

# INFLUENZA DELLE CONDIZIONI SUPERFICIALI SULLA RESISTENZA A FRATTURA DI VETRI RINFORZATI MEDIANTE TEMPRA CHIMICA

Chiara Camin e Vincenzo M. Sglavo

*Dipartimento di Ingegneria dei Materiali, Università degli Studi di Trento*

*Via Mesiano 77 - 38050 Trento*

## Sommario

In questo lavoro sono state studiate le condizioni per ottenere vetri "rinforzati" la cui resistenza meccanica risulti elevata e indipendente dalla distribuzione statistica dei difetti. Al fine di favorire la crescita stabile delle fessure prima che raggiungano la dimensione critica è stato creato sulla superficie dei campioni uno sforzo residuo di compressione. Tale risultato si è ottenuto tramite un mirato processo di tempra chimica in  $KNO_3$  e  $NaNO_3$ . Sono stati utilizzati campioni in vetro alluminosilicato successivamente testati mediante flessione in quattro punti. Le analisi sperimentali hanno evidenziato la crescita stabile dei difetti e una limitata dispersione della resistenza a frattura.

## *Abstract*

*In this work, the effect of a residual stress field having a compressive maximum away from the sample surface on strength variability is studied by a fracture mechanics approach. The ultimate aim of the works is the production of a surface flaw-insensitive glass. Peculiar features for a residual stress profile which is able to stabilize surface defect propagation are furnished. Aluminosilicate glass bars were subjected to a double ion-exchange treatment in  $KNO_3$  and  $NaNO_3$  in order to produce the desired stress profile. Evident stable growth was observed for surface flaws and limited strength variability was measured by four point bending tests.*

## 1. Introduzione

Il vetro ha un comportamento a frattura di tipo fragile e quindi la sua resistenza meccanica è fortemente dipendente dalla dimensione dei difetti che sono la causa della frattura, nonostante, dal punto di vista teorico, la resistenza a rottura intrinseca sia superiore a quella di tutte le leghe metalliche. A causa della totale assenza di deformazione plastica precedente la frattura la concentrazione degli sforzi all'apice dei difetti non può essere ridistribuita sul resto del campione e, al crescere del carico applicato, la frattura si verifica senza preavviso e lo sforzo ad essa associato varia statisticamente così come sono distribuiti i difetti all'interno del materiale.

Un materiale per essere utilizzato in campo strutturale deve soddisfare innanzitutto due caratteristiche:

1. avere un'elevata resistenza meccanica;
2. il valore di questa deve essere affidabile ovvero la dispersione dei dati deve risultare limitata.

Un materiale fragile qual è il vetro può essere utilizzato solo sfruttando una piccola percentuale della sua resistenza, essendo questa assai variabile attorno a un valore medio.

Da quanto detto si comprende come le regole di progettazione per un materiale di questo tipo non possano essere quelle classiche basate sul confronto tra sollecitazione applicata e sollecitazione ammissibile. La progettazione deve essere basata su criteri statistici che correlano l'entità della sollecitazione alla probabilità di cedimento del componente considerato [1,2]. Nell'ottica di utilizzare il vetro in applicazioni strutturali si devono cercare le condizioni per ridurre la dispersione dei valori della resistenza a frattura, strettamente legata alla distribuzione statistica dei difetti presenti nel materiale.

In questo lavoro sono analizzate le condizioni ottimali per promuovere una crescita stabile dei difetti superficiali, in modo da ottenere una resistenza a frattura il più possibile indipendente dalla dimensione iniziale del difetto. Viene inoltre definita una procedura per produrre un vetro caratterizzato da una resistenza elevata e poco dispersa.

## 2. Procedura sperimentale

In questo lavoro sono state considerate barrette di vetro alluminosilicato di dimensioni nominali pari a 2 mm x 5 mm x 50 mm. I campioni sono stati inizialmente smussati sui fianchi con carta diamantata di diversa granulometria (45  $\mu$  m e 9  $\mu$  m) per ridurre la dimensione dei difetti. In questo modo si sono ottenute barrette con difetti di dimensione controllata creati prima del processo di tempra. Le barrette sono state quindi ricotte a 580 °C per 24 h allo scopo di rimuovere qualsiasi tensione residua dovuta al processo di produzione o di lucidatura. Ad un certo numero di campioni sono stati lucidati gli spigoli dopo il processo di tempra tramite panni con pasta diamantata ( da 45  $\mu$  m fino a 3  $\mu$  m ) per poter creare difetti di dimensione controllata dopo il processo stesso.

Per generare un profilo di sforzo di compressione che presentasse un massimo ad una certa profondità dalla superficie si è scelto un processo di tempra chimica [3] realizzato in due fasi successive in soluzioni di  $\text{KNO}_3$  e  $\text{NaNO}_3$ . La scelta del processo di tempra in due fasi non è stata casuale. Sono state testate barrette sottoposte solo a tempra in  $\text{KNO}_3$  e, seppur si sia ottenuta una resistenza media a frattura maggiore, non è stata riscontrata propagazione stabile dei difetti per nessuna dimensione presa in esame. Questo ha portato alla conclusione che, ai fini degli obiettivi da raggiungere, fosse indispensabile un processo di tempra doppia.

I campioni prodotti secondo le modalità suddette sono stati sottoposti a prove di flessione in quattro punti. Le distanze tra gli afferraggi sono state rispettivamente pari a 40 mm e 20 mm e la velocità di spostamento della traversa uguale a 10 mm/min. Una parte dei campioni è stata portata a rottura in ambiente inerte (olio silconico) dopo aver posto in stufa le barrette a una temperatura di 140 °C al fine di eliminare ogni traccia di acqua sulla superficie. Una seconda parte di barrette è stata invece testata in acqua distillata; questo per analizzare il comportamento dei campioni in presenza di fatica [2,6]. Le prove così condotte hanno permesso di valutare il valore della resistenza a frattura e di osservare la formazione di fessure sulla superficie in trazione.

I campioni sono stati anche caratterizzati dal punto di vista del profilo degli sforzi residui introdotto mediante tempra chimica. Il metodo utilizzato è stato quello della progressiva rimozione degli strati tensionati e della successiva misura delle variazioni dimensionali.

Asportando spessori via via crescenti (da 4 μ m a 60 μ m) tramite attacco chimico con soluzione acquosa di HF, la barretta subisce una variazione della sua curvatura, dovuta all'alterazione asimmetrica del profilo degli sforzi. Sfruttando la relazione che lega tale variazione allo sforzo impresso nel campione, si è riusciti a ricostruire il profilo dello sforzo definito da:

$$\alpha(t) = \frac{EJ}{t} \frac{d\varphi}{dt} \quad (1)$$

dove  $t$  è lo spessore del campione dopo l'attacco con HF,  $J$  è il momento d'inerzia della barretta,  $E$  è il modulo elastico e  $\varphi$  è la curvatura.

#### 4. Risultati e discussione

Il campo di sforzo residuo generato mediante il processo di tempra chimica nella zona superficiale dei campioni è riportato in Fig. 1 [4]. E' evidente un massimo di circa 240 MPa a una profondità di  $\approx 35 \mu m$ . Ad un profilo di questo tipo è associata una curva della tenacità a frattura quale quella raffigurata in Fig. 2 [4]. L'andamento della tenacità a frattura apparente è stato calcolato attraverso la relazione [6,8] :

$$K_C^*(c) = K_C - 2\sqrt{\frac{c}{\pi}} \int_0^c \sigma_R(x) g(x) = K_C - K_R(c) \quad (2)$$

dove  $K_C = 0.7 \text{ MPa m}^{0.5}$  è la tenacità del vetro tal quale [5],  $K_R$  è il fattore di intensità degli sforzi relativo al campo di sforzo residuo,  $c$  la dimensione del difetto e  $g(x) = (c^2 - x^2)^{-0.5}$  la funzione di Green associata alla geometria dei campioni [6].

Un andamento di  $K_C^*$  come quello mostrato in Fig. 2 consente la propagazione stabile di difetti di

dimensioni contenute nell'intervallo  $3 \mu\text{m} - 50 \mu\text{m}$ . La crescita stabile delle fessure è stata osservata sperimentalmente tramite prove di flessione in quattro punti interrotte prima della rottura catastrofica dei campioni. Le fessure risultavano formarsi sulla superficie in trazione del campione attorno ai  $320 \text{ MPa}$  e, all'aumentare del carico applicato, si propagavano lungo la superficie fino alla rottura del campione stesso. In Fig. 3 si possono osservare le cricche formate a un carico di  $450 \text{ N}$  sulla superficie di un campione temprato per  $120 \text{ h}$ . Sono state testate barrette con diversa finitura superficiale ( $9 \mu\text{m}$  e  $45 \mu\text{m}$ ) e in entrambi i casi, si è verificata la propagazione stabile dei difetti creati prima del processo di tempra mentre, nel caso di difetti creati dopo, i campioni si sono rotti senza propagazione stabile e a un carico leggermente maggiore. Quest'ultima osservazione ha portato a pensare che, nel secondo caso, i difetti impressi in realtà siano di dimensione minore di quella ipotizzata. Il processo di tempra quindi, oltre a stabilizzare difetti preesistenti, limita la formazione di nuove fessure. E' importante osservare che il diagramma di Fig. 2 permette di calcolare, in corrispondenza di  $K_{max}^*$ , una resistenza a frattura pari a  $476 \text{ MPa}$  per campioni con difetti nell'intervallo  $3 \mu\text{m} - 50 \mu\text{m}$  in accordo con i valori di resistenza a frattura ottenuti tramite prove di flessione in quattro punti riportati in Tabella 1.

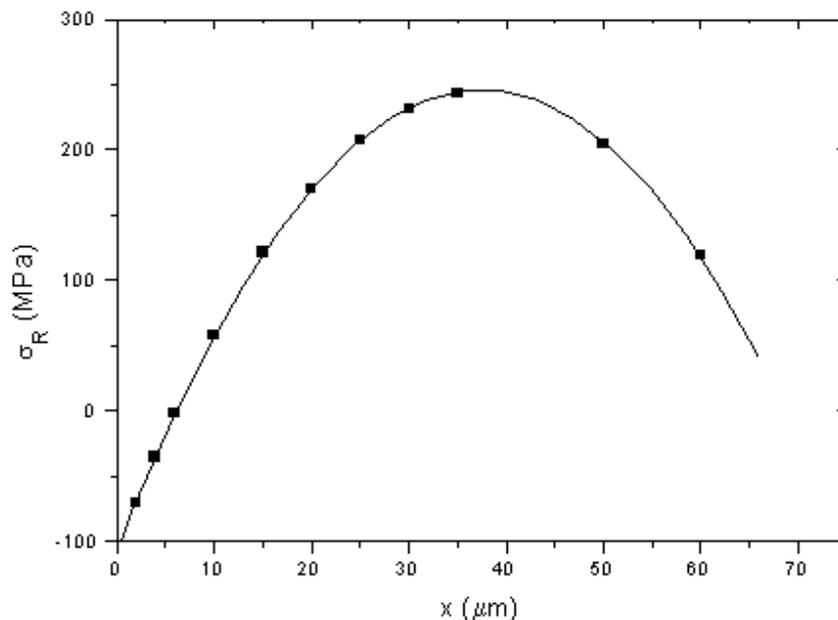


Figura 1. Profilo degli sforzi residui all'interno dei campioni temprati per 120 h.

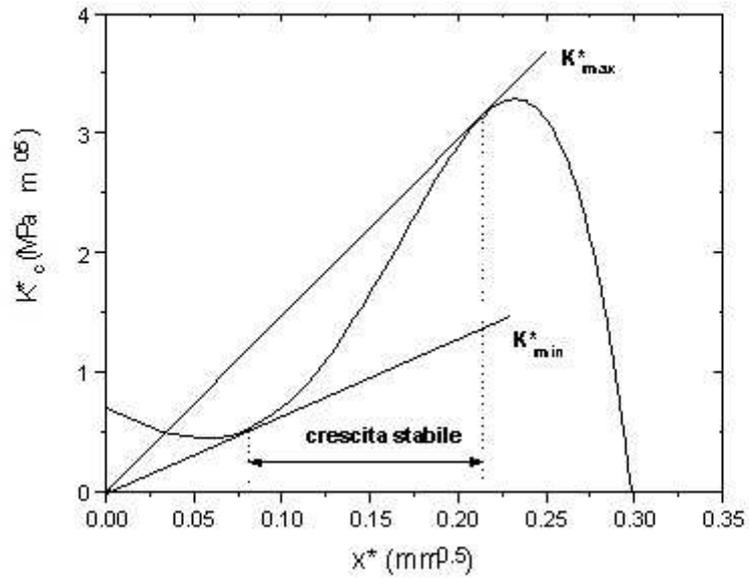


Figura 2. Curva della tenacità a frattura apparente calcolata dall'andamento di  $\sigma_R$  (Fig. 1).

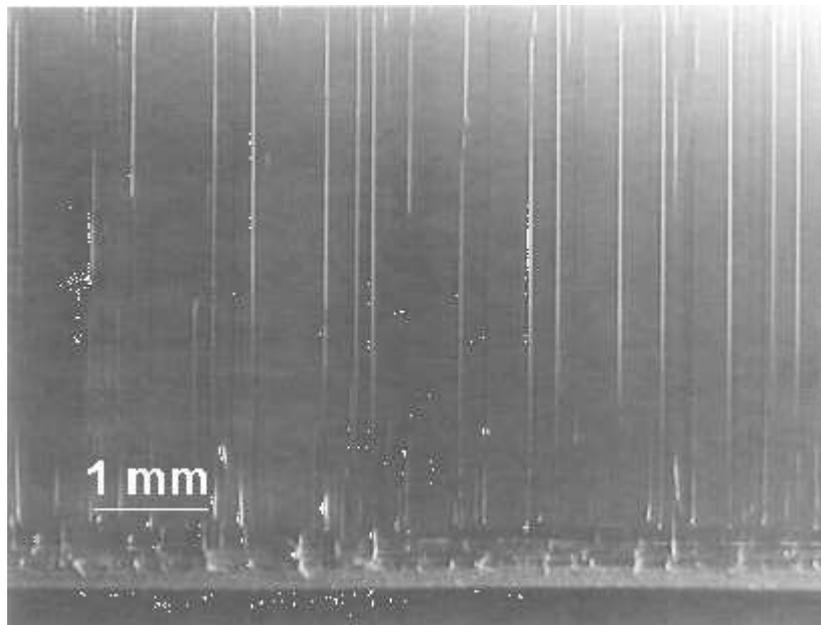


Figura 3. Cricche formate sulla superficie di un campione temprato per 120 h nel corso di una prova di flessione in quattro punti fino a un carico di 450 N.

Il processo di tempra chimica é influenzato da due parametri di controllo: il tempo e la temperatura. Agendo su tali parametri si può variare la cinetica della reazione di scambio ionico e questo può portare a una variazione del profilo di sforzo generato. Tenendo conto di ciò, sono stati testati campioni sottoposti a processi di tempra doppia di diversa durata, mantenendo costante la temperatura. Si è preferito agire sul tempo anziché sulla temperatura, potendo considerare un range di valori più ampio. I campioni di vetro sono stati portati a rottura tramite flessione in quattro punti sia in acqua che in olio siliconico. Si sono ottenuti i risultati riportati in Tabella 1.

Tabella 1. Resistenza a frattura in diversi ambienti di campioni sottoposti a trattamenti di tempra diversi.

	<i>acqua distillata</i>	<i>olio siliconico</i>
vetro non temprato	107 ± 18 MPa	130 ± 23 MPa
temprato per 24 h	545 ± 47 MPa	557 ± 37 MPa
temprato per 120 h	578 ± 15 MPa	497 ± 23 MPa

Dai dati di Tab.1 si può notare un aumento sostanziale della resistenza a frattura del materiale sia in presenza di fatica statica che in ambiente inerte. La resistenza media è risultata quasi sei volte superiore rispetto a quella delle barrette tal quali. I risultati per i campioni temprati per 120 h risultano in buon accordo con le previsioni teoriche dedotte dal diagramma di Fig. 2.

Come è già stato accennato precedentemente, l'obiettivo del lavoro non è solo quello di ottenere un'elevata resistenza meccanica, ma anche di rendere tale valore affidabile ovvero ripetitivo entro un limitato intervallo di variabilità. A questo proposito, ai valori ottenuti dalle prove sperimentali è stata applicata la statistica di Weibull [ 1] per individuare la dispersione della resistenza a frattura. I risultati ottenuti sono riportati in Fig. 4 [4]. Il confronto tra le distribuzioni mostrate evidenzia oltre ad un'elevata resistenza dei campioni temprati un alto modulo di Weibull, corrispondente a una limitata dipendenza dalla distribuzione dei difetti superficiali. Si può notare come all'aumentare del tempo di tempra diminuisca la dispersione della resistenza del vetro temprato. Si vuol soprattutto sottolineare l'elevato modulo ( $m = 41$ ) ottenuto nel caso di 120 h di tempra, considerando che tale valore si riscontra in acciai e ghise per eccellenza materiali per applicazioni strutturali.

Osservando in dettaglio il diagramma di Weibull di Fig. 5 [4] si vede che la curva interpolante non può essere una semplice retta. Andamenti di questo genere sono dovuti alla presenza di diverse tipologie di difetti. In genere, con popolazioni di difetti diversi si possono avere distribuzioni di difetti concorrenti, esclusivi e parzialmente concorrenti. In questi casi la distribuzione non é lineare in un diagramma di Weibull, dovuta all'interazione delle singole probabilità di frattura [ 1] .

Nel caso del grafico ottenuto, si può supporre la presenza di due tipi di difetti: a crescita stabile gli uni, instabile gli altri. In questo modo si riesce a collegare l'andamento della curva di Weibull a quello della

tenacità a frattura di Figura 3. Prendendo in considerazione solo i campioni temprati per 120 h (Figura 5) possono essere individuate due zone distinte : la prima è caratterizzata da sforzo di rottura basso e modulo di Weibull elevato, la seconda da sforzo di rottura elevato e modulo di Weibull relativamente basso. Nel secondo caso ci si trova nella zona di crescita instabile e quindi la dispersione di  $\sigma_f$  aumenta, mentre il primo caso ricade nella zona di crescita stabile e la dispersione diminuisce.

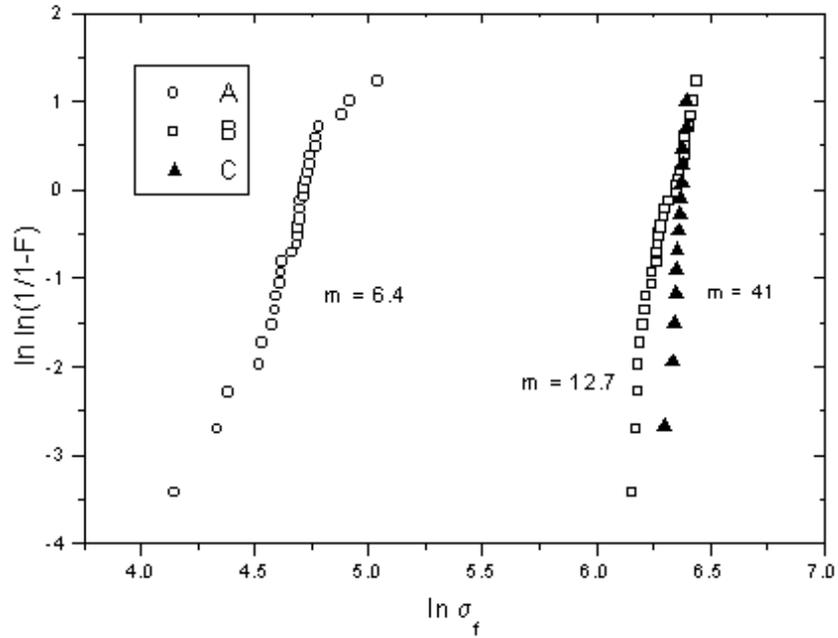
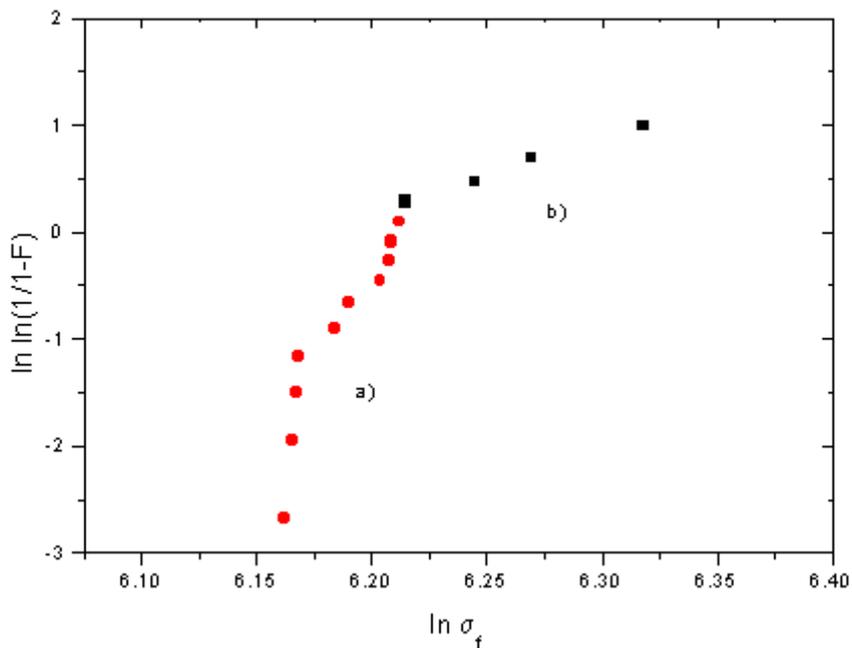


Figura 4. Distribuzione della resistenza misurata in acqua distillata di barrette tal quali (A), temprate per 24 h (B) e 120 h (C).  $F$  = probabilità di frattura,  $\sigma_f$  = resistenza a flessione,  $m$  = modulo di Weibull.



*Figura 5. Distribuzione della resistenza a frattura misurata in ambiente inerte di campioni temprati per 120 h : a) andamento influenzato dai difetti con crescita stabile  
b) andamento influenzato dai difetti propagati instabilmente.*

## 5. Conclusioni

In questo lavoro è stato effettuato uno studio al fine di determinare la possibilità di produrre un vetro ad elevata resistenza meccanica e affidabilità.

Attraverso prove di flessione su campioni sottoposti a un processo di doppia tempra chimica è stata evidenziata la crescita stabile dei difetti superficiali e una particolarmente limitata dispersione della resistenza meccanica la quale è risultata quasi sei volte superiore a quella del vetro tal quale.

## 6. Bibliografia

1. G.J. DeSalvo, Theory and Structural Design Application of Weibull Statistics, Whestinghous Electric Co. Report, Pittsburg, USA, 1970.
2. J.B. Watchman, Mechanical Properties of Ceramics, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
3. I.W. Donald, Methods for improving the mechanical properties of oxide glasses, J. Mater. Sc. 24 (1989) 4177-4208.
4. C. Camin, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Trento, 1997-98.
5. M. Ceschini, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Trento, 1997-98.
6. B. Lawn, Fracture of Brittle Solids, Cambridge University Press, UK, 1993.
7. V.M. Sglavo e L. Larentis, Vetri ad alta resistenza e affidabilità, atti del Convegno FAST "Materiali", Milano, 10-14 Novembre '97.
8. V.M. Sglavo, L. Larentis e C. Camin, Nuovi vetri per impieghi strutturali, atti del IV Convegno AIMAT, Cagliari, 7-11 Giugno '98.

[ [Precedente](#) ] [ [Successiva](#) ]

Versione HTML realizzata da

