

ANALISI FRATTOGRAFICA IN SITU DI VETRI ESP (ENGINEERED STRESS PROFILE)

Vincenzo M. Sglavo e Andrea Prezzi

Dipartimento di Ingegneria dei Materiali, Università degli Studi di Trento
Via Mesiano 77, 38050 TRENTO

Abstract

I vetri ESP ovvero “Engineered Stress Profile glass” presentano numerose e interessanti proprietà meccaniche. Innanzitutto, manifestano il fenomeno del “crack arrest” durante un’azione meccanica prima della rottura; la loro resistenza è decisamente elevata e poco dispersa (fatto inusuale per un materiale dal comportamento prettamente fragile); sono inoltre non sensibili al tipico fenomeno della fatica e sono caratterizzati da una frattura per frammentazione molto fine. Tali caratteristiche sono riconducibili al particolare stato di sforzo residuo in essi congelato. In questo lavoro viene presentata un’analisi frattografica “in situ” condotta su un vetro ESP. Lo scopo è quello di correlare il fenomeno del crack arrest con lo stato di sforzo residuo presente nel materiale e con le prestazioni meccaniche finali.

1. Introduzione

Recenti attività di ricerca condotte presso l’Università di Trento e la Pennsylvania State University (USA) hanno evidenziato che trattamenti di doppio scambio ionico sono in grado di generare in un vetro un profilo di sforzi tale da consentire la propagazione stabile dei difetti prima della rottura [1-3]. I vetri così ottenuti sono stati chiamati ESP ovvero “*Engineered Stress Profile glass*”. Numerose sono le peculiarità meccaniche di tali materiali riconducibili al particolare stato di sforzo residuo in essi congelato. Innanzitutto, come detto, manifestano il fenomeno del “*crack arrest*” durante un’azione meccanica prima della rottura, la loro resistenza è elevata e decisamente poco dispersa (fatto inusuale per un materiale dal comportamento prettamente fragile) e non risente dell’ambiente di prova. Vetri ESP sono stati prodotti utilizzando sia vetri sodico-calcici che vetri alluminosilicati.

L’aspetto peculiare di questi materiali dal comportamento fragile è sicuramente quello della crescita stabile dei difetti superficiali prima della rottura la quale avviene in genere per fine frammentazione. In questo lavoro vengono presentati i risultati di un’analisi frattografica

in situ mirante a identificare le modalità di frattura e a correlare il fenomeno del *crack arrest* con lo stato di sforzo congelato nel materiale e la resistenza meccanica.

2. Procedure sperimentali

In questo lavoro, per la produzione di un vetro ESP, si è fatto uso di lastre della Pilkington del tipo CE120. La composizione chimica e la temperatura di transizione vetrosa sono riportate in Tab. 1. Le lastre dello spessore di 3 mm sono state tagliate in modo da ottenere barrette dalle dimensioni 50 mm x 10 mm. Gli spigoli e i fianchi sono stati quindi lucidati utilizzando carte di carburo di silicio con grana variabile tra i 320 e i 1200 grit. Gli spigoli sono stati ulteriormente smussati con paste diamantate di granulometria decrescente da 15 μm a 3 μm .

Al fine di rimuovere eventuali sforzi residui dovuti alla produzione o al taglio, le barrette così ottenute sono state sottoposte a ricottura per 8 h alla temperatura di 510°C utilizzando una velocità di raffreddamento di 40°C/h.

Alcuni campioni sono stati direttamente sottoposti alle prove meccaniche, altri sono stati trattati secondo una procedura di doppio scambio ionico per ottenere il vetro ESP [2-5]. Le barrette sono state sottoposte ad un primo scambio ionico in KNO_3 a 450°C per 24 h e ad un secondo scambio in una soluzione $\text{KNO}_3/\text{NaNO}_3$ (con un rapporto in peso 0.7/0.3) a 400°C.

I campioni di vetro ESP così prodotti sono stati innanzitutto caratterizzati dal punto di vista del profilo di sforzo residuo in essi congelato. Per far ciò è stato utilizzato il metodo della misura della curvatura prodotta a seguito di successive asportazioni di materiale mediante soluzione di HF da una delle due facce più larghe [2].

Campioni di vetro ricotto ed ESP sono stati utilizzati in prove meccaniche di flessione in quattro punti (con span di 20 mm e 40 mm) per la misura della resistenza meccanica in ambiente inerte (olio siliconico) [2].

Tabella 1. Composizione chimica (wt%) e temperatura di transizione vetrosa (T_g) del vetro utilizzato in questo lavoro

| SiO_2 | Na_2O | K_2O | MgO | Al_2O_3 | altro | T_g |
|----------------|-----------------------|----------------------|--------------|-------------------------|-------|-------|
| 67 | 14 | 4 | 9 | 5 | 1 | 585°C |

Alcuni campioni sono stati sottoposti ad analisi frattografica in situ utilizzando il dispositivo rappresentato schematicamente in Fig. 1. Al di sopra del piano di appoggio di un microscopio Nikon è stato posizionato un apparato in grado di applicare un carico di flessione ad una barretta mediante l'azione di un motore passo-passo a limitato avanzamento. Una cella di carico consentiva la registrazione del carico applicato mentre la faccia in trazione della barretta veniva osservata o direttamente dagli oculari del microscopio o attraverso una telecamera. I campioni sono stati così osservati al variare del carico applicato.

Figura 1. Apparato utilizzato nelle analisi frattografiche in situ.

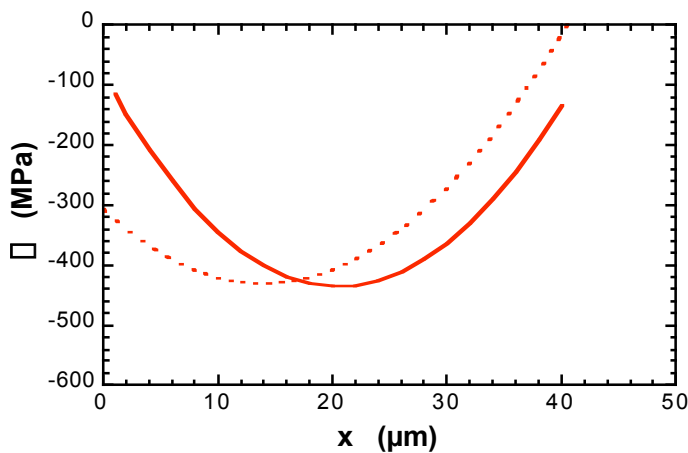
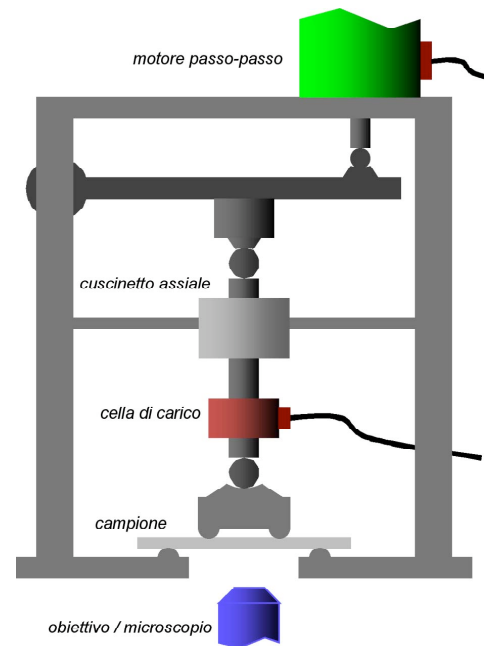


Figura 2. Profilo dello sforzo residuo; in linea tratteggiata è mostrato il profilo ottenuto dopo il primo trattamento.

3. Risultati e discussione

Il profilo di sforzo residuo misurato sul vetro ESP è mostrato in Fig. 2. Nella stessa è riportato anche il diagramma dello sforzo residuo generato dal primo processo di scambio ionico. Risulta evidente la presenza di un massimo di compressione ad una certa profondità dalla superficie la quale è invece sostanzialmente scarica per il vetro ESP. Si può peraltro osservare che anche il primo scambio ionico ha generato un massimo di compressione ad una certa profondità seppur decisamente meno marcato rispetto a quanto osservato nel vetro ESP.

La misura della resistenza meccanica in ambiente inerte ha dato come risultato il valore medio di 452 MPa con una deviazione standard di 23 MPa pari al 5.1% del valor medio. E' questo un dato assai interessante per un materiale tipicamente fragile qual è il

vetro. Si pensi che il vetro tal quale ha evidenziato una resistenza variabile tra i 60 e i 120 MPa. D'altra parte il risultato qui riportato conferma quanto osservato in altri vetri ESP [2-4].

E' interessante a questo punto confrontare la resistenza a frattura misurata con quella teorica, quale può essere stimata sulla base del materiale (vetro tal quale ricotto) e dello sforzo residuo generato nel processo di doppio scambio ionico. Per semplicità si può far riferimento al sistema mostrato nella Fig. 3. Si immagina quindi un componente caratterizzato da difetti superficiali. Il fattore di intensità degli sforzi applicato è dato da [5]:

$$K = \sigma_a \sqrt{\pi c} + \frac{\sigma}{\sqrt{\pi c}} \int_0^c \rho(x) g(x) dx \quad (1)$$

dove σ_a è il carico esterno applicato, σ lo sforzo residuo (variabile con x), c la lunghezza del difetto di riferimento, ρ il fattore di forma e $g(x)$ la funzione di Green definita come [1]:

$$g(x) = \frac{1}{\sqrt{c^2 - x^2}} \quad (2)$$

La relazione definita nell'Eq. (1) può essere linearizzata con la sostituzione di $\sigma \sqrt{\pi c}$ con \tilde{c} ottenendo:

$$K = \sigma_a \tilde{c} + \frac{\sigma^2}{\tilde{c}} \int_0^c \rho(x) g(x) dx \quad (3)$$

La propagazione del difetto si ha quando il fattore di intensità degli sforzi applicato uguaglia la tenacità a frattura del materiale ovvero quando $K = K_C$. E' possibile a questo punto definire la tenacità a frattura apparente come:

$$T = K_C \int_0^c \frac{\sigma^2}{\tilde{c}} \rho(x) g(x) dx. \quad (4)$$

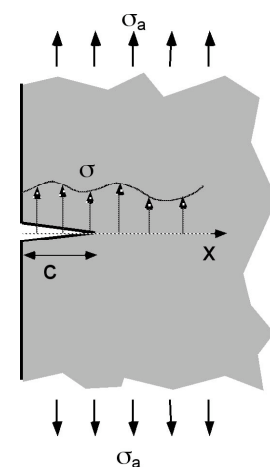


Figura 3. Modello di riferimento per la frattura di un vetro temprato.

In questo modo il contributo degli sforzi residui viene conglobato con la resistenza intrinseca del materiale (K_C). E' facile osservare che la presenza di sforzi residui di compressione hanno effetto benefico sulla resistenza a frattura aumentando la tenacità a frattura apparente.

L'andamento degli sforzi residui di Fig. 2 può essere utilizzato per calcolare, mediante l'eq. (3) la tenacità a frattura apparente del vetro ESP qui considerato. Il risultato è riportato in Fig. 4. Emerge un andamento della tenacità a frattura apparente crescente con le dimensioni dei difetti almeno fino a lunghezze di circa 25 μm . Si può perciò parlare di un effetto curva-R degli sforzi residui. La Figura 4 evidenzia la possibilità della crescita stabile dei difetti a partire da carichi di 337 MPa. Tale dato si riferisce ovviamente ad una situazione ideale in assenza di crescita sub-critica. Analogo discorso per la resistenza ultima, stimata nella Fig. 4 e pari a 407 MPa. Questo risultato può essere quindi confrontato con la resistenza a flessione misurata in ambiente inerte. E' evidente che il valore stimato è inferiore a quello sperimentale di circa il 10%, molto di più della semplice deviazione standard del risultato empirico. In prima battuta si può affermare che la discrepanza qui evidenziata può dipendere dalle semplificazioni adottate nella definizione del modello di riferimento, bidimensionale e non tridimensionale come è in realtà.

I risultati dell'analisi frattografica *in situ* sono mostrati in Fig. 5. Al crescere del carico applicato si può osservare un ben preciso fenomeno di frattura. Per il vetro ESP in esame al carico di 100 MPa inizia a formarsi sulla superficie in trazione una schiera di fessure parallele tra loro e ortogonali al carico applicato. All'aumentare del carico cresce la densità delle fessure fino a circa 300 MPa, carico cui corrisponde una variazione di luminosità delle fessure. Questo è indice di una diversa riflessione della luce e quindi di una variazione della forma delle cricche in profondità. La distanza media fra le cricche è risultata pari a 110 μm e 54 μm rispettivamente a 100 e 200 MPa. Osservazioni più attente hanno permesso di mettere in luce che inizialmente (tra i 100 e i 300 MPa) le fessure si propagano a partire da un difetto preesistente sugli spigoli delle barrette o sulla loro superficie in trazione ortogonalmente al carico applicato e all'interno dei campioni fino ad una profondità di circa 8-10 μm . Sopra i 300 MPa le cricche deviano ortogonalmente propagandosi parallelamente alla superficie delle barrette.

La spiegazione di questo peculiare comportamento va ritrovata nell'andamento del campo di sforzo attorno alle fessure. Gli andamenti degli sforzi generati in una barretta di

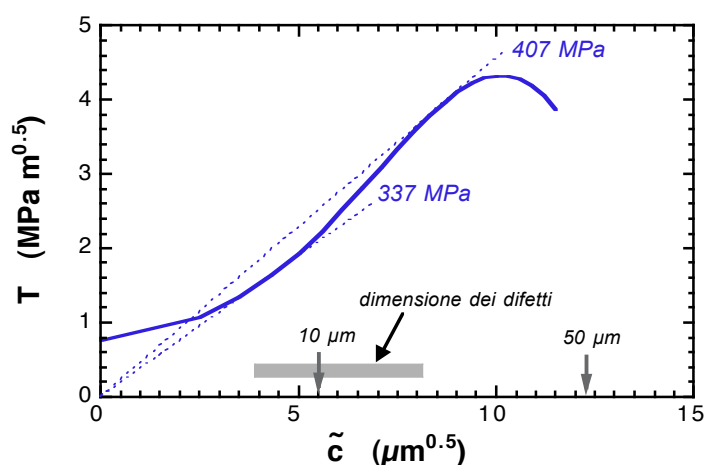
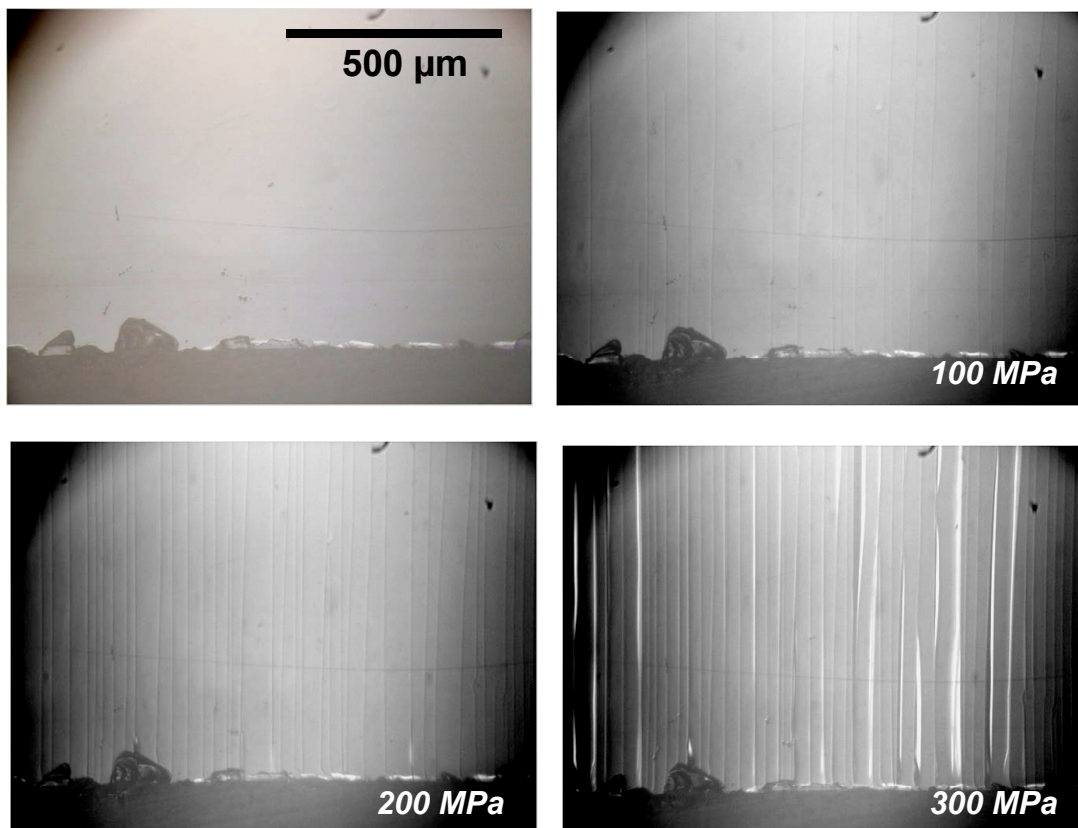


Figura 4. Tenacità a frattura apparente del vetro ESP; le linee tratteggiate rappresentano il carico esterno applicato.

vetro ESP contenente un difetto superficiale di lunghezza data sottoposta a flessione sono stati calcolati numericamente facendo uso del software ANSYS[®]. In Figura 6 sono mostrati alcuni risultati significativi in termini di sforzi assiali agenti parallelamente (σ_{xx}) e ortogonalmente (σ_{yy}) alla superficie. Si può innanzitutto osservare che la presenza della cricca è causa di un rilassamento degli sforzi tensili superficiali σ_{xx} per una lunghezza paragonabile alla distanza tra le fessure misurata sperimentalmente al variare del carico applicato. Quindi si può dire che la formazione di una cricca riduce la possibilità di un ulteriore difetto nelle sue vicinanze a meno che il carico applicato non venga aumentato. In secondo luogo, di fronte all'apice della fessura il valore relativo di σ_{xx} e σ_{yy} dipende dalla lunghezza della stessa. Com'è evidente in Fig. 6(b), quando l'apice del difetto penetra nella zona di massima compressione residua prevale nettamente lo sforzo ortogonale alla superficie e questo causa la deviazione della cricca.

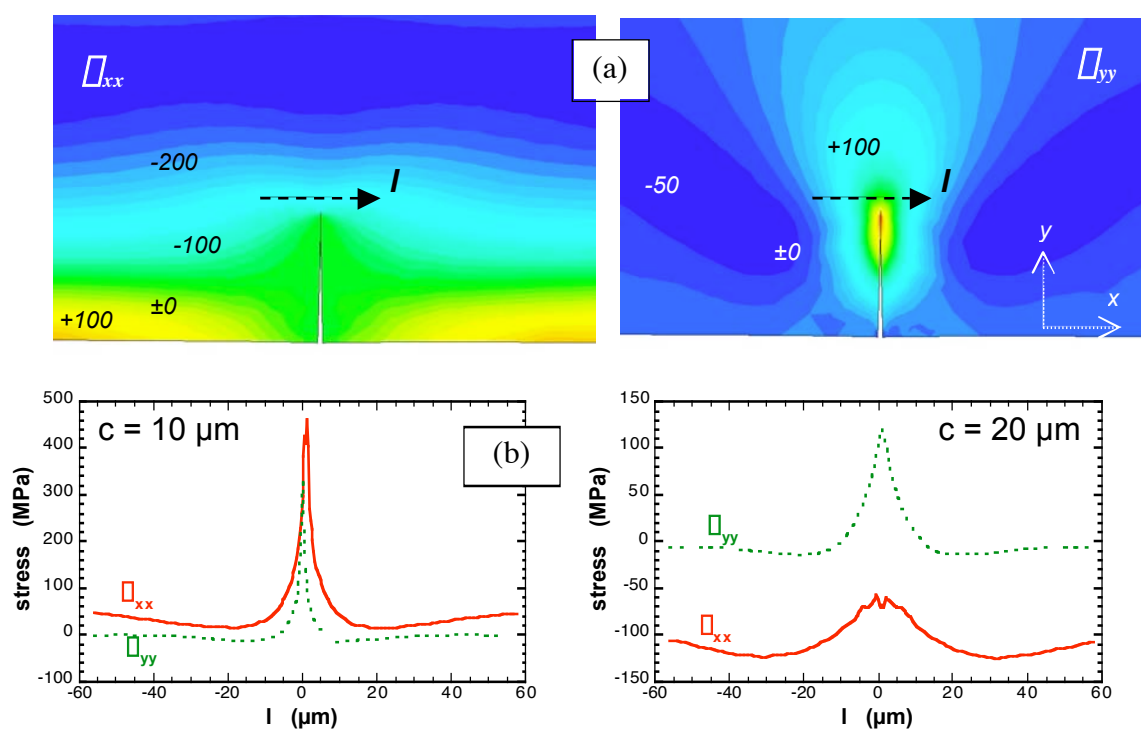
I risultati messi in evidenza dall'analisi frattografica possono essere utilizzati per comprendere più approfonditamente il comportamento meccanico dei vetri ESP. Un primo aspetto fondamentale riguarda la molteplicità di fessure che si sviluppano stabilmente prima della rottura finale. In base a tale osservazione il modello di Fig. 3 va sostituito con uno analogo nel quale siano contemporaneamente presenti più cricche tra loro parallele. Per un tale sistema il fattore di intensità degli sforzi dipende anche dal rapporto tra la distanza media fra le cricche e la loro profondità [6]. In pratica la presenza di più cricche rende più elastico il

Figura 5. Evoluzione del processo di frattura in funzione del carico applicato.



sistema e quindi lo preserva maggiormente dalla frattura. Tenuto conto dei valori sperimentali precedentemente misurati per la spaziatura e la profondità, il fattore di forma (β) nel caso in esame è circa pari a 1 anziché 1.12 (caso di cricca singola). Di conseguenza si quantifica un effetto schermante attorno al 10%. E proprio dello stesso ordine di grandezza è la differenza tra la resistenza a flessione misurata (452 MPa) e calcolata (407 MPa) sulla base delle curve di tenacità a frattura apparente.

Figura 6. Analisi numerica dello stato di sforzo nell'intorno di una fessura superficiale: (a) mappa degli sforzi (in MPa) σ_{xx} e σ_{yy} ($c = 10 \mu\text{m}$); (b) andamento degli sforzi σ_{xx} e σ_{yy} lungo la giacitura segnata per due diversi valori di c .



4. Conclusioni

L'analisi frattografica in situ di un vetro ESP ha evidenziato un fenomeno di danneggiamento e di frattura assai particolare. Ad un carico pari a circa il 30% della resistenza a flessione inizia a formarsi sulla superficie in trazione una serie di fessure che si propagano ortogonalmente allo sforzo applicato e in profondità nel materiale per alcuni micron. All'aumentare del carico cresce la densità delle cricche fino a quando, a circa l'80% del carico le fessure iniziano a propagarsi parallelamente alla superficie. Tale tipologia di frattura è strettamente legata alla distribuzione degli sforzi (residui e applicati dall'esterno) nel vetro ESP in flessione. La stessa è responsabile peraltro di un effetto schermante della superficie, rispetto al carico esterno applicato, che va ad aggiungersi a quello garantito dagli sforzi

residui, determinando una resistenza a flessione ancora più elevata di quella prevista teoricamente.

Ringraziamenti: si ringrazia il CNR per il contributo concesso a V.M.S. per un periodo di studio presso la Pennsylvania State University.

Bibliografia

- [1] V.M Sglavo, L. Larentis and D.J. Green, Flaw Insensitive Ion-Exchanged Glass: I, Theoretical Aspects, *J. Am. Ceram. Soc.*, vol.84, 10, 1827-1831.
- [2] V.M Sglavo and D.J. Green, Flaw Insensitive Ion-Exchanged Glass: II, Production and Mechanical Performance, *J. Am. Ceram. Soc.*, vol.84, 10, 1832-1838.
- [3] D. J. Green, R. Tandon and V. M. Sglavo, Crack Arrest and Multiple Cracking in Glass Using Designed Residual Stress Profiles”, *Science*, 283 (1999) 1295-97.
- [4] V. M. Sglavo and M. Bonafini, Design and Production of High Reliability Soda-Lime Silicate Glass, in *Ceramics - Processing, Reliability, Tribology and Wear*, Ed. by G. Müller, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2000, pp. 353-358.
- [5] B.R Lawn, *Fracture of brittle solids*, 2nd ed., Cambridge Univ. Press, 1993.
- [6] *Stress intensity factors handbook*, pp. 114-115, Pergamon Press, 1986.