

ZPEVNŮVÁNÍ SKLA SIMAX VÝMĚNOU IONTŮ

MARTIN MARYŠKA

Společná laboratoř silikátů ČSAV a VŠCHT, Suchbátarova 5, 166 28 Praha 6

Došlo 13. 6. 1983

Byla sledována pevnost v ohybu trubic ze skla Simax před a po interakci s taveninou KNO_3 v rozmezí teplot 400—500 °C. Čas expozice se měnil od jedné do šesti hodin. Výměnou iontů v povrchové vrstvě ($\text{Na}^+ \rightleftharpoons \text{K}^+$) vznikne tlakové napětí a dojde ke zpevnění, které závisí na teplotě a době expozice. Na trubicích bylo dosaženo při optimálních podmínkách o 60 % vyšší pevnosti v ohybu.

ÚVOD

Zpevnňování skel výměnou iontů v povrchové vrstvě pod teplotou transformace se v praxi využívá u skel s vyšším obsahem alkálií (tabulové sklo ap.). Princip metody spočívá v tom, že alkalické ionty ve skle jsou nahrazeny ionty s větším iontovým poloměrem. Protože tato výměna probíhá pod teplotou transformace, nemůže se vzniklé tlakové napětí uvolnit viskózním tokem, a tak vzniká v povrchové vrstvě trvalé tlakové napětí. Při namáhání (tahovém, ohybovém) takto upraveného skla je pak třeba překonat toto tlakové napětí, než dojde k porušení skla.

Zpevnňováním skla Simax výměnou iontů Na^+ ze skla za ionty K^+ z taveniny KNO_3 se zabýval V. Novotný [1]. Jako vzorky používal destičky ze skla Simax o rozměru $80 \times 80 \times 6$ mm. Teplota lázně byla měněna v rozmezí 450—500 °C a doba zpracování se pohybovala od 3 do 16 hodin. Při měření pevnosti v ohybu byla použita metoda zatěžování vzorku dvěma soustřednými kruhovými břity nestejného průměru (20 a 40 mm). Rychlost zatěžování byla 70 ± 7 MPa/min. Maximální zpevnění bylo dosaženo při teplotě 450 °C a čase 16 hodin, kdy bylo dosaženo pevnosti o 70 % vyšší než u původních vzorků.

V předložené práci je sledována výměna $\text{Na}^+ \rightleftharpoons \text{K}^+$ z taveniny KNO_3 do trubic ze skla Simax a následné zpevnění těchto trubic v rozmezí teplot 400—500 °C a v časech 1 až 6 hodin.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část byla prováděna na trubicích ze skla Simax (vnější průměr se pohyboval od 11,8 do 12,25 mm a vnitřní průměr od 9,1 do 9,45 mm) dodaných Sklárnami Kavalier, k. p. Sklo Union závodem Aparatury. Chemické složení skla Simax v hmotnostních % je podle [1]: 80,4 SiO_2 ; 13 B_2O_3 ; 2,4 Al_2O_3 ; 3,6 Na_2O ; 0,4 K_2O ; 0,06 CaO ; 0,04 MgO . Před vlastní expozicí byly trubice omyty zředěným roztokem saponátu, dále ethylalkoholem a osušeny.

Z takto upravených trubic byly nařezány vzorky o délce cca 170 mm a ty byly umístěny do taveniny KNO_3 , vytemperované na zvolenou teplotu. Teplota byla udržována s přesností ± 2 °C. V lázni bylo exponováno najednou vždy 10 trubic a objem taveniny byl 3 litry. Tavenina byla vyměňována vždy po naexponování padesáti trubic. Po uplynutí stanovené doby byly vzorky vyjmuty, na vzduchu ochlazeny, omyty a osušeny.

Pevnost vzorků v ohybu byla měřena metodou tříbodového zatěžování na zkušebním zařízení firmy VEB Thüringer Industriewerk Rauenstein s typovým

označením 2143. Vzdálenost podpor byl volena v souladu s [2] a činila 150 mm. Pak má být zaručeno, že nedojde k proražení trubice, ale k jejímu námáhání ohybem. Rychlost zatěžování byla v souladu s ČSN 64 0123 (asi 1/20 očekávané hodnoty pevnosti v ohybu) a pohybovala se těsně kolem hodnoty 3,3 MPa . s⁻¹. Aby bylo možné porovnávat naměřené hodnoty, byla tato rychlost zatěžování použita pro všechny vzorky (upravené i neupravené).

U vzorků bylo kromě pevnosti měřeno i tlakové napětí v povrchové vrstvě (σ_v) a tloušťka této povrchové vrstvy (x). Při těchto měřeních byla využita ta skutečnost, že při mechanickém nebo tepelném námáhání se původně izotropní sklo stává anizotropním a při průchodu polarizovaného světla tímto vzorkem vzniká dvojlom. Velikost tohoto dvojlomu je přímo úměrná působícímu napětí σ

$$D = B\sigma, \quad (1)$$

kde D je dvojlom,

B je fotoelastická konstanta (pro Simax 3,6 . 10⁻¹³ m² . N⁻¹),
 σ je působící napětí [N . m⁻²].

Dvojlom (vztažený na jednotku tloušťky vzorku) můžeme vyjádřit pomocí dráhového rozdílu řádného a mimořádného paprsku

$$D = \frac{\Delta}{\vartheta}, \quad (2)$$

kde Δ je dráhový rozdíl [m],

ϑ je tloušťka vzorku [m].

Pak pro napětí ve vrstvě tloušťky ϑ obdržíme vztah

$$\sigma_v = \frac{\Delta}{\vartheta B}, \quad (3)$$

kde symboly mají stejný význam, jak je uvedeno výše. Vzorky pro měření byly připraveny tak, že z naexponované trubice (pro tento účel byly exponovány zvlášť) byla vyříznuta střední část a z ní tři kroužky tloušťky asi 3 až 5 mm, které byly zbrušeny na tloušťku 0,3 mm [3] (pomocí volného brusiva — SiC s velikostí zrna 15–20 μ m). Dále byly opláchnuty v toluenu a vodě a umístěny do imerzní kapaliny, kterou byl parafinový olej. Měření byla prováděna v polarizačním mikroskopu kompenzační metodou pomocí křemenného klínu. Z každého exponovaného vzorku byly měřeny 3 kroužky a byla použita střední hodnota z těchto tří měření. Tloušťka vzorku v místě měření byla určována pomocí úchylkoměru s dělením po 0,001 mm. Tloušťka tlakové vrstvy byla určována pomocí stupnice v okuláru, která byla oceňována standardem firmy Reichert Wien; 1 dílek v okuláru odpovídal při daném uspořádání (objektiv P 10, okulár H 8×10) vzdálenosti 5 μ m. Odečítat tloušťku vrstvy bylo možné s přesností ± 1 μ m. Tlakové napětí bylo možné určovat až od napětí 4 MPa výše. Menší napětí nevykazovalo v daném uspořádání dostatečný dvojlom, a tedy se ani nedalo odlišit od okolí.

VÝSLEDKY A DISKUSE

Pevnost vzorků byla sledována na souborech dvaceti trubic. Naměřené hodnoty byly zpracovány statistickými metodami pro normální rozdělení. Při výpočtech byly použity vztahy [4]:

$$\bar{\sigma}_p = \frac{\sum_i \sigma_{p_i}}{N}, \quad (4)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_i \left(\sigma_{p_i} - \frac{\sum_i \sigma_{p_i}}{N} \right)^2}{N-1}}, \quad (5)$$

$$S_x = \frac{S}{\sqrt{N}}, \quad (6)$$

kde $\bar{\sigma}_p$ je střední hodnota pevnosti v ohybu [Pa],

σ_{p_i} je pevnost i -tého vzorku souboru [Pa],

N je počet hodnot pevností v soboru ($N = 20$),

S je střední kvadratická odchylka [Pa],

S^2 je rozptyl [Pa²],

S_x je střední kvadratická odchylka průměru [Pa].

Pro původní vzorky jsou tyto symboly rozšířeny o index „o“. Podle [4] lze porovnávat obyčejné střední chyby η , pro které platí v normálním rozdělení

$$\eta = \frac{\sum_i \left| \sigma_{p_i} - \frac{\sum_i \sigma_{p_i}}{N} \right|}{\sqrt{N(N-1)}}, \quad (7)$$

a střední kvadratické odchylky, dané vztahem (5). Tímto porovnáním lze zjistit, zda jde o normální rozdělení naměřených hodnot. Mezi těmito veličinami je totiž při normálním rozdělení následující vztah

$$\eta = 0,7979S. \quad (8)$$

Jestliže určíme hodnotu S ze vztahu (5), má být shodná s hodnotou S získanou ze vztahů (7) a (8), nebo se nemají podstatně odlišovat, přičemž rozdíl hodnot, rovnající se deseti procentům z vyšší hodnoty, je považován za dostačující pro tvrzení, že jde o normální rozdělení.

Další kontrola typu rozdělení byla prováděna pomocí pravděpodobnostního papíru pro normální rozdělení. Naměřené hodnoty pevností v ohybu byly vyneseny na tento papír a jestliže jimi bylo možno proložit přímkou, šlo o normální rozdělení [5].

Při vyhodnocování naměřených hodnot pevností v ohybu bylo pro vyjádření zvýšení pevnosti použito výrazu zpevnění (Z), které je definováno vztahem

$$Z = \frac{\bar{\sigma}_p}{\bar{\sigma}_{p_0}}. \quad (9)$$

Symboly mají stejný význam jako v předešlém textu. Vlastní hodnoty pevností v ohybu byly vypočítány podle vztahu

$$\sigma_{p_i} = \frac{8FD}{\pi(D^4 - d^4)}, \quad (10)$$

kteřý platí pro trubice při tříbodovém zatěžování. Zde

F je zatěžovací síla [N],

- l je vzdálenost podpor [m],
 D je vnější průměr trubice [m],
 d je vnitřní průměr trubice [m],
 σ_p je pevnost v ohybu i -té trubice.

Hodnoty naměřené a vypočítané z výše uvedených vztahů při měření pevnosti v ohybu původních trubic jsou uvedeny v tabulce I. Čísla uvedená v této a dalších tabulkách jsou zaokrouhlená.

Tabulka I
Rozměry a pevnosti v ohybu původních (neupravených) trubic

Vnější průměr (mm)	Vnitřní průměr (mm)	Pevnost σ_{p0} (MPa)
11,95	9,3	64,5
12,1	9,25	77,5
12,25	9,45	66,7
12,0	9,35	66,6
12,15	9,3	82,9
12,0	9,25	69,6
12,1	9,2	83,4
11,8	9,15	59,7
12,2	9,3	79,0
12,1	9,35	90,4
12,25	9,2	74,1
12,1	9,2	70,4
12,0	9,2	77,3
11,85	9,1	61,9
12,05	9,25	77,8
11,9	9,1	63,6
12,0	9,35	62,8
12,1	9,35	82,2
12,0	9,25	76,3
11,95	9,2	73,3
		$\bar{\sigma}_{p0} = 72,9$ (MPa)
		$S_0 = 8,8$ (MPa)
		$S_0^2 = 76,6$ (MPa ²)
		$S_{x0} = 3,6$ (MPa)

Protože pro měření byly používány trubice z jedné dodávky, nebudou v dalších tabulkách výsledků pro přehlednost uváděny vnitřní a vnější průměry trubic. Hodnoty uvedené v tabulkách II–VI jsou průměrné hodnoty získané výše uvedenými postupy. Symbolem σ_v je označeno napětí ve vrstvě naměřené v optickém mikroskopu a symbolem S_z je označena střední kvadratická odchylka

Tabulka II
Pevnost v ohybu, tloušťka tlakové vrstvy a napětí v tlakové vrstvě trubic ze skla Simax (400 °C)

Čas (h)	$\bar{\sigma}_p$ (MPa)	S (MPa)	S^2 (MPa ²)	S_x (MPa)	Z	S_z	x (μ m)	σ_v (MPa)
1	92,1	13,2	174,3	3,0	1,26	0,24	2	39,3
2	95,7	12,8	163,0	2,9	1,31	0,24	3	51
3	105,6	16,5	273,0	3,7	1,45	0,29	4	50
4	96,0	13,0	179,0	2,9	1,32	0,24	5	60
5	89,8	9,1	83,3	2,0	1,23	0,19	6	60
6	100,0	15,3	234,2	3,4	1,37	0,27	7	61

Tabulka III

Pevnost v ohybu, tloušťka tlakové vrstvy a napětí v tlakové vrstvě trubic ze skla Simax (425 °C)

Čas (h)	$\bar{\sigma}_p$ (MPa)	S (MPa)	S^2 (MPa ²)	$S_{\bar{x}}$ (MPa)	Z	S_z	x (μm)	σ_v (MPa)
1	85,3	11,1	123,9	2,5	1,17	0,21	3	49
2	104,1	19,2	369,6	4,3	1,43	0,32	5	75
3	89,8	9,8	96,7	2,2	1,23	0,2	7	76
4	90,1	15,9	252,6	3,6	1,24	0,26	7	78,7
5	83,3	9,1	83,1	2,0	1,14	0,19	9	76,7
6	88,2	12,2	147,6	2,7	1,21	0,22	10	70

Tabulka IV

Pevnost v ohybu, tloušťka tlakové vrstvy a napětí v tlakové vrstvě trubic ze skla Simax (450 °C)

Čas (h)	$\bar{\sigma}_p$ (MPa)	S (MPa)	S^2 (MPa ²)	$S_{\bar{x}}$ (MPa)	Z	S_z	x (μm)	σ_v (MPa)
1	102,7	16,6	274,2	3,7	1,41	0,28	4	75
2	96,8	12,2	148,4	2,7	1,33	0,23	5	76
3	96,6	15,3	226,6	3,4	1,33	0,26	7	75
4	82,8	7,0	48,4	1,6	1,14	0,17	8	70
5	81,3	7,7	58,8	1,7	1,12	0,17	10	70
6	84,7	10,8	116,3	2,4	1,16	0,20	12	77

Tabulka V

Pevnost v ohybu, tloušťka tlakové vrstvy a napětí v tlakové vrstvě trubic ze skla Simax (475 °C)

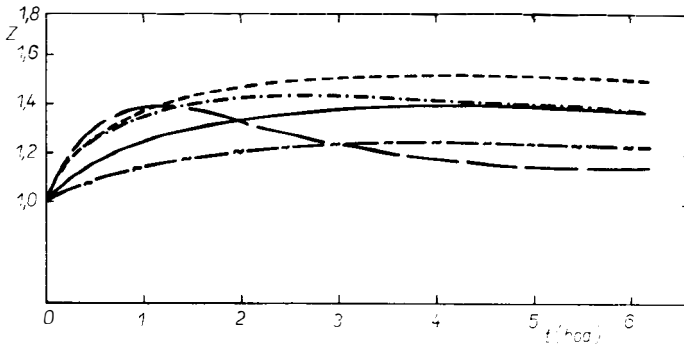
Čas (h)	$\bar{\sigma}_p$ (MPa)	S (MPa)	S^2 (MPa ²)	$S_{\bar{x}}$ (MPa)	Z	S_z	x (μm)	σ_v (MPa)
1	101,5	17,5	305,3	3,9	1,39	0,29	5	55
2	103,6	19,5	379,5	4,4	1,42	0,32	8	89,9
3	115,9	14,9	222,5	3,3	1,59	0,28	9	85
4	108,2	19,9	396,0	4,5	1,48	0,33	11	62
5	107,5	16,9	285,0	3,8	1,48	0,29	12	55
6	107,0	19,7	387,2	4,4	1,47	0,32	15	51

zpevnění Z . Z experimentálně naměřených hodnot je vidět, že nelze touto cestou dosáhnout hodnoty zpevnění vyšších než 60 %. Protože ani naměřená tloušťka tlakové difúzní vrstvy nepřesahuje 15 μm , není metoda vhodná pro praktické použití (pro praktické použití se vyžaduje tloušťka tlakové difúzní vrstvy na povrchu výrobku 50–100 μm [6]). U časových závislostí se projevil nárůst zpevnění s teplotou (viz obr. 1) pro 475 °C a pro 500 °C. Tento jev zřejmě souvisí s hloubkou povrchových trhlin na vzorcích. Tuto hloubku lze určit z hodnot pevností v ohybu

Tabulka VI

Pevnost v ohybu, tloušťka tlakové vrstvy
a napětí v tlakové vrstvě trubíc ze skla Simax (500 °C)

Čas (h)	σ_p (MPa)	S (MPa)	S^2 (MP ² a)	$S_{\bar{z}}$ (MPa)	Z	S_z	x (μm)	σ_v (MPa)
1	101,0	16,6	274,9	3,7	1,39	0,28	5	54
2	101,2	17,4	301,6	3,9	1,39	0,29	8	43
3	104,5	13,6	183,5	3,0	1,43	0,25	11	33
4	105,4	10,1	101,5	2,3	1,45	0,22	13	28
5	97,5	17,7	314,5	4,0	1,34	0,30	14	25
6	99,2	11,6	134,1	2,6	1,36	0,23	15	23



Obr. 1. Závislost zpevnění exponovaných trubíc na čase;

— 400 °C, - - - 425 °C, — · — 450 °C,
· · · · · 475 °C, - - - - - 500 °C.

původních (neupravených) trubíc [7]. V lomové mechanice [7] se využívá faktor intenzity napětí K_I , což je konstanta, která charakterizuje rozměry a tvar tělesa i trhliny, způsob a velikost zatížení. Pro případ namáhání tělesa v ohybu je tato konstanta dána vztahem (pro rýhy)

$$K_I = 1,12\sigma_0 \sqrt{\pi a}, \quad (11)$$

pro $a \ll b$,

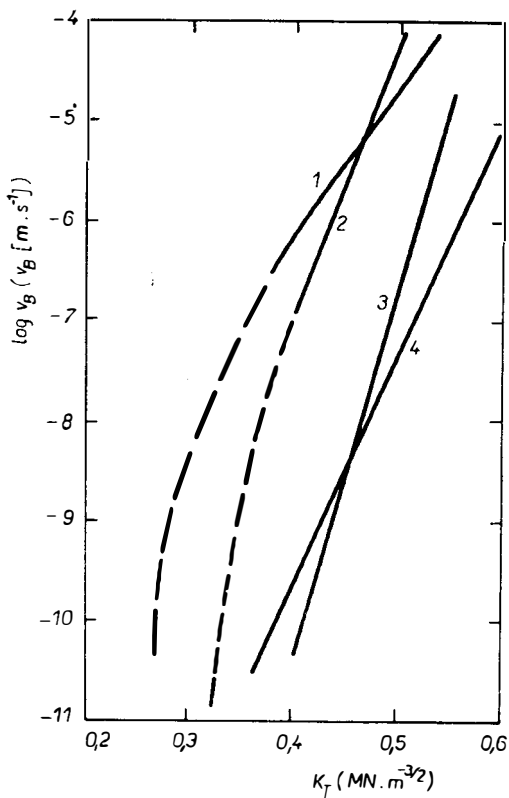
kde σ_0 je působící maximální ohybové napětí [Pa],

a je hloubka trhliny od povrchu [m],

b je tloušťka vzorku [m].

Povrchová trhlina roste tehdy, jestliže faktor intenzity napětí dosáhne určité kritické hodnoty K_{IC} . Kerkhof [8] doporučuje považovat za kritickou hodnotu K_{IC} takovou, kdy se trhlina šíří rychlostí $0,1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Naproti tomu Wiederhorn [9] považuje za kritickou takovou hodnotu, kdy se trhlina šíří rychlostí $0,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Hodnoty K_{IC} se v obou případech nacházejí zhruba v rozmezí $0,6 - 1,0 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ [7]. Měřením rychlosti šíření trhliny v závislosti na faktoru intenzity napětí pro boritokřemičité sklo typu Pyrex se zabývali Wiederhorn a Bolz [10]. Tato měření prováděli ve vodě při 25 °C. Podle údajů z literatury [7] se hodnoty K_I mění po-

měrně málo v závislosti na relativní vlhkosti vzduchu (změna ze 100 % na 25 % odpovídá vzrůstu K_I asi o $0,1 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$). Jestliže extrapolujeme výsledky Wiederhorna a Bolze pro sklo Pyrex na kritickou hodnotu rychlosti šíření trhliny $0,1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, získáme kritickou hodnotu faktoru intenzity napětí $K_{IC} = 0,51 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ (obr. 2). Pro výpočet pak byla použita hodnota $0,54 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$, protože se relativní vlhkost vzduchu při měření pevnosti v ohybu pohybovala kolem 75 %.



Obr. 2. Rychlost lomu v_B různých skel ve vodě při 25°C podle Wiederhorna a Bolze [10];
 1 — sodnovápenaté sklo, 2 — borosilikátové sklo Pyrex, 3 — hlinítokřemičité sklo,
 4 — křemenné sklo.

Za těchto předpokladů pak můžeme vypočítat přibližnou hloubku trhlin v povrchu původních vzorků, jestliže za σ_0 dosadíme naměřenou pevnost v ohybu původních trubíc, ze vztahu

$$a = \frac{K_{IC}^2}{1,12^2 \sigma_0^2 \pi} \quad (11a)$$

Po dosazení hodnoty $K_{IC} = 0,54 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ získáme pro hloubku trhliny ve tvaru rýhy hodnotu $14 \mu\text{m}$. Jestliže uvažujeme půlkruhové trhliny, získáme podle údajů z literatury [7, 14] trhliny s hloubkou cca $2,5 \times$ větší ($35 \mu\text{m}$). Pro eliptické trhliny je jejich hloubka cca $1,5 \times$ větší ($21 \mu\text{m}$) [14].

Pro rychlost šíření trhliny $0,1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ uvádí Wiederhorn [13] pro sklo Pyrex hodnoty $K_{IC} = 0,758 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$, popř. $0,778 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$. Tyto hodnoty byly získány při měření v atmosféře suchého dusíku při teplotě 300 K. Při užití těchto hodnot kritického faktoru intenzity napětí získáme pro hloubku trhliny ve tvaru rýhy hodnoty $27,5 \text{ } \mu\text{m}$, popř. $29 \text{ } \mu\text{m}$. Protože je velice nepravděpodobné, že u použitých trubic vzniknou běžným zacházením půlkruhové či eliptické trhliny (viz [12] – poškrábání SiC) a pro příbuznost experimentálních podmínek, za kterých byla získána hodnota K_{IC} , byla použita hodnota kritického faktoru intenzity napětí $K_{IC} = 0,54 \text{ MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ a hloubka povrchové trhliny ve tvaru rýhy $14 \text{ } \mu\text{m}$. Tyto hodnoty rovněž umožňují vysvětlit experimentálně naměřené pevnosti v ohybu.

Protože skutečná tloušťka tlakové vrstvy nemůže být použitou metodou stanovena (minimální měřitelné napětí bylo 4 MPa), lze říci, že se tloušťka tlakové vrstvy od teploty $475 \text{ } ^\circ\text{C}$ a času 5 hodin a od teploty $500 \text{ } ^\circ\text{C}$ a času 4 hodiny blíží k vypočítané hloubce trhliny ($14 \text{ } \mu\text{m}$). Zvýšení pevnosti vzorků (při nižším tlakovém napětí ve vrstvě) lze pak vysvětlit tím, že před čelem trhliny vzniká zóna s tlakovým napětím, která brání šíření čela trhliny při namáhání vzorku.

Údaje o tloušťce tlakové vrstvy z této práce lze porovnávat s údaji již dříve publikovanými [11]. Závislost tloušťky difúzní vrstvy na odmocnině z času expozice by měla být přímková, jak vyplývá z řešení 2. Fickova zákona (difúze z konstantního zdroje a difúzní koeficient je nezávislý na koncentraci difundujícího iontu). Jestliže nedochází k přílišné relaxaci tlakového napětí, měla by být tloušťka tlakové vrstvy, naměřená v polarizačním mikroskopu, shodná se vzdáleností (do které nadifundovaly vnášené ionty) měřenou na mikrosondě. Závislosti tloušťky tlakové vrstvy na odmocnině z času expozice byly zpracovány metodou nejmenších čtverců a získány následující závislosti:

teplota $400 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$x = 2,82 \sqrt{t} - 0,51; \quad r = 0,983, \quad (12)$$

teplota $425 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$x = 4,10 \sqrt{t} - 0,48; \quad r = 0,989, \quad (13)$$

teplota $450 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$x = 4,66 \sqrt{t} - 0,65; \quad r = 0,981; \quad (14)$$

teplota $475 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$x = 5,81 \sqrt{t} - 0,42; \quad r = 0,991; \quad (15)$$

teplota $500 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$x = 6,44 \sqrt{t} - 0,53; \quad r = 0,994, \quad (16)$$

kde x je tloušťka tlakové vrstvy v mikrometrech,

t je čas v hodinách,

r je korelační koeficient.

Porovnání hodnot tlouštěk vrstev získaných z elektronové mikrosondy a ze vztahů (12) až (16) při časové expozici 6 hodin je v tabulce VII. Z této tabulky je vidět, že při měření hloubky difúzní vrstvy v polarizovaném světle je nutno nad teplotou $475 \text{ } ^\circ\text{C}$ počítat s relaxací napětí, a tím s chybou měření. Pod touto teplotou jsou údaje v dobré shodě v rámci chyby měření.

Naměřené hodnoty napětí v tlakové vrstvě mají přibližně stejný průběh v závislosti na čase jako hodnoty pevností v ohybu až do teploty $450 \text{ } ^\circ\text{C}$ včetně. Pro

Tabulka VII

Porovnání tloušťky vrstvy nadifundovaných iontů
a tloušťky tlakové vrstvy — čas expozice 6 hodin

Teplota (°C)	x (lit. [11]) (μm)	x (tato práce) (μm)
400	7,3	6,4
425	9,2	9,6
450	13,2	10,8
475	15,0	13,8
500	19,0	15,2

teploty 475 °C a 500 °C napětí v tlakové vrstvě s časem znatelně klesá, i když hodnoty pevnosti zůstávají přibližně konstantní. Vysvětlení tohoto rozdílu bylo diskutováno v předchozím textu. O absolutních hodnotách napětí ve vrstvě lze říci, že jsou nižší, než je jejich skutečná hodnota ve vzorku po expozici. To je dáno tím, že při přípravě vzorku pro měření napětí dochází při broušení k jeho částečnému uvolnění [12]. Velikost poklesu napětí závisí na tvaru vzorku a na způsobu broušení. Podle údajů výše zmíněné práce poklesne napětí minimálně o 1/3. Podle výsledků této práce a práce [11] lze z naměřených hodnot pevností v ohybu předmětů ze skla Simax určit hloubku povrchových trhlin a výpočtem stanovit podmínky pro zpevnění těchto předmětů.

ZÁVĚR

Byly měřeny pevnosti v ohybu trubíc ze skla Simax před a po interakci s tavěninou KNO_3 a byla sledována závislost pevnosti na čase a na teplotě. Čas expozice se měnil od jedné do šesti hodin a teplota v rozmezí 400–500 °C.

Zpevnění exponovaných trubíc nepřekročilo hodnotu 1,6 a dosažená tloušťka tlakové vrstvy na povrchu hodnoty 15 μm . Rovněž bylo stanovováno tlakové napětí ve vrstvě a jeho hodnota se pohybovala od 23 MPa do 90 MPa. Výpočtem byla odhadnuta hloubka povrchových trhlin ve tvaru rýh na 14 μm . Na základě získaných výsledků lze výpočtem stanovit podmínky pro zpevňování výrobků ze skla Simax.

Literatura

- [1] Novotný V.: Závěrečná zpráva úkolu Difúze z r. 1975; SVÚS Hradec Králové.
- [2] Novotný V., Vích M., Kubišta P.: Sklář a keramik, 30, 166 (1980).
- [3] Novotný V.: soukromé sdělení.
- [4] Batuner L. M., Pozin M. E.: *Matematické metody v chemii*. SVTL, Bratislava 1956.
- [5] Cais O.: soukromé sdělení.
- [6] Novotný V.: *Zpevňování skla*, Hutní sklářská příručka, řada IV. SNTL, Praha 1972.
- [7] Menčík J.: Sklář a keramik, 32, 283 (1982).
- [8] Kerkhof F.: Sprechsaal, 110, 392 (1977).
- [9] Wiederhorn S. M.: *Sborník X. mezinár. sklář. kongresu*, Kyoto, 1974, sv. 11, s. 1—15.
- [10] Wiederhorn S. M., Bolz L. H.: J. Amer. Ceram. Soc., 53, 543 (1970).
- [11] Maryška M., Matoušek J., Hulínský V.: Silikáty 27, 289 (1983).
- [12] Soltézs U.: Glastechn. Ber., 54, č. 1, 12 (1981).
- [13] Wiederhorn S. M.: J. Amer. Ceram. Soc., 52, 99 (1969).
- [14] Novotný V., Vích M., Kubišta P.: Sklář a keramik, 32, 239 (1982).

УПРОЧНЕНИЕ СТЕКЛА SIMAX ИОННЫМ ОБМЕНОМ

Мартин Марышка

*Общая лаборатория силикатов ЧСАН и ХТИ,
166 28 Прага*

Устанавливали прочность на изгиб трубок из стекла Simax до взаимодействия и после него с расплавом KNO_3 . Температура расплава находилась в пределах от 400 до 500 °C и время экспозиции изменялось от одного до шести часов. Прочность трубок измеряли с помощью метода трехточечной нагрузки и скорость нагрузки была $3,3 \text{ МПа} \cdot \text{с}^{-1}$. Прочность на изгиб необработанных трубок составляла $72,9 \pm 8,8 \text{ МПа}$. Максимально полученное упрочнение находилось около величины 1,6.

Далее исследовали толщину образовавшегося слоя давления и напряжения в данном слое. Приводимые измерения проводили в поляризованном свете компензационным методом и в качестве имерсионной жидкости использовали парафиновое масло. Измеренные толщины слоя давления сопоставляли с глубиной, в которую диффундировали проникающие ионы. До температуры 450 °C установили совпадение толщин давления и диффузионного слоя. Выше температуры 450 °C установили различия, вызванные релаксацией возникшего напряжения.

Далее на основании отношений механики излома приблизительно определяли глубину поверхностных трещин, именно до величины $14 \mu\text{м}$ (трещины имеют вид бороздок).

Рис. 1. Зависимость упрочнения экспонированных трубок от времени: ————— 400 °C, — ~ — 425 °C, — — — 450 °C, - - - - 475 °C, - . - . - . 500 °C.

Рис. 2. Скорость излома v_B в разных стеклах в воде при 25 °C согласно Видергорну и болцу [10]: 1 — натрийкальциевое стекло, 2 — боросиликатное стекло Pyrex, 3 — алюмосиликатное стекло, 4 — кварцевое стекло.

TOUGHENING THE SIMAX GLASS BY ION EXCHANGE

Martin Maryška

*Joint Laboratory of Silicates, Czechoslovak Academy of Sciences and Institute of Chemical Technology,
166 28 Prague*

The bending strength of Simax glass tubes was determined before and after interaction with KNO_3 melt. The melt temperature was in the range of 400 to 500 °C, and the time of exposure was varied from 1 to 6 hours. The tube strength was measured by the three-point loading method, and the rate of loading was 3.3 MPa s^{-1} . The bending strength of non-treated tubes amounted to $72.9 \pm 8.8 \text{ MPa}$. The maximum toughening achieved amounted to around 1.6.

The thickness of the compressive layer and the stress in this layer were also investigated. The measurements were carried out in polarized light by the compensation method, using paraffin oil as the immersion liquid. The thicknesses of the compressive layer established were compared with the depth into which the penetrating ions had diffused. An agreement between the thicknesses of the compressive and diffusion layers was found up to 450 °C. Above this temperature, there were differences due to relaxation of the arising stress.

Using the fracture mechanics relationships, the depth of the surface cracks was estimated at $14 \mu\text{m}$ (the cracks had the form of grooves).

Fig. 1. Toughening of the exposed tubes in terms of time; ————— 400 °C, — ~ — 425 °C, — — — 450 °C, - - - - 475 °C, - . - . - . 500 °C.

Fig. 2. Fracture velocity v_B of various glasses in water at 25 °C according to Wiederhorn and Bolz [10]; 1 — soda-lime glass, 2 — borosilicate glass Pyrex, 3 — aluminosilicate glass, 4 — silica glass.