

УДК 539.3

## Оцінка ступеня масштабного ефекту при індентуванні силікатних стекл технічного та оптичного призначення

**В.В. Хворостяний, М.А. Долгов, М.О. Цисар, В.Є. Бодунов, Р.С. Старинко**  
Інститут проблем міцності імені Г. С. Писаренка НАН України

***Анотація.** Визначення твердості при індентуванні знаходить широке застосування в науково-дослідних та виробничих роботах, що обумовлено такими його перевагами як зручність, доступність та ефективність методики. Проте величина твердості залежить від прикладеного навантаження або глибини проникнення індентора вглиб матеріалу. Це явище отримало назву масштабного або розмірного ефекту при індентуванні (ISE ефект). Задача визначення ступеня масштабного ефекту з можливістю його подальшого використання в розрахунках залишається актуальною і потребує уваги під час створення відповідальних елементів конструкцій. Кількісна оцінка ступеня масштабного ефекту при індентуванні силікатного скла технічного та оптичного призначення.*

*Експериментальний метод полягав у виконанні індентувань стандартним індентором Віккерса полірованих поверхонь зразків силікатного скла в мікро- та макродіапазонах прикладеного навантаження. Досліджені звичайне флоат-скло для технічних застосувань та оптичне скло тяжкий флінт ТФ-2. Реалізовано підхід використання емпіричних співвідношень для визначення параметру, що описує величину масштабного ефекту при індентуванні.*

*Для одержаних експериментальних даних побудовані залежності зміни величини твердості за Віккерсом HV в умовах збільшення застосованого навантаження, що демонструє прямий масштабний ефект, який призводить до зниження твердості на 25...50 %. Опис результатів досліджень за допомогою емпіричних співвідношень у вигляді рівнянь лінійної регресії дозволив отримати оцінку ступеня масштабного ефекту при індентуванні.*

*У випробуваннях на твердість за Віккерсом поверхонь зразків силікатного скла продемонстровано прояв масштабного ефекту. Його кількісна оцінка одержана з використанням методу регресійного аналізу під час обробки емпіричних даних. Наведено дані із літературних джерел, які свідчать, що оксидне скло з найбільшою пластичною деформативністю характеризується найбільшим ступенем масштабного ефекту.*

***Ключові слова:** силікатне скло; індентування; індентор Віккерса; твердість; масштабний (розмірний) ефект.*

**Вступ.** Матеріали, що належать до різних класів, такі як пластично-деформівні, квазікрихкі та з крихким характером руйнування, експериментально досліджують за допомогою індентаційних методів з використанням наконечників переважно стандартного виду. Широке розповсюдження визначення твердості при індентуванні обумовлено перевагами застосовуваних методик у порівнянні з іншими традиційними випробуваннями. Ці переваги полягають у зручності та доступності їх використання, достовірності отримуваних результатів та загальній ефективності. Знаходження твердості при індентуванні не потребує значних об'ємів матеріалу та зразків, тобто є достатньо мало матеріалоемним, а метод відноситься до неруйнівного контролю, прийнятним як для лабораторного застосування в науково-дослідних роботах, так і у промислово-виробничих умовах. За значеннями твердості можна визначати інші механічні характеристики матеріалів.

Проте при визначенні твердості матеріалу у випробуваннях на індентування стикаються з певними труднощами, пов'язаними передусім з непостійністю її значення. Також не існує універсальних положень чи встановлених рекомендацій для різних методик визначення твердості різними інденторами. Величина твердості залежить від прикладеного навантаження або глибини проникнення індентора вглиб матеріалу. Це явище отримало назву розмірного або масштабного ефекту і в англійській науковій літературі позначається як Indentation Size Effect (ISE effect). Частіше вживається поняття “розмірний ефект” при аналізі експериментальних даних, отриманих при індентуванні поверхонь зразків або елементів конструкцій, хоча ці два терміни за своєю суттю тотожні і в публікаціях є взаємозамінними (наприклад, в дослідженні [1] використовуються обидва терміни для опису одного і того ж

явища). Розрізняють більше десяти причин існування масштабного ефекту при індентуванні [2], основні з яких це вплив геометричної форми індентора, зовнішніх вібрацій, недосконалості вершини індентора, границь структурних елементів матеріалу, збільшення відносної похибки вимірювання розмірів відбитку. За переважною думкою більшості дослідників прояв масштабного ефекту викликаний градієнтом деформацій при індентуванні. З'ясування причин виникнення ISE ефекту та ступеня його прояву необхідне для наступного його врахування у розрахунках під час створення відповідальних елементів конструкцій. Метою наведеного дослідження є одержання кількісної оцінки ступеня масштабного ефекту при індентуванні силікатного скла технічного та оптичного призначення.

### **Методика досліджень та матеріали**

Випробування на індентування індентором Віккерса полірованих поверхонь зразків силікатних стекел технічного та оптичного призначення виконані з використанням автономного блоку CeramTest, що встановлювали на універсальну експериментальну установку типу ZD-4. В досліді дотримували переміщення навантажувальної траверси з постійною швидкістю 0,5 мм/хв. На предметному столику лабораторного обладнання був розташований затискуючий пристрій для кріплення зразка, завдяки якому досягалась жорстка його фіксація. У верхньому штоку блоку закріплювали робочий наконечник – стандартний алмазний індентор Віккерса, що має вигляд рівносторонньої чотиригранної піраміди з квадратною основою і з кутом при вершині між протилежними гранями  $\alpha = 136^\circ$ . Індентор виготовлений в Інституті надтвердих матеріалів імені В. М. Бакуля НАН України відповідно до вимог стандарту ГОСТ 9377-81 [3].

Експериментальні дослідження виконували згідно положень міжнародного нормативного документу ASTM C1327-15 (2019) [4], розробленого для широкого кола сучасних керамічних матеріалів. Випробування проводили в лабораторних умовах за нормальної температури навколишнього середовища ( $T = 20^\circ \text{C}$ ) та вологості  $\sim 50\%$ . Були застосовані різні рівні нормально прикладеного до поверхні зразка навантаження в широкому діапазоні значень від найменшого  $P = 1,81 \text{ Н}$  до найбільшого  $P = 105,9 \text{ Н}$ , тобто в мікро- та макродіапазоні. Витримка під навантаженням у досліді становила 15 с. Розміри діагоналей утворених відбитків індентувань вимірювали за допомогою оптичного мікроскопа Olympus BX51M (Японія) із збільшенням  $\times 50$ ,  $\times 100$  та  $\times 500$ , а також з використанням комп'ютерної програми QuickPHOTO Micro 2.3, що виключило можливі випадкові помилки та підвищило точність вимірювань до 1 мкм. Слід зазначити, що такі вимірювання здійснювали відразу після проведення самого експерименту на зразках із скла для уникнення похибок внаслідок локального розтріскування поблизу кутів відбитку залежно від часу. В дослідженні витримана рекомендація стандарту щодо мінімальної кількості випробувань, що складала від 5 до 10 одиниць.

Матеріалами даного експериментального вивчення слугували силікатні стекла технічного та оптичного призначення. В роботі досліджували звичайне вапняно-натрієве скло (soda-lime glass) та оптичне скло тяжкий флінт ТФ-2 (heavy flint SF5) українського виробництва. Використовували переважно зразки у вигляді паралелепіпедів розмірами 3,0 мм  $\times$  4,0 мм  $\times$  25...50 мм, контактні поверхні (грані) були плоскими та рівними без очевидних дефектів. Зразки були ретельно підготовлені за рахунок застосування операцій механічної обробки. Одержання якісних поверхонь досягали їх шліфуванням, а потім покроковим виконанням від грубого до чистішого полірування алмазними пастами з розміром зерна від 45 до 1 мкм для отримання стану дзеркального блиску. Поліровані зразки очищували ультразвуком в ацетоні впродовж 5 хвилин, промивали у спирті або воді, висушували декілька годин. Контроль стану поверхонь зразків виконували за допомогою оптичного мікроскопу.

Наведена робота є продовженням попередніх досліджень та використовує нові підходи під час аналізу експериментальних результатів, деяка частина з яких була раніше опрацьована в контексті визначення механічної поведінки крихких матеріалів в умовах локального навантаження та оприлюднена в наукових публікаціях, зокрема в [5]–[7].

### Результати та їх аналіз

Розрахунок твердості в мікро- та макродіапазонах навантаження полягає у визначенні відношення прикладеного навантаження до площі поверхні або проекції відбитку індентування. Під час проведення індентувань рівень застосованого навантаження задається дослідником, а вже потім безпосередньо виконуються вимірювання розмірів отриманого відбитку, які визначаються механічними властивостями матеріалу. При цьому спостерігається прояв масштабного ефекту механічної твердості, незважаючи на те, що форма відбитків зберігається при різних значеннях прикладеного до індентора навантаження. Класифікація експериментальних методів визначення твердості матеріалів на різних масштабних рівнях може бути більш обґрунтованою при врахуванні характеру зміни величини твердості у її функціональній залежності від навантаження або глибини відбитку, частки пружної та пластичної деформації, а також домінуючих мікромеханізмів [8].

Твердість при індентуванні  $HV$  визначали за наступною формулою [4]:

$$HV=1,8544 \cdot (P/d^2), \quad (1)$$

Для отримання твердості в МПа при обчисленні величину прикладеного навантаження  $P$  підставляли у Н, а діагоналі відбитку  $d$  – у мм.

За одержаними емпіричними даними побудовані залежності величини твердості  $HV$  від навантаження  $P$  (рис. 1), а саме показано, що масштабний ефект призводить до зниження твердості при збільшенні прикладеного навантаження. Має місце прямий масштабний (розмірний) ефект. Внаслідок його впливу значення твердості знижуються на 25...50 %. Можемо відзначити, що величина твердості при збільшенні застосованого навантаження наближається асимптотично до деякого постійного значення для кожного скла (з певними флуктуаціями (розкидом) для скла технічного). Основні відмінності спостерігали за низьких значеннях в області мікродіапазону навантаження.

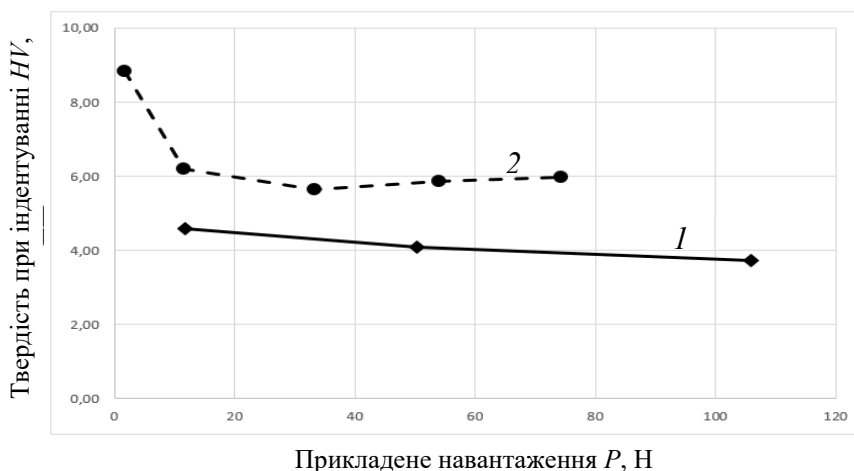


Рис. 1. Емпірична залежність твердості при індентуванні  $HV$  від величини прикладеного навантаження  $P$  до індентора для досліджуваних стекл: 1 – скло ТФ-2; 2 – скло технічне

Результати індентувань стекло алмазним індентором можуть бути оброблені для одержання кількісної оцінки масштабного ефекту. Для цього застосовано підхід запропонований Bernhardt E. O. в [9], який передбачає використання емпіричних співвідношень. Підгоночні параметри  $a_1$  та  $a_2$  емпіричного рівняння обчислені шляхом отримання найкращої відповідності експериментальних результатів цьому рівнянню простої лінійної регресії:

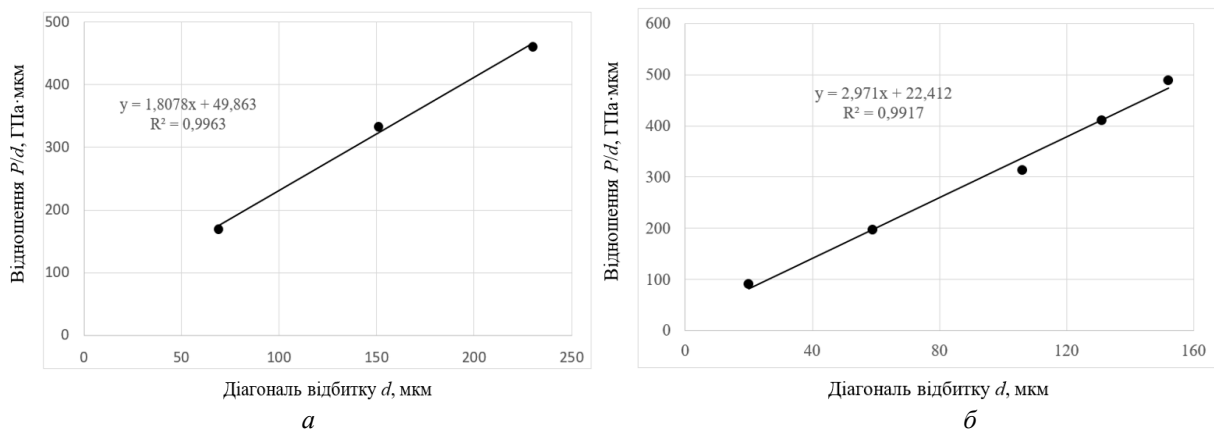
$$\frac{P}{d} = a_1 + a_2 d. \quad (2)$$

За цим виразом визначали дві константи  $H_\infty$  та  $a_{ISE}$ , що описують твердість при нескінченно високих значеннях навантаження та величину масштабного ефекту при індентуванні відповідно. Тому були побудовані діаграми з залежностями відношення прикладеного навантаження до діаметру відбитку індентування – діаметр відбитку індентування (рис. 2), з яких знаходили підгоночні параметри, що використовували для обчислення шуканих величин згідно формул (3) та (4).

$$a_{ISE} = 2 \cdot a_1 \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right), \quad (3)$$

$$H_\infty = 2 \cdot a_2 \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right), \quad (4)$$

Результати проведених обчислень зведено до табл. 1, до якої додано значення експериментально визначеної твердості стекло при застосуванні найбільших навантажень ( $P_{max}$  складало 105,9 Н та 74,4 Н відповідно). Відзначимо, що значення твердості  $HV(P_{max})$  та  $H_\infty$  близькі, тобто при таких зусиллях фактично досягається плато – та частина асимптотичної залежності твердості від навантаження, де безпосередньо величина твердості є інваріантною величиною.



**Рис. 2.** Діаграми залежності “відношення прикладеного навантаження до діаметру відбитку  $P/d$  – діаметр відбитку  $d$ ” для визначення параметрів рівняння лінійної регресії для досліджуваних стекло: *a* – оптичне скло ТФ-2; *б* – технічне скло

Реалізований експериментальний підхід дозволяє отримувати кількісну оцінку ступеня масштабного ефекту при індентуванні. В роботі [10] було показано, що оксидне скло, яке має найбільшу пластичну деформативність, також характеризується найбільшим ступенем ISE ефекту. Такий результат пояснювався утворенням смуг зсуву, викликаними вдавненням індентора. Стекла з високою пластичною деформативною здатністю мають структури, які легко сприймають прикладене навантаження стиску через зміну об’єму. Таким чином це скло

повинно мати більшу кількість смуг зсуву, що призводить до більшого значення коефіцієнту  $a_1$ , а відтак і параметра  $a_{ISE}$ . Величина твердості силікатного скла, визначена при індентуванні Віккерсом, співставна зі значенням границі текучості, вище якої спостерігається пластична деформація [11]. В таких дослідах в зоні під навантаженим індентором виникає локальна деформація зсуву, а результатом індентування є утворення на поверхні скла пластичного мікровідбитку. На сьогодні найбільш розповсюджена думка, що пояснює ефект пластичного деформування у склі, полягає у тому, що під напруженнями зароджуються та накопичуються маломасштабні дефекти (названі “зсувними трансформаціями”), які призводять до залишкових макроскопічних пластичних деформацій [12].

Таблиця 1

Результати математичної обробки даних та визначення емпіричних констант

Найменування скла	Константи рівняння лінійної регресії		Ступінь масштабного ефекту $a_{ISE}$ , ГПа·мкм	Твердість $H_{00}$ , ГПа	Твердість HV, ГПа (Pmax, H)
	$a_1$	$a_2$			
ТФ-2	49,863	1,8078	92,46	3,35	3,72 (105,9)
Технічне	22,412	2,9710	41,56	5,51	5,98 (74,4)

## Висновки

У випробуваннях на твердість за Віккерсом поверхонь зразків силікатного скла продемонстровано прояв масштабного ефекту. Його кількісна оцінка одержана з використанням методу регресійного аналізу під час обробки емпіричних даних. Наведено дані із літературних джерел, які свідчать, що оксидне скло з найбільшою пластичною деформативністю характеризується найбільшим ступенем масштабного ефекту.

## Список літератури

1. Матюнин В. М., Дубов А. А., Марченков А. Ю. Масштабный фактор при определении твердости металлических материалов / В. М. Матюнин, А. А. Дубов, А. Ю. Марченков // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2009. – Том 75. – №9. – С. 59–62.
2. Мощенко В. І., Мощенко В. В. Розмірний ефект у процесі вимірювання твердості за Віккерсом / В. І. Мощенко, В. В. Мощенко // Вісник ХНАДУ. – 2022. – Вип. 97. – С. 65–69.
3. Наконечники и бойки алмазные к приборам для измерения твердости металлов и сплавов. Технические условия. ГОСТ 9377-81. – М.: Издательство стандартов, 1987. – 11 с.
4. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. ASTM C1327-15 (2019). – ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019. – 10 p. – (International Standard).
5. Gogotsi G. A., Mudrik S. P. Glasses: New approach to fracture behavior analysis // J. Non-Crystal. Sol. 2010. 356. P. 1021–1026.
6. Гогоци Г. А., Галенко В. И., Мудрик С. П., Озерский Б. И., Хворостяный В. В., Христович Т. А. Разрушение стекла при краевом скальвании / Г. А. Гогоци, В. И. Галенко, С. П. Мудрик, Б. И. Озерский, В. В. Хворостяный, Т. А. Христович // Проблемы прочности. – 2007. – №6. – С. 103 – 112.
7. Хворостяный В. В. Оценка твердости керамических материалов при царапании поверхности образцов индентором Роквелла / В. В. Хворостяный // Сб. матер. науч. чтений им. чл.-кор. РАН И. А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов» (Москва, 6–7 сентября 2016 г.). Москва, 2016. – С. 136–137.
8. Golovin Yu. I. Nanoindentation and Mechanical Properties of Solids in Submicrovolumes, Thin Near-Surface Layers, and Films: A Review / Yu. I. Golovin // Physics of the Solid State. 2008. Vol. 50, No. 12. – P. 2205-2236.
9. Bernhardt E. O. Über die Mikrohärtte der Feststoffe im Grenzbereich des Kick'schen Ähnlichkeitssatzes / E. O. Bernhardt // International Journal of Materials Research. – 1941. – Vol. 33, No. 3. – P. 135 – 144.
10. Smedskjaer M. M. Indentation size effect and the plastic compressibility of glass / M. M. Smedskjaer // Applied Physics Letters. – 2014. – 104. – 251906. P. 1–3.

11. Сандитов Д. С., Сангадиев С. Ш., Сандитов Б. Д. Пластичность и вязкость стеклообразных материалов / Д. С. Сандитов, С. Ш. Сангадиев, Б. Д. Сандитов // Деформация и разрушение материалов. – 2013. № 3. С. 2–7.
12. Argon A. S. The physics of deformation and fracture of polymers. New York: Cambridge Univ. Press. 2013. 532 p.

## Evaluation of the indentation size effect of silicate glasses for industrial and optical purpose

V.V. Khvorostyani, M.A. Dolgov, M.O. Tsysar, V.E. Bodunov, R.S. Starinko

G. S. Pisarenko Institute for Problems of Strength National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

***Abstract.** Indentation hardness testing is widely used in research and industrial applications as a result of its advantages such as convenience, availability and efficiency. However, the hardness value depends on the applied loading or the penetration depth of the indenter into the material. This is known as the scale effect or indentation size effect (ISE effect). The problem of determining the level of the size effect with the possibility of its later use in estimates remains actual and requires consideration during the design of important structural elements.*

*Quantitative evaluation of the level of the scale effect during indentation of silicate glass for industrial and optical purposes.*

*The experimental technique consisted in performing indentations of polished surfaces of silicate glass specimens by a standard Vickers indenter in the micro- and macro-range of the applied loading. The conventional float glass for industrial applications and the heavy flint optical glass TF-2 were studied. The approach of using empirical relationships for determining the parameter describing the level of the indentation scale effect was done.*

*The relationships of changes in the Vickers hardness value HV under conditions of increasing the applied loading were derived for the obtained experimental data, indicating a direct scale effect that reduces the hardness by 25...50 %. A description of the research results using empirical relationships as linear regression equations allowed for estimating the level of the indentation scale effect.*

*The scale effect was demonstrated during Vickers hardness testing of the surfaces of silicate glass samples. Its quantitative evaluation was obtained using the regression analysis method after analysing the empirical data. Literature data shows that the oxide glass with the highest plastic deformability is characterised by the highest level of the scale effect.*

**Keywords:** silicate glass; indentation; Vickers indenter; hardness; size effect.