

Сопротивление стекол скалыванию при использовании различных конических инденторов и барьер сопротивления началу разрушения

Г. А. Гогоци¹, В. И. Галенко

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

¹ gogotsi@ipp.kiev.ua

Рассмотрен повышенный барьер сопротивления началу разрушения хрупких материалов на примере результатов испытаний плоского стекла. Изучено сопротивление разрушению этого стекла при скалывании прямоугольных кромок образцов с помощью конических алмазных инденторов с различными радиусами закругления разрушающей вершины (11...800 мкм). В качестве сравнительных материалов использовались оптические стекла (кварцевое и легкий крон). Определено, что значительное изменение особенностей поведения стекол при разрушении кромок образцов наблюдается только при использовании индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 11 мкм. В этом случае трещиностойкость стекол оказывается равной резиструемой индентором Виккерса. Принципиальных различий в особенностях разрушения стекол при использовании инденторов с радиусами закругления разрушающей вершины 100 и больше микрон не выявлено. Отмечено, что предварительное царапание поверхности образца стекла у его кромки до ее скалывания искажает оценку трещиностойкости, поскольку повреждается характерный для него барьер сопротивления началу разрушения.

Ключевые слова: метод EF, трещиностойкость, барьер сопротивления началу разрушения, индентирование, пластичность, вязкость разрушения, оптические стекла, классификационная диаграмма.

Введение. Результаты определения сопротивления стекол разрушению при их испытаниях методом, который основан на скалывании прямоугольной кромки образца, не только практически полезны, но и необходимы для классификации материалов по особенностям сопротивления разрушению (рис. 1) [1]. При такой классификации их можно разделить на материалы с повышенным и пониженным барьером сопротивления началу разрушения, а также на те, у которых нет такого барьера (базовая линия). В основу классификации положено отношение значения сопротивления разрушению (скалыванию) кромки образца индентором Роквелла F_R (метод EF [2, 3]) к критическому коэффициенту интенсивности напряжений (вязкость разрушения K_{Ic}), определяемому, например, при изгибе образца с концентратором напряжений в виде V-образного надреза методом SEVNB [4]. С помощью метода EF оценивается сопротивление стекла разрушению на первом (зарождение трещины при повреждении его поверхности) и втором (распространение трещины до отделения сформировавшегося скола от кромки образца) этапах этого процесса. При использовании метода SEVNB (как и других стандартных методов определения трещиностойкости хрупких материалов) оценивается разрушение только на втором этапе: разделение образца на части, поскольку трещина развивается из концентратора напряжений, выполненного на образце при его подготовке к испытаниям. Данная классификация базируется не на величинах энергии, затраченной на формирование в материале начальной опасной трещины, а на сравнительных значениях характерного для него барьера сопротивления началу разрушения FB [2, 5], оцениваемого как отношение сопротивления стекол разрушению при скалывании кромки образца F_R к проекции этой величины F'_R на базовую линию (рис. 2, таблица).

Представленные на рис. 1 результаты испытаний стекол, у которых поверхность и приповерхностный слой предварительно не разрушены (метод EF), располагаются

Сравнительные величины барьера сопротивления началу разрушения

Материал	F_R , Н/мм	F'_R , Н/мм	$FB = F_R/F'_R$
Sc ₂ O ₃	145	145	1,0
Легкий крон ЛК-5	220	93	2,4
Плоское стекло	233	69	3,4

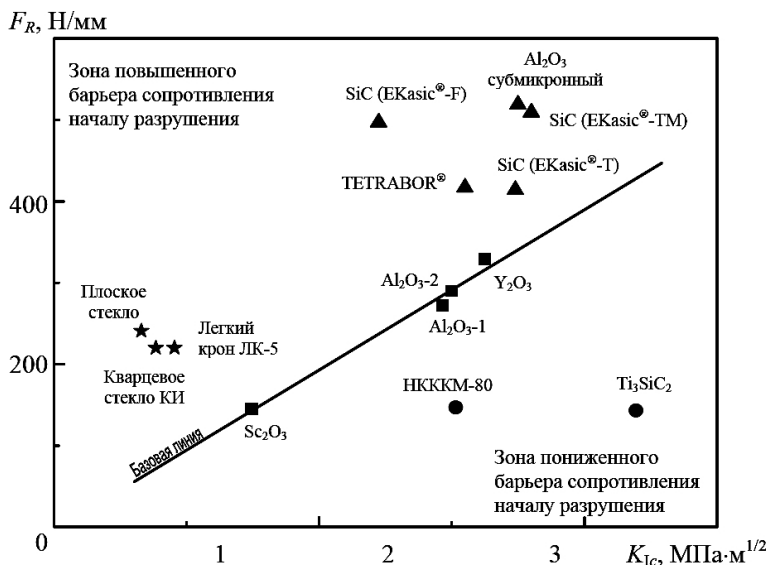


Рис. 1. Классификационная диаграмма стекол и керамики по сопротивлению разрушению.

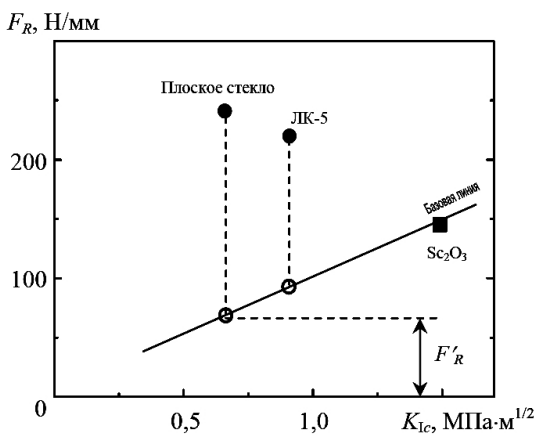


Рис. 2. Определение сравнительного значения барьера сопротивления началу разрушения стекол.

выше базовой линии (данных испытания керамики, соответствующей модельному твердому телу линейной упругой механики разрушения [6], трещиностойкость которой равнозначно оценивается обоими вышеуказанными экспериментальными методами). Это свидетельствует о том, что при разрушении стекол затрачивается дополнительная энергия по сравнению с той, которая потребовалась бы при соответствии их трещиностойкости базовой линии. Иначе говоря, при таких испытаниях, вероятно,

преодолевается энергетический барьер сопротивления началу разрушения стекла, не исследовавшийся Гриффитсом [7], что отмечалось в [8], а поэтому не рассматриваемый в рамках вышеуказанной механики разрушения, основой которой является его классическое исследование. Вышеизложенное, по-видимому, обусловлено отсутствием в то время электронных микроскопов [9], что не позволяло изучать особенности повреждения поверхности стекол, с которыми связано их разрушение на первом этапе.

Проблема существования барьера сопротивления началу разрушения также обсуждалась, например, в [10]. Этот эффект может быть связан с пластическим деформированием приповерхностного слоя стекол, что было установлено при микропарапани [11] и внедрении индентора Викакса [12].

Оценки сопротивления стекол и других хрупких материалов разрушению при скалывании кромки образца коническими инденторами автором настоящей работы, как и создателями обсуждаемого метода испытаний [13], чаще всего выполнялись при использовании конического индентора Роквелла с радиусом закругления разрушающей вершины 200 мкм. Исключением являлось исследование [14], где использовался конический индентор с радиусом закругления разрушающей вершины 400 мкм. Однако при таких испытаниях иногда применялись инденторы Викакса [15, 16] и Кнуппа [15], шары [17] и даже предлагались обычный острый алмазный скрайбер [18] и другие разрушающие инструменты. Иначе говоря, концентрация напряжений в зоне контакта индентора с поверхностью образца вблизи его кромки может быть различной, что обычно не учитывается, а все такие испытания одинаково именуется. Поэтому цель настоящей работы заключается в изучении влияния изменения концентрации напряжений (точнее – удельного давления) в зоне контакта индентора с поверхностью образца на величину определяемого сопротивления разрушению хрупкого материала (стекла). При этом использовались конические инденторы с различными радиусами закругления разрушающей вершины.

Материалы и методы исследования. Объектом исследования служило обычное (плоское) стекло. С целью сравнения использовались такие оптические стекла, как легкий крон ЛК-5 и аномальное [19] кварцевое стекло КИ. Для проведения экспериментов образцы в виде прямоугольных балок с поперечным сечением 3×4 мм полировались до зеркального блеска. Схема проведения испытаний (рис. 3) описана ранее [2, 3]. Применяемый автономный испытательный блок Ceram Test (Gobor LTD, Украина) монтировался на универсальной испытательной машине при скорости перемещения нагружающей траверсы 0,5 мм/мин. Исследуемые образцы приклеивались к фотографическим стеклам, крепившимся на двухкоординатном микрометрическом столике этого блока. Для разрушения кромок образцов использовались конические инденторы с различными радиусами закругления их разрушающей вершины ($R = 11 \dots 800$ мкм), изготовленные по заказу и паспортизованные в Gilmore Diamond Tools, Inc. (USA) – рис. 4.

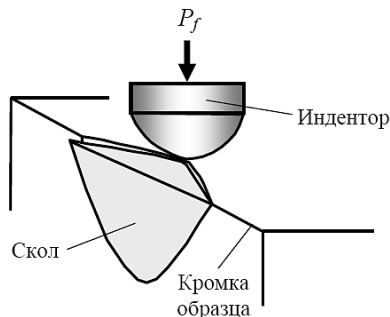


Рис. 3. Схема метода испытаний.

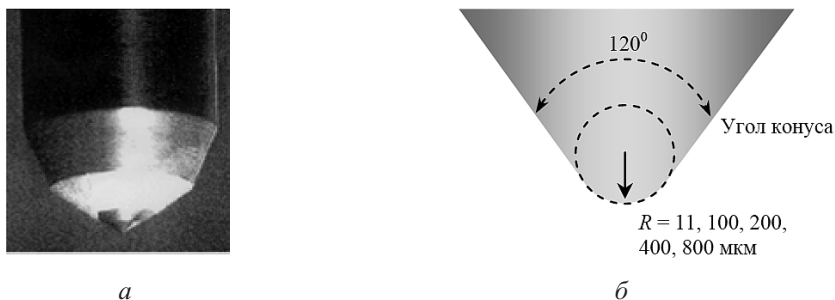


Рис. 4. Конический алмазный индентор Роквелла (а) и радиусы закругления разрушающих вершин инденторов (б).

Экспериментальное исследование состояло из двух этапов. На первом этапе скалывались кромки образцов, точки внедрения индентора в их поверхности шириной 3 мм выбирались визуально с помощью лупы. На втором этапе с помощью микроскопа BX51M Olympus ($\times 50-1000$), используя программу QuickPhoto Micro 2.3, фотографировались (включая призму Нормарского) и анализировались шрамы сколов, образовавшиеся на кромках образцов. Сопротивление стеклов разрушению F_R при скалывании определялось в виде отношения разрушающей нагрузки P_f , обусловившей скол кромки образца, к величине расстояния разрушения L , измеряемого от крайней точки шрама скола на поверхности образца до его кромки ($F_R = P_f/L$) – рис. 5 [2]. При анализе таких экспериментальных данных нами обычно использовалось среднее значение указанного отношения, соответствующего группе сколов на испытанных образцах. Однако в этом исследовании применялся критерий E_t [13, 20], который является тангенсом угла наклона зависимости разрушающая нагрузка P_f – расстояние разрушения L при использовании одного и того же индентора. Выбор такого критерия обусловлен тем, что в рассматриваемом случае использовались инденторы с различными радиусами закругления разрушающей вершины, а поэтому пока не ясна проблема выбора величины расстояния разрушения L при экспериментах. Например, на основе анализа полей напряжений и деформаций в зоне разрушения кромки образца было показано, что при применении индентора Роквелла оптимальная величина $L = 300$ мкм [21, 22]. Поэтому значение тангенса угла наклона вышеуказанной зависимости, по-видимому, является наиболее приемлемым (и наглядным) критерием при анализе настоящих экспериментальных результатов.

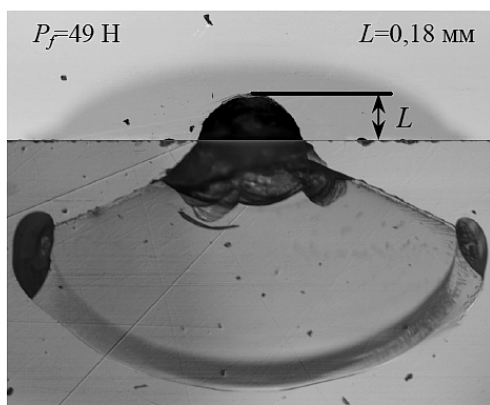


Рис. 5. Шрам скола на кромке образца плоского стекла при внедрении индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 800 мкм (скол не отделился от образца).

Результаты и их обсуждение. Полученные экспериментальные данные в виде зависимости значения критерия E_t – радиус используемого индентора R представлены на рис. 6, а характерные особенности шрамов сколов, образовавшихся при разрушении кромок образцов, – на рис. 7. Эти данные дополняют полученные в [14], где сопоставлялись результаты испытаний кварцевого стекла КИ при внедрении в него индентора Роквелла и конического индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 400 мкм. Заметим, что результаты наших испытаний обычного стекла подобны таковым кварцевого стекла (на рис. 6 штриховая линия).

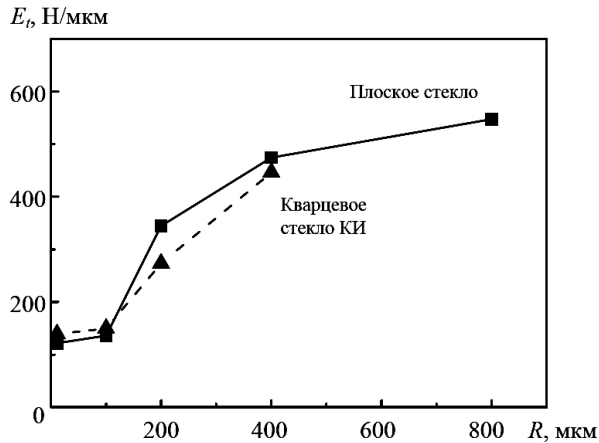


Рис. 6. Зависимость вязкости разрушения плоского и кварцевого стекла от радиуса разрушающей вершины индентора.



Рис. 7. Характерные шрамы сколов на кромках образцов плоского стекла: а – псевдоконическая форма; б – ногтеобразная; в – неопределенная.

Проведенный анализ фотоснимков шрамов сколов на кромках образцов стекол свидетельствует о том, что с увеличением радиуса закругления используемого конического индентора сколы в основном имеют псевдоконическую форму.

Представляет интерес то, что характер поведения исследованных стекол при скалывании кромок образцов алмазными инденторами с различным радиусом закругления разрушающей вершины и при разрушении полированной поверхности стекла шариками из карбида титана разных диаметров [23] (задача Герца [24]) оказался подобным. В обоих случаях отмечается критический размер радиуса разрушающего инструмента, при использовании которого изменяется поведение стекла при разрушении (в [23] это шар радиусом 200 мкм, в наших экспериментах – конический индентор с радиусом закругления разрушающей вершины 100 мкм). Заметим [23], что при радиусе разрушающего шарика менее 200 мкм обычное упругое разрушение стекла становилось упругопластическим, что, возможно, могло иметь место и в наших экспериментах, однако, нами эта проблема не исследовалась.

При анализе приведенных данных (рис. 6) необходимо учитывать, что при использовании для разрушения кромки образца индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 100 мкм зависимость $E_t - R$ резко изменяет наклон, и разность в сопротивлении стеклов разрушению снижается. Сравнение результатов испытаний, полученных при применении конического индентора с радиусом закругления $R = 11$ мкм и индентора Виккерса, показывает, что значимого различия между ними почти не наблюдается (рис. 8). Следовательно, данные о сопротивлении стекла разрушению, полученные при использовании острого индентора [16], не соответствуют таковым, определяемым с помощью индентора Роквелла, однако на это, к сожалению, обычно не обращают внимания. Не лишне отметить, что желательнее при рассматриваемых испытаниях применять индентор с радиусом закругления $R = 400$ мкм, так как при этом сколы на кромках образцов оказываются более однородными [14]. Однако вследствие высокой стоимости таких инденторов, изготавливаемых по индивидуальным заказам, их массовое применение нереально.

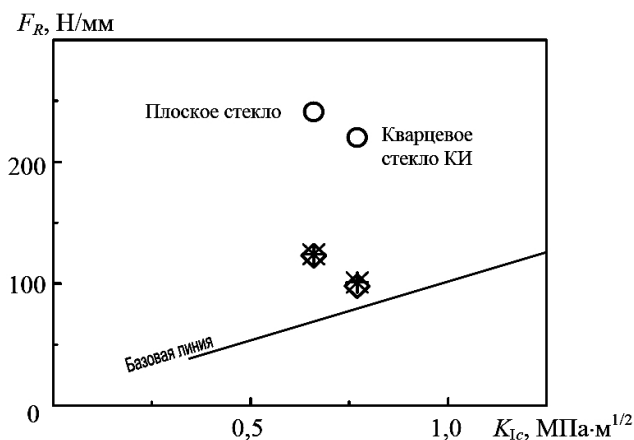


Рис. 8. Базовая линия с результатами испытаний стекла при внедрении инденторов Роквелла (○), Виккерса (◇) и конического с $R = 11$ мкм (*).

Следует также заметить, что метод скалывания кромки образца при предварительном царапании его поверхности (например, [25]) не может применяться при испытаниях хрупких материалов наравне с методом, который рассматривается в настоящей работе. Этот метод был создан нами совместно с Институтом стандартов и технологии (США) для оценки сопротивления сцепления слоев ламинарных керамических композитов, применяемых для изготовления режущего инструмента [26] (ранее в этом институте он использовался при оценках сопротивления разрушению стоматологической керамики [27]). Однако, как и метод микроцарапания поверхности образцов [27], фактически это метод оценки хрупких материалов, которые при эксплуатации должны также сопротивляться царапанию их поверхности. Особенно осторожно его следует применять при оценках, например, стекол, так как в этом случае не учитывается существование у них барьера сопротивления началу разрушения. Недостатком такого метода также является то, что оказывается неконтролируемой концентрация напряжений в зоне контакта индентора с материалом в момент начала скалывания кромок образцов.

Выводы

1. Изучено поведение стекла при скалывании кромок образцов коническими алмазными инденторами с радиусом закругления разрушающей вершины $R = 11$...

... 800 мкм. Установлено, что радиус закругления $R = 100$ мкм является критическим, так как при этом изменяются особенности сопротивления стекла разрушению.

2. Обнаружено, что характер разрушения полированных стекол при скалывании кромок образцов индентором Виккерса аналогичен наблюдаемому при использовании конического индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 11 мкм.

3. Показано, что метод EF обладает определенными положительными характеристиками, а поэтому целесообразно разработать новый научно обоснованный стандарт таких испытаний стекол.

Резюме

Розглянуто підвищений бар'єр опору початку руйнування крихких матеріалів на прикладі результатів випробувань плоского скла. Вивчено опір руйнуванню цього скла при сколюванні прямокутних кромок зразків за допомогою конічних алмазних інденторів із різними радіусами закруглення руйнівної вершини (11...800 мкм). Як порівняльні матеріали використовувались оптичне скло (кварцеве і легкий крон). Визначено, що значна зміна особливостей поведінки скла при руйнуванні кромок зразків має місце тільки при використанні індентора з радіусом закруглення руйнівної вершини 11 мкм. У цьому випадку тріщиностійкість скла дорівнює такій, що реєструється індентором Віккерса. Принципового розходження в особливостях руйнування скла при використанні інденторів із радіусами закруглення руйнівної вершини 100 і більше мікрон не виявлено. Відмічається, що попереднє дряпання поверхні зразка скла біля його кромки до її сколювання спотворює оцінку тріщиностійкості, оскільки пошкоджується характерний для нього бар'єр опору початку руйнування.

1. *Gogotsi G. A.* Classification of ceramics and glass (edge chipping and fracture toughness) // *Ceram. Int.* – 2014. – **40**. – P. 5591–5596.
2. *Гогоці Г. А.* Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R -линия // *Пробл. прочности.* – 2006. – № 3. – С. 60–74.
3. *Гогоці Г. А., Мудрик С. П.* Трещиностойкость технического и оптического стекла: скалывание кромок образцов // Там же. – 2010. – № 3. – С. 57–65.
4. *Gogotsi G. A.* Fracture toughness of ceramics and ceramic composites // *Ceram. Int.* – 2003. – **29**. – P. 777–784.
5. *Gogotsi G. A. and Mudrik S. P.* Fracture barrier estimation by the edge fracture test method // *Ibid.* – 2009. – **35**. – P. 1871–1875.
6. *Broek D.* Elementary Engineering Fracture Mechanics. – Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1986. – 540 p.
7. *Griffith A. A.* The phenomena of rupture and flow in solids // *Phil. Trans. Roy. Soc.* – 1920. – **221A**. – P. 163–198.
8. *Вейс В., Юкава С.* Критическая оценка механики разрушения // *Прикладные вопросы вязкости разрушения / Пер. с англ. под ред. Б. А. Дроздовского.* – М.: Мир, 1968. – С. 25–63.
9. *Wiederhorn S. M., Fett T., Guin J.-P., and Ciccotti M.* Griffith cracks at the nanoscale // *Int. J. Appl. Glass Sci.* – 2013. – **54**. – P. 76–86.
10. *Marigo J.-J.* Initiation of cracks in Griffith's theory: an argument of continuity in favor of global minimization // *J. Nonlinear Sci.* – 2010. – **20**. – P. 831–868.
11. *Swain M.* Microfracture about scratches in brittle solids // *Proc. R. Soc. London A.* – 1979. – **366**. – P. 575–597.

12. *Swain M. and Hagan J.* Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1976. – **9**. – P. 2211–2217.
13. *McCormick N. and Almond E.* Edge flaking of brittle materials // *J. Hard Mater.* – 1990. – **1**. – P. 25–51.
14. *Gogotsi G. and Mudrik S.* Classes: new approach to fracture behaviour analysis // *J. Non-Crystal. Sol.* – 2010. – **356**. – P. 1021–1026.
15. *Gogotsi G., Mudrik S., and Rendtel A.* Sensitivity of silicon carbide and other ceramics to edge fracture: method and results // 28th International Conference on Advanced Ceramics and Composites B: Ceramic Engineering and Science Proceedings / Eds. E. Lara-Curzio and M. Readey. – Vol. 25. – Issue 4. – Westerville: American Ceramic Society, 2004. – P. 156–163.
16. *Chai H. and Lawn B.* 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.
17. *Mohajerani A. and Spelt J. K.* Edge chipping of borosilicate glass by blunt indentation // *Mech. Mater.* – 2010. – **42**. – P. 1064–1080.
18. *Quinn G. D., Giuseppetti A. A., and Hoffman K. H.* Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: Part I – Procedures and results // *Dental Mater.* – 2014. – **30**. – P. 99–111.
19. *Arora A., Marshall D. B., Lawn B. R., and Swain M. V.* Indentation deformation of normal and anomalous glasses // *J. Non-Crystal. Sol.* – 1999. – **31**. – P. 415–428.
20. *Gogotsi G., Mudrik S., and Galenko V.* Evaluation of fracture resistance of ceramics: Edge fracture tests // *Ceram. Int.* – 2007. – **33**. – P. 315–320.
21. *Батанова О. А., Гогоци Г. А., Матвиенко Ю. Г.* Численный анализ результатов эксперимента по скалыванию кромок образца // *Завод. лаб. Диагностика материалов.* – 2011. – № 7. – С. 53–56.
22. *Batanova O. A., Gogotsi G. A., and Matvienko Yu. G.* Numerical modeling edge chipping tests of ceramics // *Eng. Fract. Mech.* – 2014. – **132**. – P. 38–47.
23. *Evans A. G. and Wilshaw T. R.* Quasi-static solid particles damage in brittle solids – 1: Observation, analysis and implications // *Acta Metall.* – 1976. – **24**. – P. 939–956.
24. *Fischer-Cripps A. C.* Introduction to Contact Mechanics. – New York: Springer, 2007. – 226 p.
25. *CEN/TS 843-9.* Advanced Technical Ceramics – Mechanical Properties of Monolithic Ceramics at Room Temperature. – Part 9: Method of Test for Edge-Chip Resistance. – Brussels: CEN, 2010.
26. *Гогоци Г., Мудрик С., Квинн Ж.* Трещиностойкость кромки нитридокремниевой керамики: методика и результаты: Тр. междунар. конф. “Новейшие технологии в порошковой металлургии и керамике”. – Киев: Ин-т проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, 2003. – С. 375–376.
27. *Quinn J. and Lloyd I.* Flake and scratch size ratios in ceramics // *Fractography of Glasses and Ceramics IV* / Eds. J. R. Varner and G. D. Quinn. – Westerville: American Ceramic Society, 2001. – Vol. 122. – P. 57–72.

Поступила 07. 09. 2015