднее значение отношения усилий P_f к расстоянию разрушения L принималось как характеристика *сопротивления разрушению* F_R .

При проведении экспериментов также использовались пирамидальные инденторы Берковича, предназначенный для наноиндентирования (Gilmore Diamond Tools, Inc., USA), и Виккерса, рассчитанный на микроиндентирование (Wilson® Instruments), а также конический индентор, аналогичный индентору Роквелла, но с радиусом закругления кончика 400 мкм (Gilmore Diamond Tools, Inc., USA). В случае использования индентора Виккерса в обозначениях величины сопротивления разрушению добавлялся индекс V (F_{RV}). По результатам экспериментов строились зависимости $P_f - L$ (диаграммы разрушения) и зависимости сопротивление разрушению $F_R - L$ (FR-линии сопротивления разрушению* [5], аналогичные известным R-кривым в линейной механике разрушения).

* В предыдущих публикациях авторов эта зависимость получила название R-линия.

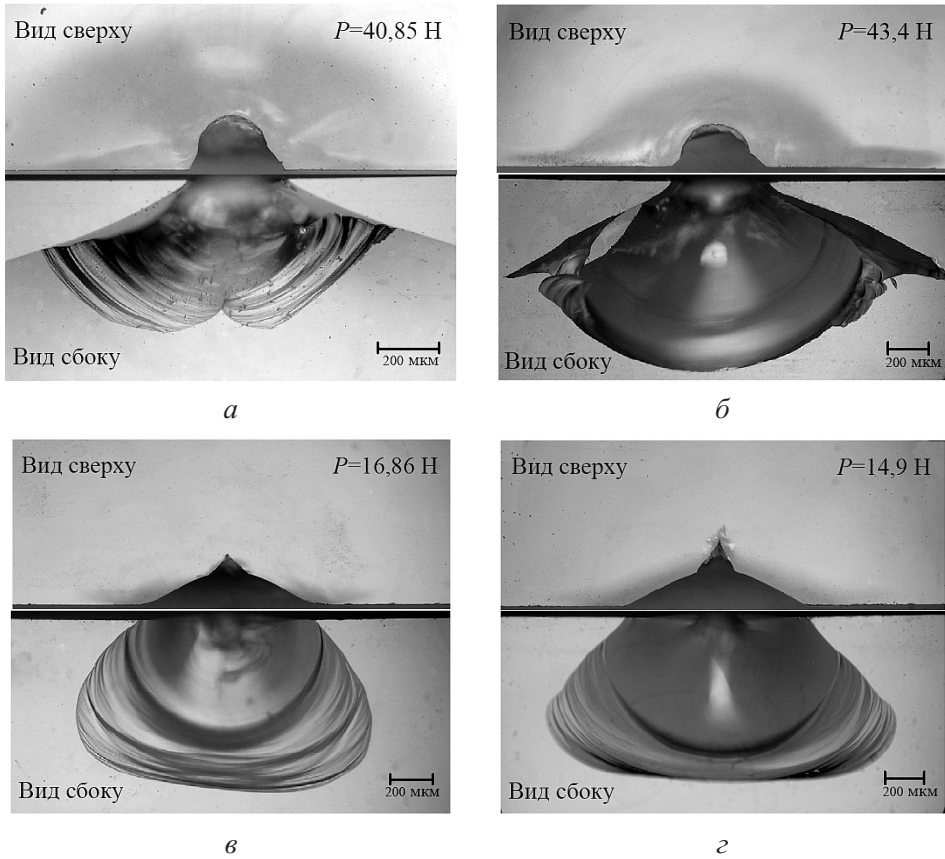


Рис. 1. Шрамы сколов, образовавшиеся при разрушении кромок образцов технического стекла (*a*, *б*) и флинта (*в*, *г*) инденторами Роквелла (*a*), коническим (*б*), Виккерса (*в*) и Берковича (*г*).

При проведении экспериментов на универсальную испытательную машину (скорость перемещения ее траверсы составляет 0,5 мм/мин) устанавливался автономный блок CeramTest (Украина). При определении вязкости разрушения в случае трехточечного изгиба в блоке монтировалась нагружающая опора с раскатывающимися нагружающими роликами, а при испытаниях по методу EF устанавливался двухкоординатный столик, на котором зажимами закреплялись фотографические стекла с приклеенными к ним образцами. Инденторы закреплялись в нагружающем штоке блока. Особенность блока состоит в том, что его жесткий динамометр находится под испытуемым образцом. Кроме того, обеспечивается прецизионность перемещения нагружающего штока, закрепленного в двух параллельно расположенных стальных мембранах, и точное ориентирование оси образца по отношению к осям нагружающих роликов, осуществляемое смонтированным на нижней нагружающей опоре устройством.

Для измерений использовался бинокулярный микроскоп Olympus BX51M ($\times 50-1000$). Фотографирование выполнялось с помощью фотоаппарата (матрица 10 миллионов пикселей) под управлением программного обеспечения Quick PHOTO MICRO 2.3.

Результаты испытаний и их анализ. Результаты проведенных испытаний представлены в таблице. На рис. 2 приведены диаграммы разрушения исследуемых стекол.

Характеристики исследуемых стекол

Стекло	E , ГПа	H_V , ГПа	K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}	F_R , Н/мм	F_{RV} , Н/мм
Техническое	73,4	7,61	0,66	241± 46 (105)	123± 24 (54)
Флинт	—	5,07	0,49	179± 59 (49)	97± 21 (49)
Тяжелый крон	87,0	—	0,51	172± 49 (105)	71± 15 (59)

Примечание. В скобках приведено количество сколов.

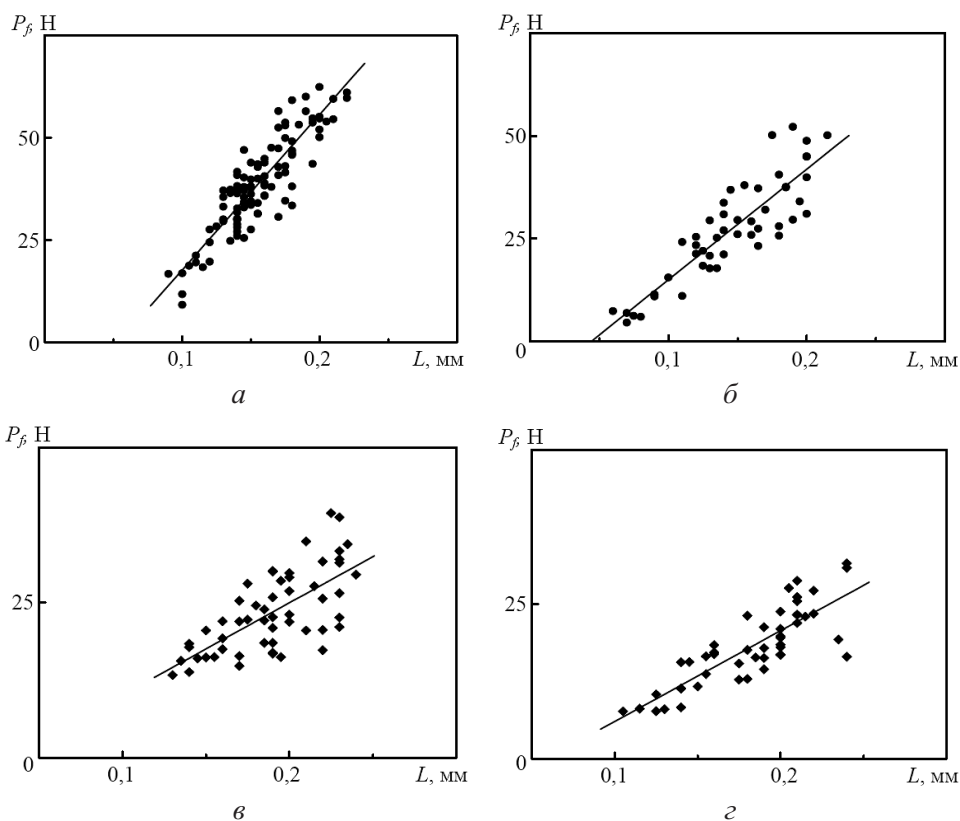


Рис. 2. Диаграммы разрушения технического стекла (а, в) и флинта (б, з) инденторами Роквелла (а, б) и Виккерса (в, з).

Сравнение настоящих результатов с полученными ранее [4, 11] показывает, что они не противоречат друг другу, а лишь увеличивают объем полезной информации о поведении стекол в рассматриваемых условиях нагружения. При анализе результаты наносились на базовую диаграмму [12], на которой приведены зависимость сопротивления разрушению F_R от критических величин коэффициентов интенсивности напряжений K_{Ic} (EF-базовая

линия) [5] и зависимость [11], построенная с использованием значений сопротивления разрушению кромок образцов при скалывании индентором Виккерса F_{RV} (рис. 3). Для сравнения на рис. 3 также представлены результаты испытания линейно-упругой мелкозернистой оксидалюминиевой керамики Al_2O_3 и горячеспеченных карбидов кремния HP SiC и E Kasic[®] F [11]. Видно, что для стекол значения F_R расположены выше EF-базовой линии, а F_{RV} – вблизи зависимости $F_{RV} - K_{Ic}$. Это подтверждает, что у стекол при разрушении прямоугольной кромки образцов тупым индентором, как, например, и у карбидокремниевой керамики, обнаруживается эффект, который в [5, 11] получил название *повышенный барьер началу разрушения*. В то же время при скалывании кромок образцов пирамидальным (острым) индентором Виккерса этот эффект фактически не наблюдается, что соответствует результатам ранее выполненных испытаний [11, 13, 14]. Иначе говоря, при большей концентрации напряжений в зоне контакта разрушающего индентора с поверхностью образца не обнаруживается повышенное локальное сопротивление началу разрушения. Это может представлять интерес, так как при разрушении стекол на практике редко имеет место очень высокая концентрация напряжений в зоне формирования разрушающей трещины.

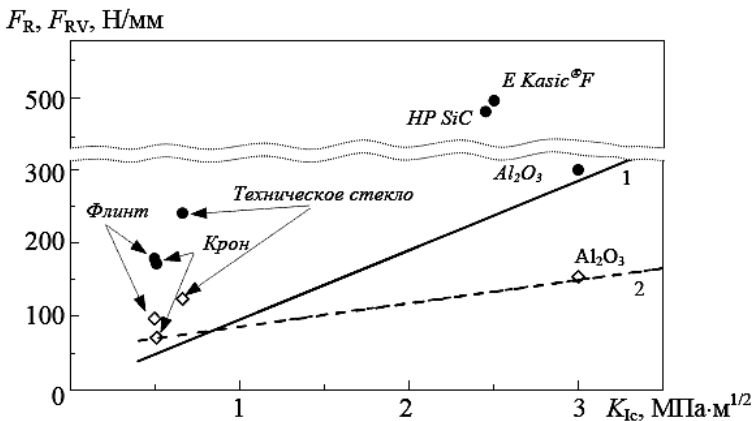


Рис. 3. EF-базовая диаграмма с EF-базовой линией (1) и зависимостью $F_{RV} - K_{Ic}$ (2).

При исследовании способности стекол сопротивляться разрушению важно располагать информацией об особенностях формирования трещин при внедрении в их поверхность различных инденторов, изменяющих концентрацию напряжений в зоне разрушения (этот процесс в случае применения индентора Виккерса обсуждался в [13]). При этом важным является изучение особенностей образования и развития трещин при внедрении индентора Роквелла и конического индентора в поверхность образца на большом расстоянии от кромки (рис. 4), т.е. в условиях, которые соблюдаются при определении вязкости разрушения стекол при внедрении в их поверхность шарового индентора [2]. Исследования в этом направлении [15] показывают, что вначале формируется кольцевая трещина, а затем по толщине стекла распространяется коническая трещина Герца [16] (в нашем случае на боковой кромке стекла наблюдается квазиконическая трещина [11]).

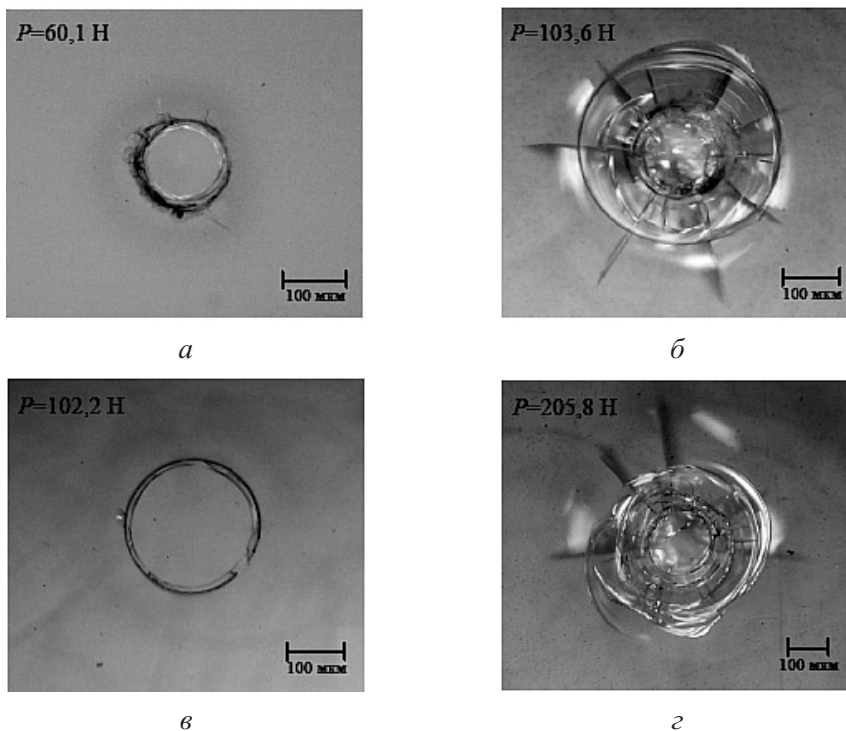


Рис. 4. Трещины, образовавшиеся при внедрении инденторов Роквелла (а, б) и конического (в, г) в поверхность технического стекла.

При сравнении сформировавшихся на поверхности стекол кольцевых трещин между собой и с трещинами, возникающими при внедрении в них шаровых инденторов [2, 15], невозможно обнаружить какие-либо принципиальные различия. Поэтому можно считать, что индентор Роквелла, который является основным при использовании метода ЕF, так же как и шаровой, относится к тупым инденторам [2].

Далее необходимо изучить особенности разрушения стекол при приближении точки индентирования к кромке образца (переход задачи Герца для полупространства к подобной для четверти пространства). Из рис. 5 видно, что при приближении тупого индентора к кромке образца кроме кольцевой трещины, которая в [7] получила название *первичной*, возникают две радиальные трещины, начинающиеся примерно в диаметрально расположенных точках кольцевой трещины (эти вторичные трещины вначале распространялись параллельно кромке образца). При дальнейшем перемещении разрушающего индентора вторичные трещины разворачивались к кромке образца (рис. 5,а), а затем выходили на его боковую поверхность (рис. 5,б), что также характерно для трещин, развивавшихся из отпечатка индентора Виккерса [13]. Интересно отметить, что не только особенности распространения трещин, формировавшихся под обоими применявшимися тупыми инденторами, но и значения сопротивления разрушению, полученные при использовании инденторов Роквелла и конического, практически совпали. Однако такая картина наблюдается, если не выходить за рамки обычных испытаний, при которых диапазон расстояния разрушения находится в пределах 0,1–0,4 мм.

Так, для исследуемого строительного стекла с ростом этого расстояния более 0,4 мм уменьшается наклон диаграммы разрушения и увеличивается рассеяние результатов экспериментов, а также изменяется форма шрама скола на боковой поверхности образца (она подобна наблюдаемой для керамики [6, 11]).

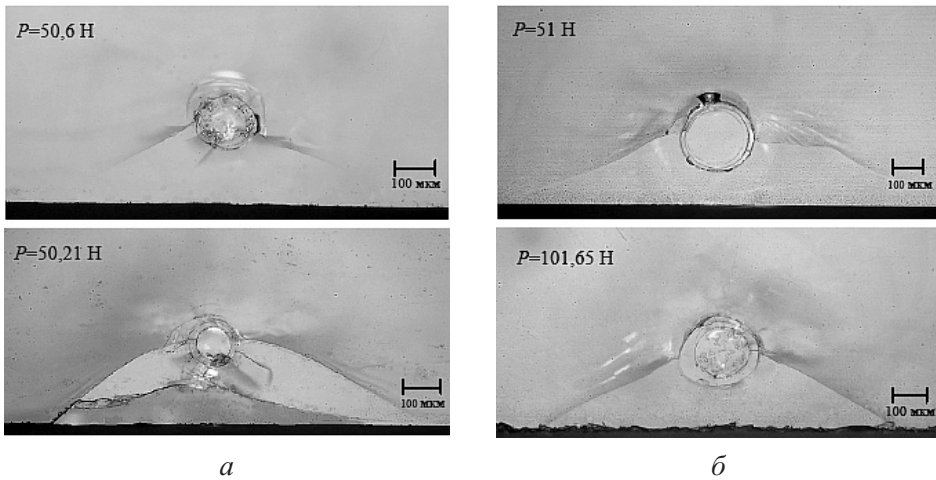


Рис. 5. Развитие трещин в техническом стекле при приближении точки индентирования к краю образца: *а* – индентор Роквелла; *б* – конический индентор.

Особенности развития трещин в стекле при внедрении индентора Берковича по сравнению с другими инденторами значительно различались (рис. 6, *б, в*): трещины распространялись “прямолинейно”, не меняя направление движения, как и при внедрении в поверхность образца далеко от кромки (рис. 6, *а*).

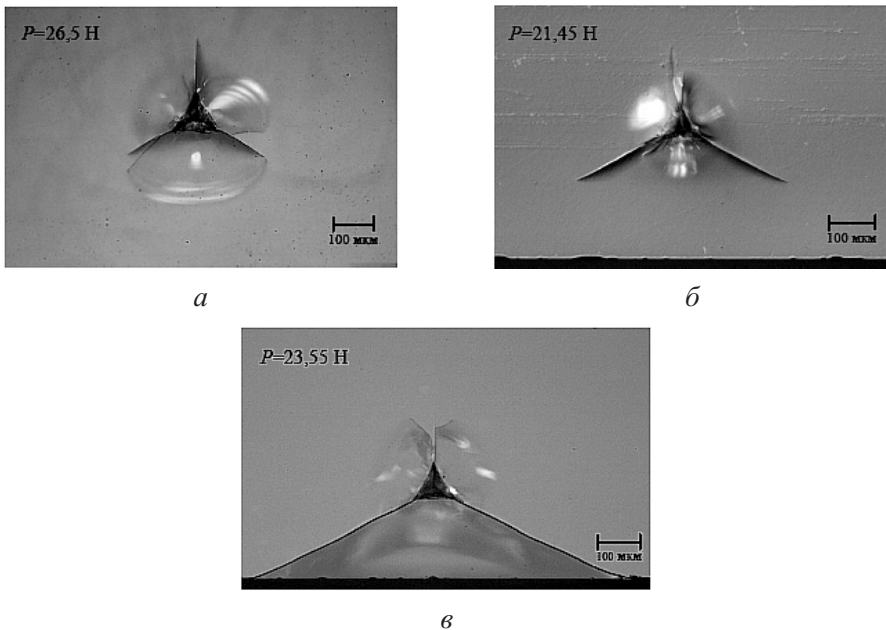


Рис. 6. Особенности развития трещин в стекле при перемещении точки контакта индентора Берковича к краю образца.

Интересно, что FR-линии (используется индентор Роквелла), по которым хотя бы в первом приближении оценивается способность материала сопротивляться развитию в нем трещин, являются более пологими для технического стекла, чем для флинта. Уравнения их аппроксимирующих прямых для технического стекла и флинта соответственно таковы: $F_R = 628L + 139$ и $F_R = 783L + 65$, в то время как при нелинейно возрастающей FR-линии, например [7], для диоксидциркониевой керамики SF-S-MS (керамическая сталь) имеем $F_R = 1224L + 195$. Этот, еще не изученный эффект, может быть обусловлен возможной микропластической (нанопластической) деформацией стекол. Однако для проверки такого предположения необходимо выполнить наноисследования особенностей структуры стекол. Их результаты, которые пока находятся на уровне теоретических моделей (гипотез) [17–19], могут существенно изменить физические представления о действительном механическом поведении стекол.

Заключение. В результате проведенного исследования не только получены новые экспериментальные данные о сопротивлении стекол разрушению при скалывании кромок образцов, но и установлено различие между особенностями их поведения при разрушении с помощью специально изготовленных конического индентора и индентора Берковича. Также показано, что при ориентировочных сравнительных оценках сопротивления стекол разрушению могут использоваться значения F_R вместо обычно применяемых K_{Ic} , определение которых является более трудоемким и дорогостоящим. Установлено, что кольцевые трещины Герца, образующиеся при внедрении в стекла конических инденторов различной остроты, не отличаются от трещин, которые формируются под шаровыми инденторами [2]. Накоплена информация о специфике поведения стекол при разрушении их кромок острыми (Берковича и Виккерса) и тупыми (Роквелла и коническим) инденторами, которая дополняет ранее полученные данные. Таким образом, появились основания для начала формирования общей картины поведения стекол при краевом скалывании.

Полученные результаты, вероятно, будут полезны при исследовании поведения различных хрупких материалов методами, базирующимися на скалывании кромок образцов.

Резюме

Представлено результати випробувань технічного і оптичного скла на тріщиностійкість при сколюванні прямокутних ребер зразків. Проаналізовано особливості поширення тріщин у склі при руйнуванні їх ребер за допомогою тупих і гострих алмазних інденторів. При порівнянні значень опору руйнуванню при сколюванні з тріщиностійкістю отримано нову інформацію про механічну поведінку скла при руйнуванні. Зокрема, показано, що скло, як і керамічні матеріали, які використовуються для виготовлення броні, має підвищений опір початку руйнування.

1. *Le Bourhis E.* Glass: Mechanics and Technology. – Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co RGA, 2004. – 352 p.

2. *Fischer-Cripps A. C.* Introduction to Contact Mechanics. – New York: Springer, 2007. – 220 p.
3. *Quinn G. D. and Bradt R. C.* On the Vickers indentation fracture toughness test // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 2007. – **90**. – P. 673 – 680.
4. *Гогоци Г. А., Галенко В. И., Мудрик С. П. и др.* Разрушение стекла при краевом скалывании // *Пробл. прочности.* – 2007. – № 6. – С. 103 – 112.
5. *Гогоци Г. А.* Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R-линия // Там же. – 2006. – № 3. – С. 60 – 74.
6. *Gogotsi G. A.* Mechanical behaviour of a silicon nitride particulate ceramic composite // *Ceram. Int.* – 2009. – **35**. – P. 1109 – 1114.
7. *Gogotsi G. A.* Fracture behaviour of Mg-PSZ ceramics: comparative estimates // *Ibid.* – P. 2735 – 2740.
8. *ГОСТ 3514-76.* Стекло оптическое бесцветное. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1976. – 24 с.
9. *Gogotsi G. A.* Fracture toughness of ceramics and ceramic composites // *Ceram. Int.* – 2003. – **29**. – P. 777 – 784.
10. *ISO 23146.* Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) – Test Methods for Fracture Toughness of Monolithic Ceramics – Single-Edge V-Notch Beam (SEVNB) Method. – Switzerland: ISO, 2008. – 16 p.
11. *Gogotsi G. A. and Mudrik S. P.* Fracture barrier estimation by the edge fracture test method // *Ceram. Int.* – 2009. – **35**. – P. 1871 – 1875.
12. *Gogotsi G. A.* Flaking toughness of advanced ceramics: ancient principle revived in modern times // *Mat. Res. Innov.* – 2006. – **10-2**. – P. 179 – 186.
13. *Chai H. and Lawn B. R.* A universal relation for edge chipping from sharp contacts in brittle materials: A simple means of toughness evaluation // *Acta Mater.* – 2007. – **55**. – P. 2555 – 2561.
14. *Petit F., Vandeneede V., and Cambier F.* Ceramic toughness assessment through edge chipping measurements – Influence of interfacial friction // *J. Eur. Ceram. Soc.* – 2009. – **29**. – P. 2135 – 2141.
15. *Argon A. S., Hori Y., and Orowan E.* Indentation strength of glass // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1960. – **2**. – P. 86 – 96.
16. *Hertz H.* On the contact of elastic solids // *J. Reine Angew.* – 1881. – **92**. – P. 156 – 171.
17. *Химическая технология стекла и ситаллов /* Под ред. Н. М. Павлушкина. – М.: Стройиздат, 1988. – 350 с.
18. *Shelby J. E.* Introduction to Glass Science and Technology. – Cambridge: Royal Society of Chemistry, 2005. – 291 p.
19. *Rao K. J.* Structural Chemistry of Glasses. – Amsterdam: Elsevier, 2002. – 568 p.

Поступила 26. 10. 2009