

## Разрушение стекла при краевом скалывании

Г. А. Гогоци, В. И. Галенко, С. П. Мудрик, Б. И. Озерский,  
В. В. Хворостяный, Т. А. Христович

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

*Исследовано сопротивление технического кварцевого и оконного стекла разрушению при испытаниях полированных образцов в форме прямоугольных параллелепипедов методом краевого скалывания их длинных ребер (кромки) с помощью инденторов Роквелла и Виккерса (метод EF), а также методом, предусматривающим царапание поверхности образца индентором Роквелла и последующее скалывание его кромки (метод S+EF). Установлено, что разрушение этих видов стекла при их краевом скалывании индентором Роквелла начинается с образования кольцевой трещины Герца, а соответствующие им шрамы сколов имеют вид “квазиконусов” Герца. При анализе результатов испытаний использовали данные фрактурграфических исследований.*

**Ключевые слова:** стекло, метод EF, индентирование, царапание, шрам скола, “квазиконус” Герца.

**Введение.** Трудно найти сферу человеческой деятельности, которая не была бы связана с использованием силикатного стекла. Несмотря на хрупкость, присущую таким материалам, и незначительную деформируемость, они оказываются незаменимыми во многих технических и других областях применения. Это стимулирует исследования их механического поведения и, в частности, способности сопротивляться разрушению. При определении трещиностойкости использовались различные методы испытания, в том числе предусматривающие разрушение поверхности образца с помощью острых и тупых инденторов [1]. В результате накоплен большой объем экспериментальных данных, что способствовало расширению областей применения стекла и повышению надежности стеклянных изделий при их эксплуатации.

Как упоминалось ранее [2], стекло – материал, очень сложный для понимания. Его поведение при разрушении еще недостаточно изучено, а проблема выбора оптимального метода определения трещиностойкости в полной мере пока не решена. Поэтому были проведены исследования разрушения стекла при скалывании кромки образцов в форме прямоугольных параллелепипедов стандартными инденторами, что оказалось эффективным подходом при изучении различной керамики и позволило получить новую информацию о ее поведении при нагружении [3].

**Материалы и методы.** При выполнении исследований предполагалось получить общее представление о поведении стекла при его краевом скалывании, учитывая, что оно бывает “нормальным” (содержание оксида кремния менее 70...75%) и “аномальным” (содержание оксида кремния до 99,9%) [4]. Считается, что механическое поведение стекла первого типа подобно поведению других хрупких материалов, тогда как стекло второго типа имеет некоторые отличия, связанные с особенностью его структуры.

Поэтому было изучено как техническое кварцевое стекло, в состав которого входило порядка 90...95% оксида кремния с добавкой  $\text{Na}_2\text{O}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , так и оконное стекло, содержащее примерно 72% оксида кремния. Эксперименты проводились также на закаленном оконном строительном стекле. Изучавшиеся виды стекла были изготовлены в промышленных условиях, поэтому их точные составы, являющиеся “ноу-хау” предприятий-разработчиков, не известны.

При испытаниях использовали образцы в виде полированных прямоугольных балок стандартного размера (сечение  $3 \times 4$  мм) с радиусом закругления кромок, не превышающим 30–40 мкм, т.е. аналогичные применявшимся при исследованиях керамики [5]. Образцом при испытаниях закаленного стекла служил лист размером  $300 \times 400 \times 8$  мм, один угол которого был сошлифован, а затем так отполирован, чтобы образовались кромки с радиусом закругления не более 30–40 мкм.

Основные испытания проводили по методу краевого скалывания EF, который подробно описан в [5, 6]. В соответствии с этим методом стандартным алмазным индентором Роквелла (или индентором Виккерса) скалывалась прямоугольная кромка образца. Для этого вблизи кромки, перпендикулярно поверхности, внедрялся индентор, к которому прилагалось усилие  $P_f$ , вызывавшее ее скол. С помощью измерительного микроскопа Olympus 51MX определяли расстояние от кромки образца до крайней точки на шраме скола (расстояние разрушения  $L$ , рис. 1). Для обеспечения статистической достоверности полученных результатов эту операцию повторяли многократно. Отношение разрушающего усилия  $P_f$ , регистрировавшегося компьютером, к расстоянию разрушения  $L$ , обозначенное  $F_R$  (в случае применения индентора Виккерса –  $F_{RV}$ ), было принято в качестве критерия сопротивления разрушению [7]. Эксперименты выполняли на универсальной испытательной машине с автономным блоком CeramTest. В нем устанавливали двухкоординатный столик, а в его нагружающем штоке крепились инденторы. Скорость перемещения траверсы испытательной машины была постоянной (0,5 мм/мин).

При исследованиях использовали также метод S+EF. В этом случае на образец вначале наносили царапину, перпендикулярную ребру и подобную в функциональном смысле, например, надрезу, применяемому для определения трещиностойкости при изгибе, которая служила концентратором напряжений. Затем скалывалась кромка образца. Принципиальным отличием метода S+EF от метода EF является то, что он включает в себя этапы\* страгивания и распространения трещины, так как этап зарождения трещины реализуется в процессе царапания. Заметим, что в [5, 6 и др.] для сравнительных испытаний использовали метод SEVNB, который предусматривает разрушение изгибаемого прямоугольного образца с V-образным надрезом [9], т.е. он также может рассматриваться как двухэтапный метод испытаний.

\* Этапы разрушения рассматриваются по аналогии с методом SEPВ (изгиб образца с острой трещиной), где первый этап – изготовление опасного концентратора напряжений в виде острой трещины, а второй и третий этапы – ее страгивание и распространение до разрушения образца. Разрушение под индентором Роквелла [8], где первый этап – образование кольцевой трещины из дефекта на поверхности образца, также рассматривалось как трехэтапное.

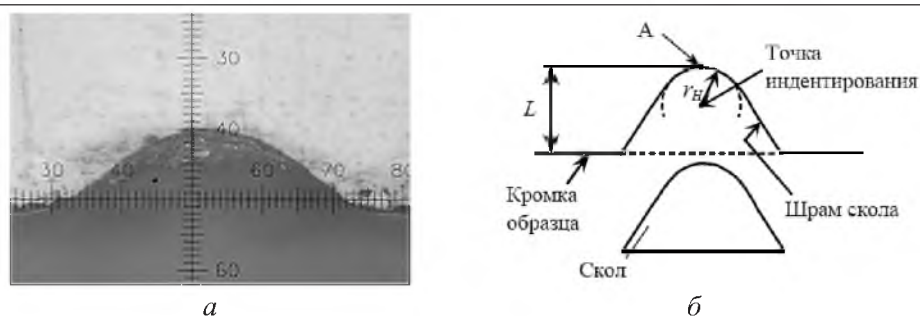


Рис. 1. Фото (а) и схема (б) зоны внедрения индентора в поверхность образца:  $r_H$  – радиус кольцевой трещины Герца.

Исследования по методу S+EF выполняли с использованием реконструированной установки, которая ранее применялась при испытаниях керамических материалов [10]. При этом образец крепился в зажимном устройстве двухкоординатного столика так, чтобы его поверхность была перпендикулярна оси индентора Роквелла. Затем индентор внедрялся в поверхность образца на расстоянии 1,5–2,0 мм от его кромки, а далее с помощью электродвигателя образец со скоростью 5 мм/мин перемещался в направлении, перпендикулярном его кромке, до момента скола. Нагружение индентора было ступенчатым и осуществлялось сменными тарированными грузами в интервале 2...50 Н. По величине нагрузки  $P_f$ , приложенной к образцу и вызвавшей скол его кромки, и по результатам измерения расстояния разрушения  $L$  (как и при испытаниях по методу EF) определяли сопротивление разрушению  $F_{Rs} = P_f/L$ . Поскольку результаты оценки сопротивления материалов разрушению по методам EF и S+EF часто не совпадают, в индекс при  $F_R$  была введена дополнительно буква  $s$ .

**Результаты и их анализ.** Выполненные исследования показали, что зависимости разрушающее усилие  $P_f$  – расстояние разрушения  $L$  (диаграммы разрушения) для всех видов стекла являются линейными, т.е. такими же, как и для упругой керамики [5]. Причем эта тенденция наблюдалась при испытаниях по методам EF и S+EF (рис. 2). Расчетные и экспериментальные характеристики сопротивления стекла разрушению приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Сопротивление стекла разрушению (Н/мм)

Материал	$F_R$	$F_{RV}$	$F_{Rs}$
Кварцевое стекло	$293 \pm 69$	$83 \pm 19$	$87 \pm 14$
Оконное стекло	$238 \pm 44$	$144 \pm 48$	$118 \pm 38$

Принимая во внимание, что в настоящем исследовании получено сравнительно большое число данных, был выполнен их статистический анализ (табл. 2). В отличие от результатов для большинства изученных керамических материалов [5], массивы данных определения сопротивления стекла разрушению по методу EF (индентор Роквелла) соответствуют критериям нормального распределения случайных величин.

Т а б л и ц а 2

Статистическая оценка распределений величин  $F_R$

Материал	Число сколов	Критерий нормальности					
		Шапиро-Уилка	Андерсона-Дарлингга	Мартинеза-Иглевича	Колмогорова-Смирнова	Д'Агостино	
асимметрии							
эксцесса							
Роквелл (метод EF)							
Оконное стекло	59	+	+	+	+	+	+
Кварцевое стекло	92	+	+	+	+	+	+
Виккерс (метод EF)							
Оконное стекло	57	+	+	+	+	+	+
Кварцевое стекло	57	-	-	+	-	-	+
Роквелл (метод S+EF)							
Оконное стекло	76	-	-	-	-	-	+
Кварцевое стекло	59	+	+	+	+	+	+

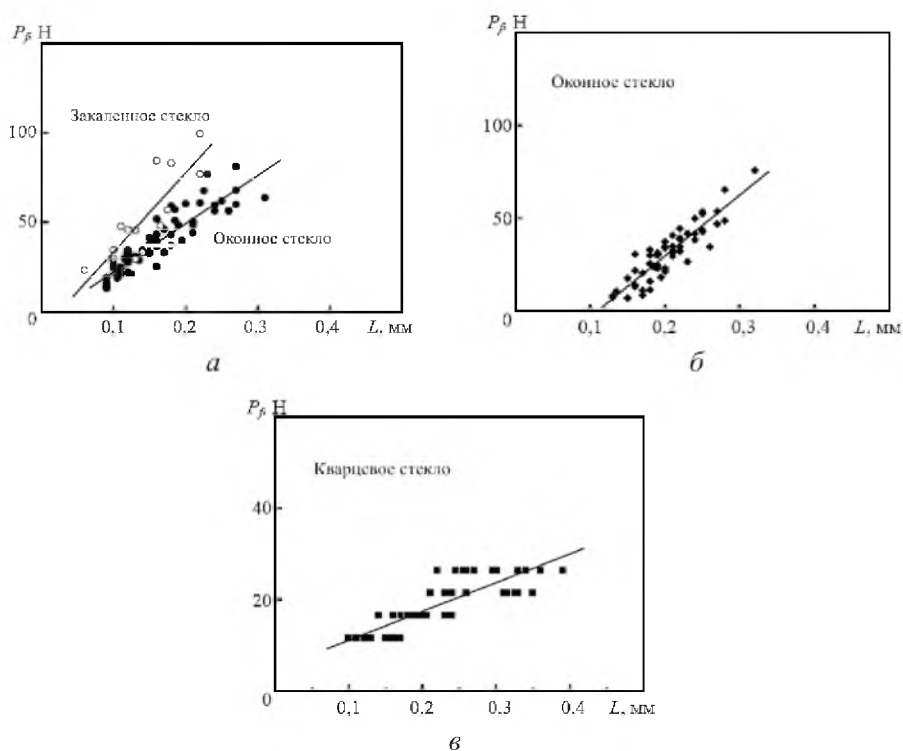


Рис. 2. Диаграммы разрушения при испытаниях по методам EF (а, б) и S+EF (в): а, в – индентор Роквелла; б – индентор Виккерса.

Анализ испытанных образцов показал, что шрамы сколов, образовавшиеся на кромках образцов, испытанных по методу EF, существенно отличаются друг от друга (см. также [5]). При разрушении кромок образцов индентором Роквелла шрамы сколов в верхней части оказались подобными половине конической трещины Герца (рис. 3). Поэтому далее они именуется “квазиконусами” Герца. Это наблюдение позволяет предположить, что при измерении расстояния разрушения  $L$  (рис. 1) точка  $A$ , вероятно, совпадает с кольцевой трещиной Герца, образующейся на поверхности образца в зоне, где коэффициент интенсивности напряжений достигает критического значения [11].

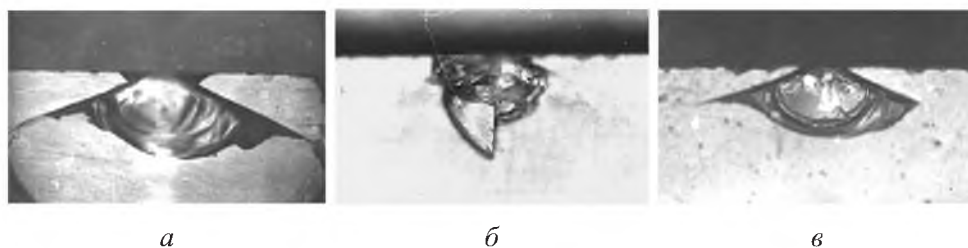


Рис. 3. Шрамы сколов под индентором Роквелла на кромках образцов кварцевого (*a*, *б*) и оконного стекла (*в*): *a*, *в* – симметричные сколы; *б* – бесформенный скол. (Вид со стороны ненагруженной грани.)

Для оценки (как и в [6]) возможного влияния формы шрамов сколов на характер полученных диаграмм разрушения они были сгруппированы по форме. Как видно на примере результатов испытания кварцевого стекла, образцы которого скалывались индентором Роквелла (рис. 4), точки, соответствующие симметричным квазиконусам Герца на шрамах сколов (приблизительно 10% результатов), располагаются примерно на той же прямой, что и точки, относящиеся ко всем экспериментальным результатам. По-видимому, не форма скола, а его площадь является определяющей в этом случае.

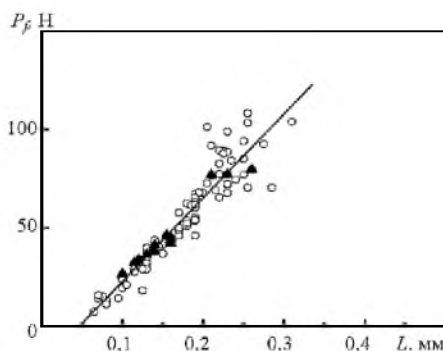


Рис. 4. Диаграмма разрушения кварцевого стекла (метод EF): ○ – экспериментальные точки; ▲ – симметричные сколы.

При разрушении кромок образцов индентором Виккерса сколы часто были ногтеобразными\* (рис. 5,*a*), причем их форма была аналогичной для кварцевого и оконного стекла. В некоторых случаях на шрамах сколов окон-

\* Ширина больше высоты [12].

ного стекла наблюдались дополнительные разрушения (рис. 5,б), а у кварцевого стекла – трещины, аналогичные квазиконусам Герца (рис. 5,в), напоминавшие рассматривавшиеся в [13]. Часть сколов имела произвольную форму. Анализ шрамов сколов, полученных при скалывании образцов индентором Роквелла с предварительным царапанием (метод S+EF), не выявил на их поверхностях ярко выраженных квазиконусов Герца. Шрамы сколов в этом случае можно условно разделить на ногтеобразные (рис. 6,а) и произвольной формы (рис. 6,б). Это в некоторой степени соответствовало картине, наблюдавшейся для сколов, полученных при испытаниях по методу EF с использованием индентора Виккерса. При анализе результатов испытаний стекла, проведенных по методу S+EF, было установлено, что при равных нагрузках в случае образования ногтеобразных сколов (в отличие от сколов произвольной формы) имели место бóльшие значения расстояния разрушения  $L$ , что, вероятно, связано с изменением концентрации напряжений при формировании разрушающей трещины. Поэтому значения сопротивления разрушению для шрамов сколов ногтеобразной формы оказывались ниже, определяемых при образовании шрамов сколов произвольной формы (рис. 7). Однако при испытаниях кварцевого стекла такой эффект был не столь выраженным. При этом статистический анализ значений сопротивления оконного стекла разрушению оказался несколько неожиданным (табл. 3).



Рис. 5. Шрамы сколов под индентором Виккерса на кромках образцов оконного (а, б) и кварцевого стекла (в). (Вид со стороны ненагруженной грани.)

Подобный анализ результатов испытания образцов закаленного стекла не выполнялся, поскольку оно использовалось только для ориентировочной оценки влияния промышленной закалки на повышение его локальной трещиностойкости. Кроме того, оказалось, что, используя индентор Роквелла, почти невозможно получить сколы кромок без образования латеральных трещин в зоне индентирования, что снижает точность определения сопротивления стекла разрушению.

На заключительном этапе был проведен сравнительный анализ величин сопротивления разрушению кварцевого и оконного стекла (табл. 1), который показал, что им присуще значительное различие как значений  $F_R$  и  $F_{RV}$ , так и  $F_{Rs}$ . Это может быть связано с тем, что стекло обладает более высоким сопротивлением разрушению на первом этапе, когда в него внедряется сравнительно тупой индентор. Важно отметить, что различие в значениях  $F_{RV}$  и  $F_{Rs}$  незначительно для кварцевого стекла (аномальное) по сравнению с оконным стеклом (нормальное), т.е. кварцевое стекло, вероятно, более чувствительно к концентрации напряжений.

Т а б л и ц а 3

Статистическая оценка распределения величин  $F_R$  (метод S+EF)

Форма шрамов сколов	Число сколов	Критерий нормальности					
		Шапиро-Уилка	Андерсона-Дарлинга	Мартинеза-Иглевича	Колмогорова-Смирнова	Д'Агостино	
						асимметрии	эксцесса
Ногтеобразные	41	+	+	+	+	+	+
Произвольные	35	-	+	-	+	-	+



а



б

Рис. 6. Шрамы сколов на образцах оконного стекла, испытанных по методу S+EF: а, б – ногтеобразный и бесформенный сколы. (Вид со стороны ненагруженной грани.)

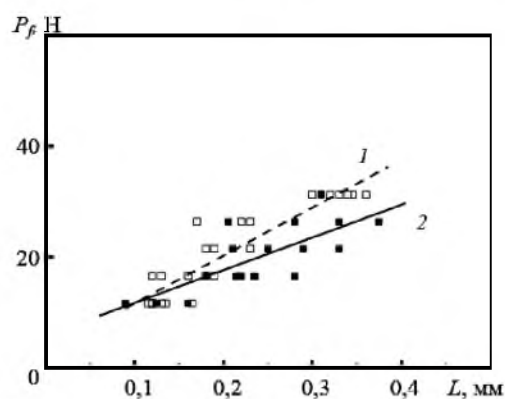


Рис. 7. Диаграммы разрушения оконного стекла (метод S+EF), соответствующие бесформенным (1) и ногтеобразным (2) сколам.

Для полноты анализа полученные экспериментальные результаты целесообразно было сравнить с данными определения трещиностойкости традиционными методами. Поэтому была предпринята попытка использовать такие методы испытания, как вышеупомянутый метод SEVNB, а также широко известный метод IF [14], согласно которому в полированную поверхность образца внедряется индентор Виккерса и анализируются трещины, образующиеся у углов его отпечатка. Кроме того, предполагалось использовать метод, предусматривающий внедрение в образец шарообразного индентора и анализ развивающейся под ним конической трещины Герца [15].

Однако при испытаниях по методу SEVNB получили только ориентировочную информацию, поскольку при использовании способа изготовления V-образного надреза, хорошо зарекомендовавшего себя при работах с керамикой, оказалось невозможным исключить образование латеральных трещин у его вершины. Для использования метода IF не только потребовались дополнительно точные определения модулей упругости, но и не удалось получить трещины у углов отпечатка индентора Виккерса на поверхностях образцов кварцевого стекла (ранее с этой проблемой столкнулись в работе [13]). Измерение  $K_{Ic}$  при внедрении шарового индентора в поверхность образца также не удалось осуществить не только из-за необходимости дополнительного определения значений модулей упругости и коэффициентов Пуассона, но и потому, что образцы шириной 3 мм были непригодны для использования при подобных испытаниях. Для этой цели потребовались бы нагрузки на индентор Роквелла до 1000 Н [15], которые могли вызвать их полное разрушение. Поэтому реальными оказались только два пути: использовать значения критических коэффициентов интенсивности напряжений, приведенные в литературных источниках, или наши ориентировочные значения  $K_{Ic}$ . Результаты определения трещиностойкости по методу SEVNB и опубликованные данные отличаются незначительно (табл. 4).

Т а б л и ц а 4

**Критические коэффициенты интенсивности напряжений**

Материал	$K_{Ic}$ , МПа · м <sup>1/2</sup>		
	Результаты испытаний	Литературный источник	
		[4]	[14]
Кварцевое стекло	0,80	0,79	–
Оконное стекло	0,69	0,75	0,78–0,90

Известно [3], что для плотной упругой керамики при принятых единицах измерения Н/мм для  $F_R$  и МПа · м<sup>1/2</sup> для  $K_{Ic}$  отношение  $F_R/K_{Ic} \approx 100$ . Если предположить, что для оконного стекла, которое, как и керамика, является упругим материалом, это соотношение должно бы соблюдаться, то при этом величина  $F_R$  должна быть менее 100 Н/мм, а не в два раза больше, как это имеет место в действительности (табл. 1). Интересно, что то же самое относится к аномальному кварцевому стеклу, т.е. при скалывании кромки образца эти материалы ведут себя аналогично. Заметим, что подобное поведение также характерно для карбида кремния, карбида бора и другой керамики, пригодной для изготовления брони [3]. Физическая причина этого эффекта исследуется.

**В ы в о д ы**

1. Проведено комплексное исследование трещиностойкости стекла и установлено, что при использовании для этой цели метода EF (скалывание



прямоугольной кромки образца индентором) могут быть получены новые данные о его поведении при разрушении.

2. Показано, что шрамы сколов на кромках образцов кварцевого и оконного стекла при их скалывании индентором Роквелла имеют вид квазиконусов Герца.

## Резюме

Досліджено опір технічного кварцевого та віконного скла руйнуванню при випробуваннях полірованих зразків у формі прямокутних паралелепіпедів методом сколювання їх довгих ребер (кромки) за допомогою інденторів Роквелла і Віккерса (метод EF), а також методом, що передбачає подряпину поверхні зразка індентором Роквелла та сколювання його кромки (метод S+EF). Установлено, що руйнування цього виду скла за крайового сколювання індентором Роквелла починається з утворення кільцевої тріщини Герца, а відповідні шрами відколів мають вид “квазіконусів” Герца. При проведенні аналізу результатів випробувань використовували дані фрактографічних досліджень.

1. *Cook R. F. and Pharr G. M.* Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1990. – **73**. – P. 787 – 817.
2. *Разрушение* / Под ред. Г. Либовица. – М.: Мир, 1976. – Т. 7, часть I. – 634 с.
3. *Gogotsi G. A.* Flaking toughness of advanced ceramics: ancient principle revived in modern times // *Mat. Res. Innov.* – 2006. – **10**, No. 2. – P. 45 – 47; P. 179 – 186.
4. *Arora A., Marshall D. B., Lawn B. R., and Swain M. V.* Indentation deformation/fracture of normal and anomalous glasses // *J. Non-Cryst. Solids.* – 1979. – **31**. – P. 415 – 428.
5. *Гогоци Г. А., Галенко В. И., Озерский Б. И., Христович Т. А.* Сопротивление керамики разрушению: метод скалывания кромки // *Пробл. прочности.* – 2005. – № 5. – С. 84 – 92.
6. *Гогоци Г. А., Галенко В. И., Озерский Б. И. и др.* Прямое определение сопротивления керамики разрушению по методу краевого скалывания // *Завод. лаб.* – 2006. – № 3. – С. 49 – 53.
7. *Gogotsi G. A.* Fracture resistance of ceramics: direct measurements // *Adv. Sci. Technol.* – 2006. – **45**. – P. 95 – 100.
8. *Dai D. N., Hills D. A., Warren P. D., and Nowell D.* The propulsion of surface flows by elastic indentation testing // *Acta Metal. Mater.* – 1995. – **43**. – P. 985 – 991.
9. *Gogotsi G. A.* Fracture toughness of ceramics and ceramic composites // *Ceram. Int.* – 2003. – **29**. – P. 777 – 784.

10. Гогоци Г. А., Островой Д. Ю., Озерский Б. И., Гогоци Ю. Г. Методики и оборудование для механических испытаний наноструктурных и других хрупких материалов // Междунар. конф. "Современное материаловедение: достижения и проблемы" (Киев, Украина). – 2005. – 2. – P. 907 – 908.
11. *Bisrat Y. and Roberts S. G.* Residual stress measurements by Hertzian indentation // *Mat. Sci. Eng.* – 2000. – **A288**. – P. 148 – 153.
12. *Roberts S. G.* Hertzian testing of ceramics // *Brit. Cer. Tras.* – 2000. – No. 1. – P. 31 – 38.
13. *Hagan J. T.* Cone cracks around Vickers indentation in fused silica glass // *J. Mat. Sci.* – 1978. – **14**. – P. 462 – 466.
14. *Anstis G. R., Chantikul P., Lawn B. R., and Marshall D. B.* A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: direct crack measurements // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1981. – **64**. – P. 533 – 538.
15. *Warren P. D.* Determining the fracture toughness of brittle materials by Hertzian indentation // *J. Eur. Ceram. Soc.* – 1995. – **15**. – P. 201 – 207.

Поступила 11. 07. 2007