

A SZERKEZETI ÜVEG TÖBBSZINTŰ VIZSGÁLATA – A MEZOSTRUKTÚRA FELTÉRKÉPEZÉSE  
MULTI-SCALE ANALYSIS OF STRUCTURAL GLASS, IMAGING OF THE MESOSTRUCTURE

MOLNÁR GERGELY<sup>1</sup>, MOLNÁR LÁSZLÓ MILÁN<sup>2</sup>, BOJTÁR IMRE<sup>3</sup>

**Kulcsszavak:** többszintű elemzés, kalcium-nátrium-szilikát üveg, AFM, mikro-CT, zárványok  
**Keywords:** multiscale analysis, soda-lime-silica glass, AFM, micro-CT, inhomogeneities

## Összefoglalás

Jelen cikkben egy olyan kutatómunkáról számolunk be, amelynek célja a szerkezeti üvegek mezo-szerkezetének feltérképezése. A téma egy átfogó mechanikai elemzést készít elő, melynek célja a szerkezeti üvegek mikroszintű viselkedésének megértése.

A feladat rövid ismertetése után egy korábban elvégzett laboratóriumi kísérlet [1] eredményeit magyarázva mutatjuk be az üveg mezo-szerkezetében található hibákat.

A szerkezeti elemként használt üveglemezben három jelentős feszültségkoncentrációs hely létezik. A **felületen** nagy mennyiségű mikrokarc található, amelyek hatása azonban kisebb az üveg élmegmunkálásából adódó hibákhoz képest. Az üveglemezek vágásából és csiszolásából eredő egyenetlenségek jelentősen gyengítik a szerkezeti elem effektív szilárdságát, így az **élt** tekintetű második vizsgálandó régióknak. A harmadik hibacsoportot a gyártásból eredő **zárványok** alkotják, melyek ritkán fordulnak elő, de nagy feszültség-csúcsot okoznak.

A cikkben bemutatásra kerülnek a felhasznált technikák. Az üveg felületét és élt atomerő mikroszkóppal (AFM), az üvegben lévő zárványokat  $\mu$ CT-vel vizsgáltuk. A feltérképezés után a felvételek segítségével végeselemes modelleket készítettünk.

Az eredmények bemutatása és egy rövid összefoglalás zárja a cikkünket.

## Abstract

Present study deals with the mesostructure analysis of the structural glass. The subject is about to prepare a comprehensive mechanical analysis, aimed on the understanding of the multiscale mechanical behaviour of soda-lime-silicate glass used as an architectural element.

After a brief description of the  $\mu$  and mesostructure of glass we will explain our goals in this analysis. We began with a macroscopic experiment [1], the results of this work led us to a conclusion, that the glasses effective tensile strength had 11 % relative standard deviation, and it had a typical fracture picture. We would like to explain these results with a mesoscopic approach.

We have divided the glass plate – from a mesoscopic aspect – into three major regions. The first region is the **surface**, which is the largest area of a plate. The effect of the surface imperfections is negligible due to a grinded **edge finishing**, so we considered the second region as the edge. The third region contains the **inhomogeneities** in the glass material itself. Generally there are only a few inhomogeneities in glass, but they cause a great stress peak in the material. To describe the mesostructure we have done atomic force microscopy (AFM) and  $\mu$ computed tomography ( $\mu$ CT) scans. We used the first equipment to image the surface and the edge of the glass, and the  $\mu$ CT was used to collect geometrical information about the voids and inclusions which were left after the manufacturing process. Finally the results and a brief summary are going to closes the thesis.

1. Ph. D. hallgató, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Tartószerkezetek Mechanikája Tanszék, 1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3. K mf. 35. Tel.: 463-1345; e-mail: [gmlnar@mail.bme.hu](mailto:gmlnar@mail.bme.hu)

2. egyetemi adjunktus, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Elektronikai Technológia Tanszék, 1111 Budapest, Goldmann György. tér 3 Tel.: 463-1111; e-mail: [molnar@ett.bme.hu](mailto:molnar@ett.bme.hu)

3. egyetemi tanár, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Tartószerkezetek Mechanikája Tanszék, 1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3. K mf. 35. Tel.: 463-1160; e-mail: [ibojtar@mail.bme.hu](mailto:ibojtar@mail.bme.hu)

1. Ph.D. student, Budapest University of Technology and Economics, Department of Structural Mechanics, H-1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3. K mf. 45. Phone: (36-1) 463-1345; e-mail: [gmlnar@mail.bme.hu](mailto:gmlnar@mail.bme.hu)

2. Assistant professor, Budapest University of Technology and Economics, Department of Electronics Technology, H-1111 Budapest, Goldmann György tér. 3., V2, 2nd floor. Phone: (36-1) 463-2740; e-mail: [molnar@ett.bme.hu](mailto:molnar@ett.bme.hu)

3. Professor, Budapest University of Technology and Economics, Department of Structural Mechanics, H-1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3. K mf. 45. Phone: (36-1) 463 1160, e-mail: [ibojtar@mail.bme.hu](mailto:ibojtar@mail.bme.hu)

## BEVEZETÉS

Az üveg – transzparenciájának köszönhetően – napjaink egyik legnépszerűbb építőanyaga. Az anyagnak magának elképesztő szilárdsága van, azonban az építőipari tervezési szabványok jelentős hányada komoly megkötésekkel él az effektív szilárdság megadását illetően [2]. Az **1. ábrán** az üveg effektív szilárdságát tüntettük fel a hatékony repedéshossz függvényében. Jól látszik, hogy ha egy edzett üvegtáblát választunk, akkor annak makroszkopikus szilárdsága nagyságrendekkel alulmarad az üvegszálakéhoz képest. A jelenség magyarázatát az anyag amorf struktúrájában kell keresnünk. A molekulaszervezetnek köszönhetően az üveg rideg anyagként viselkedik, így egy apró hiba komoly feszültségcsúcshoz vezet.

A törési folyamat megértéséhez elengedhetetlen, hogy megismerjük az anyag mezostruktúráját, így pontos információt szerezzünk a felületi hibákról és a térfogatban elhelyezkedő zárványokról.

A vizsgálat során AFM (atomerő mikroszkóp) és  $\mu$ CT (mikro-komputertomográfia) segítségével építettünk végeeselemes modellt ANSYS 13.0 rendszerben.

Az egyértelműség kedvéért rögzítjük, hogy a továbbiakban a szóda-lime-szilikát anyagú változatot fogjuk üvegnek nevezni<sup>4</sup>.

## MAKROSZKOPIKUS KÍSÉRLET

Az EN 1288:3-2000 [4] szabványnak megfelelő korábbi kísérletünkben szerkezeti szinten vizsgáltunk; négyponos hajlításnak vetettünk alá laminált szerkezeti üvegtáblákat. A kísérlet során mértük a lehajlást, valamint nyúlásmérő bélyegek segítségével az alakváltozásokat az alsó és felső üvegtábla külső felületén.

Az üveg effektív húzószilárdságára 160 MPa körüli értékeket mértünk, az eredmények relatív szórása 10.66% volt. (**1. táblázat**)

Kevés kivételtől eltekintve az első repedés a tábla élének igen szűk környezetében keletkezett. A további vizsgálatokhoz ez adta a kiindulási alapot, ezt a jelenséget szeretnénk mezoszintű elemzéssel megmagyarázni. Jelen cikkünkben szeretnénk bemutatni az üveg mezostruktúrájának leírására használt módszereinket, és néhány előzetes eredményt.

A vizsgálatokhoz használt mintadarabokat két társaságtól kaptuk. A zárványokat a Guardian Magyarország Kft.-nek, a táblák széléből vett mintákat az OROSházaGLAS Kft.-nek köszönhetjük. Felületi mintákat mindkét cégtől vizsgáltunk.

4. A magyar üveg szó az alán eredetű „jéveg” és „ög” szó összeolvadásával keletkezett, melyek jelentése: jég. Erre utal az „üveghelyen túl” kifejezésünk.

## INTRODUCTION

Glass is one of the most popular building materials nowadays. The material itself has a very high strength, but most of the design standards make very serious restrictions about the effective tensile strength of the glass [2]. On **Figure 1** you can see the glasses effective tensile strength is the function of the effective crack length. That means if we look at a tempered structural glass plate, the effective tensile strength will be much lower than a glass fibers one. The explanation of these phenomena is in the amorphous structure of the material. Thanks to the atomic structure, the material is completely brittle, a small flaw or inclusion cases a great stress peak in the materials structure.

It is essential to describe the mesostructure of the glass, to know the exact effect of the flaws and inclusions. That is the reason of the multiscale analysis. We built finite element models in ANSYS 13.0, using the data which was gathered with AFM (Atomic Force Microscopy), and  $\mu$ CT (micro Computed Tomography).

During the article we will call the soda-line-silica as glass<sup>4</sup>.

## MACROSCALE EXPERIMENT

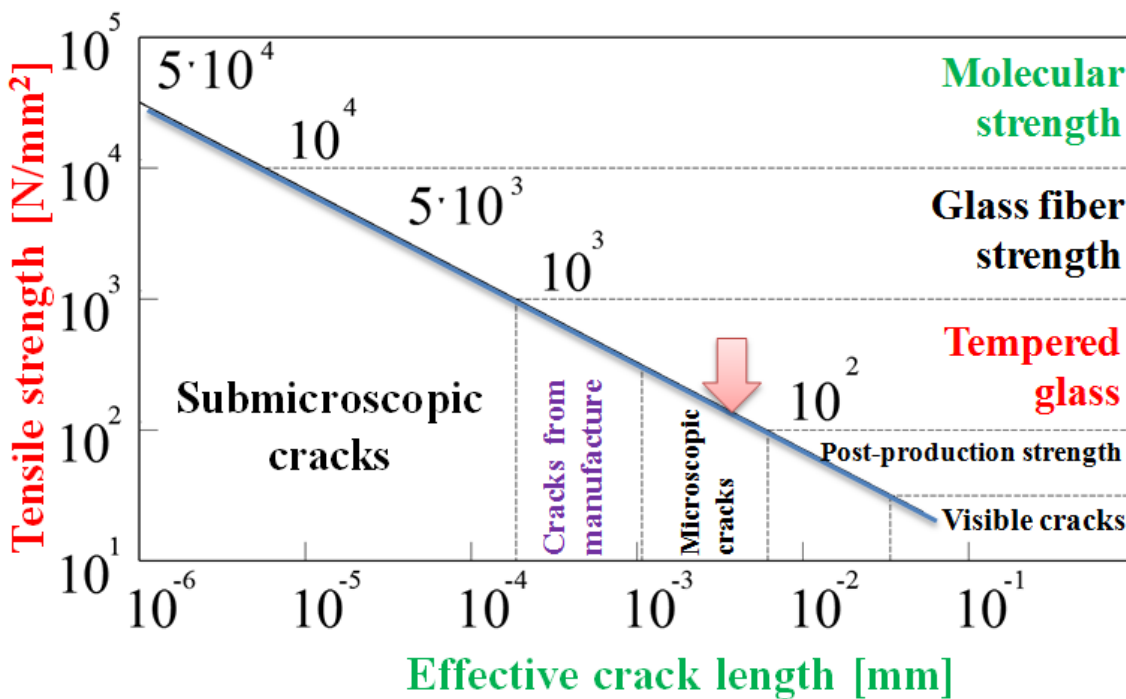
In a former experiment [1], we did a large scale, macroscopic investigation according to the standard EN 1288:3-2000 [4]. It is basically a four point bending test on laminated structural glass plates. During the experiment we measured the deflections and the strains in the middle region. There were strain gauges on the upper and on the lower glass plates.

We can see that the effective tensile strength was approximately 160 MPa, according to the measurement. The strength data had a 10.66 % standard deviation. (**Table 1**)

In almost every case the first fracture manifested very close to the edge. We would like to explain the results with the mesoscale investigation. In this article we will show the methods we used to describe the mesostructure of the glass and some preliminary results.

We received the specimens from two companies. The inclusions were provided by the Guardian Hungary Co. Ltd., the edge pieces were provided by OROSházaGLAS Ltd. We have received surface specimens from both companies to.

4. The English word glass originates from the Latin word *gleasum*, which means amber in English



1. ábra Effektív húzószilárdság a hatékony repedéshossz függvényében [3]

Figure 1 Effective tensile strength in the function of the effective crack length [3]

1. táblázat A mért alakváltozásokból számított effektív húzószilárdság

Table 1 Effective tensile strength calculated from the measured strains

Layer structure [mm]	Measured effective tensile strength [N/mm <sup>2</sup> ]
6 - 0.76 - 6	168.59
6 - 1.52 - 6	180.23
10 - 0.76 - 10	165.55
10 - 1.52 - 10	134.00
10-0.38-10-0.38-10	152.00
Average	160.07
Standard deviation	17.70
Relative standard deviation	10,66 %

## MULTISCALE MEGKÖZELÍTÉS

Mit is nevezünk több szintű vizsgálatnak? A **2. ábrán** az üveg négy különböző szintű megközelítése látható. Az első (nano)szinten a molekuláris struktúra kötési energiáit tudjuk meghatározni. Ezt a „molekuláris dinamikai modellezés” segítségével oldhatjuk meg. A módszert használhatjuk dinamikus mikrorepedés terjedés vizsgálatára amorf szilícium-oxidban, ahogy ezt Rountree et. al. tette [5]

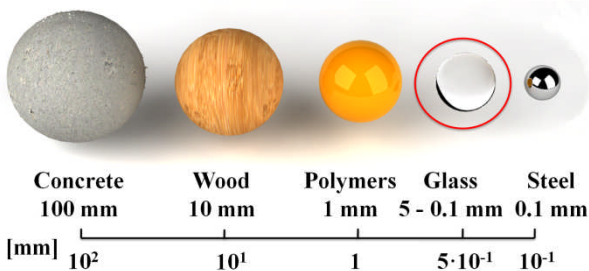
Mérnökként minket sokkal jobban érdekel a makroszint, aminek az eredményei a hétköznapi tervezési gyakorlatban is jól alkalmazhatók. A mikro és makroszint közti kapcsolatot egy harmadik típusú, ún. mezoszintű analízissel teremthetjük meg.

A mezoszintű vizsgálathoz először meg kell határozunk az üveg legkisebb jellemző térfogatelemének a méretét (RVE). Az RVE az a legkisebb térfogat, ami tartalmazza az anyag összes releváns mechanikai tulajdonságát, amit vizsgálni szeretnénk. Vizsgálataink azt mutatták, hogy az üveg RVE-je a mezoszintű vizsgálathoz 0,1-5 mm között van (**3. ábra**). Az anyagban talált inhomogenitásoknak mindig sokkal kisebbnek kell lenniük, mint az RVE, aminek viszont sokkal kisebbnek kell lennie a makroszintű szerkezeti méreteknél.

Vegyünk példaként egy üvegtáblát, amit a vizsgálatokhoz célszerű különböző régiókra osztanunk. Az első ilyen régió célszerűen az üvegtábla *felülete* – AFM kép a **4. ábrán** –, itt jól látható, hogy a felület tele van mikroszkopikus karcokkal és egyéb sérülésekkel. Következő régiónak a *tábla élét* választottuk. Az egyes táblák élmegmunkálása sokféle lehet, a vizsgálatainkat a polírozott és szármolt élre korlátoztuk, nem foglalkoztunk savmárt és homokfújt felületekkel. A harmadik régiót alkotó *zárványok* vizsgálata a legösszetettebb.

## MÉRÉSI TECHNIKÁK

Az üveg mezosztruktúrájának leírásához két vizsgálati technikát alkalmaztunk. A felületről és az éléről AFM-mel, a zárványokról  $\mu$ CT-vel készítettünk felvételeket.



**3. ábra** Az üveg RVE-jének elhelyezése  
**Figure 3** Positioning the glasses RVE

## MULTISCALE CONCEPT

What is multiscale analysis anyway? On **Figure 2** you can see four levels of the material glass. The first level is a nanoscopic problem here we have to calculate the bounding energies of the molecular structure. This analysis can be done by using molecular dynamic simulations. We could use the same method to investigate a dynamic microcrack evolution in amorphous silica, done by Rountree et. al. [5].

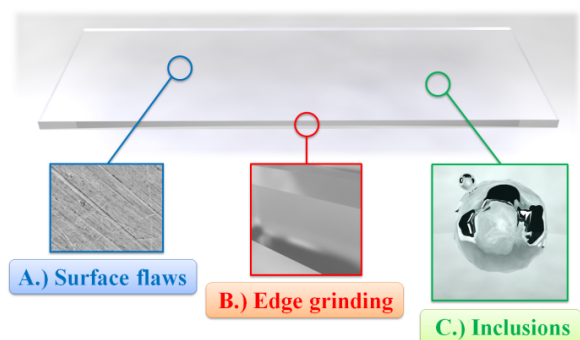
But we always want to reach a macroscopic level, which can be used by practicing engineers. To connect the micro and the macro level, we have to do another type of analysis. This is the mesoscopic investigation.

Before we begin we must define the RVE for the glass. The RVE is a Representative Volume Element which contains all the relevant mechanical properties of the material, which we would like to analyse. According to our investigation, for a mesoscopic analysis we could put the glasses RVE between 0.1-5 mm range (**Figure 3**). All the inhomogeneities must be much smaller than the RVE, but the RVE must be also smaller than a macroscopic structural element.

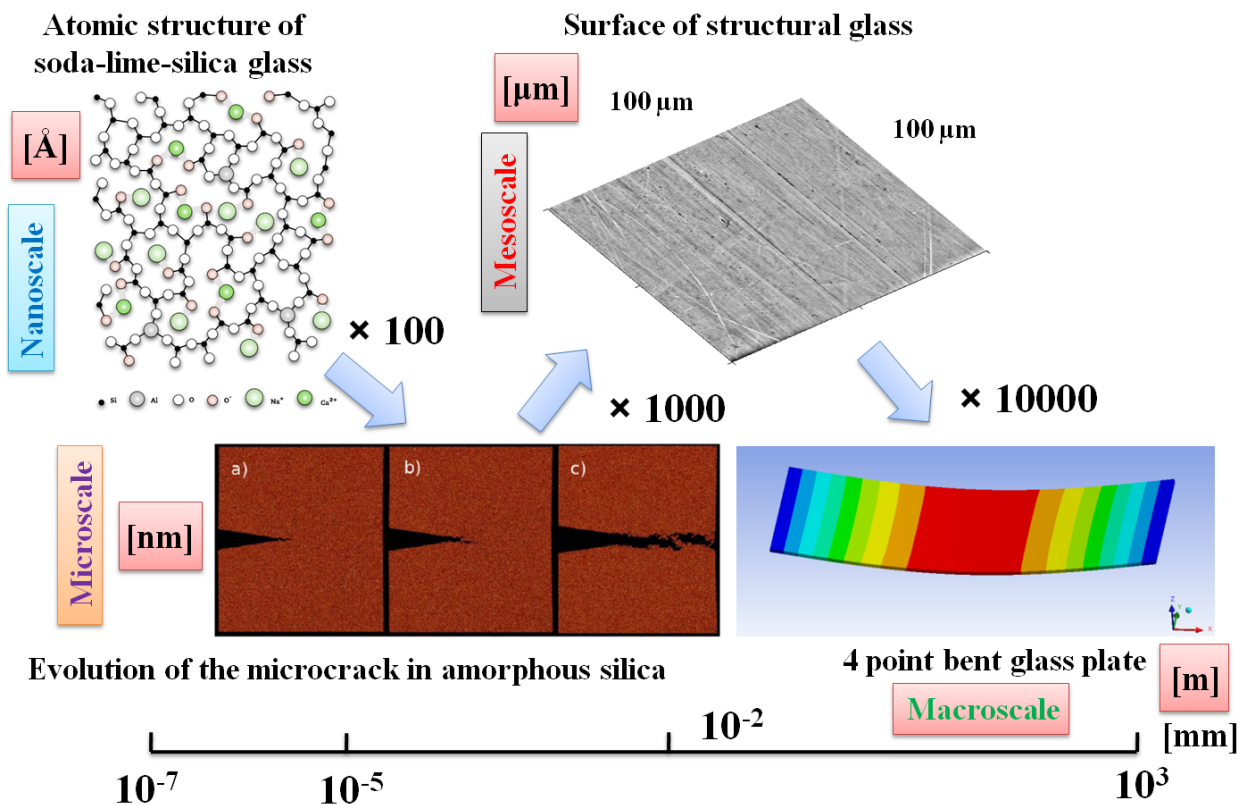
Let's consider a glass plate. First we have to divide the plates into regions. The first region is the surface (AFM image). You can see on **Figure 4** that the surface is full with microscopic flaws and scratches. The second region is the edge. The edge can be processed in many ways. My investigation is only extended to grinded and polished edges. We didn't consider acid etched or sand blasted glass surfaces. The third region is the most difficult part, the inclusions.

## MEASURING TECHNIQUES

To describe the mesostructure of the material, we have used two techniques. To map the topology of the surface and the edge we have used AFM (Atomic Force Microscopy). To measure the inclusions we have used  $\mu$ CT.



**4. ábra** Az üveg mezoszintű régiói  
**Figure 4** Glass plate mesoscopic regions



2. ábra A több szintű megközelítés sematikus ábrája  
Figure 2 Schematic figure of the multiscale approach

## AFM (ATOM ERŐ MIKROSKÓP)

A felület vizsgálatát SEM-mel (pásztázó elektron mikroszkóppal) kezdtük. Az eredményekből azt a következtetést vontuk le, hogy az él annyira egyenetlen, hogy nincs szükség további előkészítésre az AFM-es (Atom Erő Mikroszkóp) mérésekhez. Bár az üveg felülete szinte teljesen simának tűnt, de a [6]-ban ajánlott módszerrel még tisztítottuk a vizsgált próbatesteket, hogy láthatóvá tegyük a mikroszkópikus karcokat. Megjegyezzük, hogy ezt a finom módszert bioszenzorok felületének tisztítására is használják. [7]

A mintadarabokat 5 percre 25%-os ammónia (NH<sub>3</sub>OH), 30%-os hidrogén-peroxid (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), és víz 1:1:5 tömegarányú 80 °C-os keverékébe merítettük, így eltávolítottuk a szerves és könnyűfém eredetű szennyeződések.

A következő fürdő szintén 5 perces volt, 37,5%-os sósav (HCl), 30%-os hidrogén-peroxid (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) és víz 1:1:5 tömegarányú, 80 °C-es keverékébe mártottuk a mintákat.

## AFM (ATOMIC FORCE MICROSCOPY)

Before we started the surface and the edge examination, we made SEM (Scanning Electro Microscopy) images from the specimens. We have decided, that the edge is so uneven, that it does not need any preparation before the AFM test. But the glass surface was very smooth, so we have decided to clear the surface with the procedure based on the recommendation of [6] to make visible the microflaws. The procedure is used to clear biosensor surfaces [7] as well.

The surface specimens were immersed into a 1:1:5 (volume) mixture of 25% ammonia (NH<sub>3</sub>OH), 30 % hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) and water. The mixture was heated to 80 °C, and the specimens was in the liquid for 5 minutes. The first step removed all organic compounds, and some of the light metals.

The second step was to treat the surface with the 1:1:5 volume mixture of 37.5 % hydrochloride (HCl), 30 % hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) and water. The second mixture was also heated to 80 °C. The specimens were in the mixture for 5 minutes.

A fürdők után az üveg felületét kétszer leöblítetük hidrogén peroxiddal, metilalkohollal, diklórmetánnal és dietil éterrel. Az esetleges dietil éter maradványokat nitrogén gázzal távolítottuk el az AFM mérések előtt. [6] szerint a fent részletezett tisztítási eljárás ilyen rövid idő alatt nem változtatja meg az üveg felületét.

A kontakt atomerő mikroszkóp működése egy kantilevernek (konzolnak) is nevezett nagyon érzékeny rugón alapszik, ami egy hegyes formában végződő tű. Ezt a kis hegyet nyomjuk a vizsgált minta felületére egy jól meghatározott laterális erővel. Ezután a mintát egy precíz piezoelektromos szkennelrel x-y irányban mozgatjuk. A kép a kantilever függőleges alakváltozásából épül fel, amit lézeres reflexióméréssel határozunk meg. A lézernyaláb a kantileverről visszaverődve jut egy 4 szegmenses fotodetektorba (lásd 5. ábra).

Praktikus okokból kifolyólag a z irányú (magassági) adatot nem közvetlenül a fotodetektor feszültségéből határozzuk meg, hanem egy PID visszacsatolt hurokból, ami a fotodetektor és a piezoelektromos szkennel harmadik, z irányú tengelyét kapcsolja össze. Ha a lézer azt jelzi, hogy a lehajlás megváltozott a referencia fotofeszültséghez képest, ami azt mutatja hogy a hegy és a kantilever fel vagy lefelé mozog, a piezoszkennel az ellentétes irányba mozdul el, és egy negatív visszacsatolású hurkot képez. A z irányú információt a piezoszkennel z irányú vezérlőfeszültségéből kapjuk. Az AFM mérésekhez Veeco Innova universal SPM (Scanning Probe Microscopy) eszközt használtunk.

A kontakt AFM mérésekhez rendkívül nagy érzékenységű szilícium-nitrid mérőfejeket alkalmaztunk 0,06 N/m-es átlagos rugóállandóval.

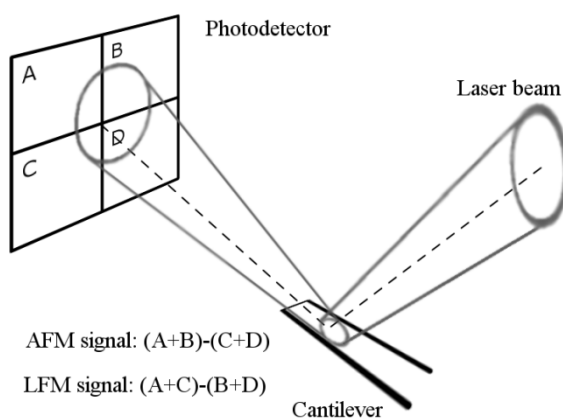
After the chemical bath, the glass surfaces were rinsed twice with hydrogen peroxide, methanol, dichloromethane and diethyl ether. All the residual diethyl ether was removed with nitrogen gas before the AFM imaging.

According to [6] the cleaning procedure does not etched the surface in this short period of time.

Contact atomic force microscopy is based on a very sensitive spring (called cantilever), which ends in a sharp tip. This tip is pushed down to the surface of the sample with a well-defined lateral force. Then, the sample is moved by a precise piezoelectric scanner in the x and y lateral directions. The image builds up from vertical deflection of the cantilever, which is measured by laser reflection. The laser beam is reflected on the cantilever, and gets into a four-segment photodetector (see Figure 5).

For practical considerations, the z (height) data do not come from the photo-voltage itself, but from a PID feedback loop. This loop connects the signal of the photodetector, and the third, vertical axis of the piezoelectric scanner. If the laser indicates that the deflection changed compared to a reference photo-voltage (called set-point), showing that the tip, and the cantilever moves up or down, the piezoscanner will move in the opposite direction, creating a negative feedback loop. The z information originated from the z driving signal of the piezo. We used Veeco Innova universal SPM (Scanning Probe Microscopy) instrument for AFM investigations.

For contact mode AFM, very high sensitivity silicon-nitride probes were used with average spring constant of 0,06 N/m.



5. ábra Az AFM optikai egységének sematikus vázlatja [8]; Veeco dilnnova multi-purpose SPM  
Figure 5 Schematic of laser reflection in AFM optical unit [8]; Veeco dilnnova multi-purpose SPM

## MIKRO-CT

Az inhomogenitások vizsgálatához  $\mu$ CT-t használtunk. A mikro komputertomográfia széleskörűen elterjedt és használt háromdimenziós képalkotási eljárás. A készülék 2D röntgen képeket készít, amiből egy célszoftver segítségével felépíthetjük a vizsgált tárgy 3D képét.

A képeket egy vagy több detektor rögzíti. Közben a röntgenforrás mozog a vizsgált tárgy körül, a detektorok 5 fokként képeket készítenek. Miután a szükséges képeket rögzítettük, egy számítógép rekonstruálja az egyes szeletek képeit, amikből elkészíthető a 3D-s test. A nyers adatok egy analóg digitális konverzió utána a memóriába kerülnek, ahol egy digitális mátrixot alkotnak, ahol a mátrix minden eleme egy voxel röntgen sugárgyengítési képességét reprezentálja [9]. Az anyagok röntgen elnyelő képességét Hounsfield Unitban (HU) fejezhetjük ki. Ez egy szabványos, széles körben elfogadott egység, ami a vízhez és a levegőhöz képest adja meg a sugárgyengítési képességét az anyagoknak. A röntgenabszorpciós képesség anyagi jellemző, ami az összetevők atomi rendszámától, sűrűségétől, és a sugárzás frekvenciájától függ. A levegő elnyelő képessége definíció szerint -1000 HU, a vízé 0 HU. Egy  $\mu_X$  lineáris csillapítási együtthatójú anyag HU értékét a következőképpen határozhatjuk meg:

$$HU = \frac{\mu_X - \mu_{H_2O}}{\mu_{H_2O} - \mu_{air}} \times 1000,$$

ahol  $\mu_{water}$  és  $\mu_{air}$  a víz és a levegő lineáris csillapítási tényezője. Így 1 HU változás 0.1 %-os eltérést jelent a víz együtthatójától, mivel a levegőé szinte 0. Ez a definíció azokra a CT szkennerekre használható, amiket vízzel kalibráltak.

Az általunk használt  $\mu$ CT eszköz egy kúpnyalábú komputertomográf (CBCT) amit gyakran használnak gyakran fogászati vizsgálatokhoz is. Egy CBCT felvétel során a szkennerek a próbatest feje körül körbefordulva kb. 600 felvételt készít.

A  $\mu$ CT nagyfelbontású képet készít, az általunk végzett vizsgálat során 60 kV gyorsítófeszültség mellett 6  $\mu$ m voxel méretet értünk el.

A felesleges torzítások elkerülése érdekében a mintadarabokat oszlop alakúra formáltuk, hogy a sugárnak a lehető legkevesebb üvegen kelljen áthaladnia. Feltételeztük, hogy a  $\mu$ CT vel készített képek pontos reprezentációi a vizsgált tárgyaknak.

## MICRO-CT

To measure the inhomogeneities I have used  $\mu$ CT. Micro Computed Tomography ( $\mu$ CT or  $\mu$ CT) is basically a commonly used 3D medical imaging technique. It makes 2D X-ray images then with a special software it builds a 3D reconstruction of the specimen.

The images are made by one or more detectors. While the X-ray source is moved around the specimen the detector makes images in 5 degree steps. After the recording the Computed reconstructs the segments of the object, which can be used to build a 3D volume. After the analog-to-digital conversion in the memory the raw data becomes a digital matrix, where each element of the matrix represents the X-ray attenuation ability of a voxel [9]. A special measure, the Hounsfield Unit (HU) represents the X-ray absorption capability of a material, which is a standardised and accepted unit to measure a materials X-ray attenuation compared to the water and the air. The absorption coefficient is a material property, it depends on the atomic numbers of the components, the density, and the frequency of the X-ray. The attenuation value for the air is -1000 HU by definition, for water it is 0 HU. For a material X with linear attenuation coefficient  $\mu_X$ , the corresponding HU value is therefore given by:

$$HU = \frac{\mu_X - \mu_{H_2O}}{\mu_{H_2O} - \mu_{air}} \times 1000,$$

where  $\mu_{water}$  and  $\mu_{air}$  are the linear attenuation coefficients of water and air, respectively. Thus, a change of one Hounsfield unit (HU) represents a change of 0.1% of the attenuation coefficient of water since the attenuation coefficient of air is nearly zero. It is the definition for CT scanners that are calibrated with reference to water.

The applied  $\mu$ CT is a cone beam computed tomography (CBCT). CBCT is commonly used in dentistry. During a CBCT scan, the scanner rotates around the patient's head, obtaining up to nearly 600 distinct images. CBCT uses conical beam to make a series of 2D X-ray images.

The  $\mu$ CT generates a very high resolution image. We used 60 kV accelerating energy, and reached 6  $\mu$ m size voxels.

In order to avoid unnecessary distortion, we prepared the specimen in a column shape, because this way the radiation has to pass the least amount of glass. We have assumed that the images made by  $\mu$ CT are the exact representation of the specimens.

## EREDMÉNYEK

A következőkben a mikroszkópos eredmények után a segítségükkel készített végeelemes modellek kerülnek bemutatásra.

A  $\mu$ CT vizsgálatok arra utaltak, hogy az üvegben lévő zárványok alakját egy sferoiddal pontosan le tudjuk írni, így a zárványok vizsgálatára épített végeelemes geometria felépítése nem igényelt jelentős előkészületet, mivel azonban az AFM által gyűjtött magassági adatok egy mátrixban voltak eltárolva, a végeelemes geometria felépítéséhez saját, Visual Basic-ben készített szoftvert kellett használnunk.

Mind egyik modellnél előírt elmozdulásokkal definiáltunk a peremfeltételeket. Minden esetben készítettünk egy hibáktól mentes, tökéletes geometriájú modellt is. Ezek után a valóságos geometriával futtatott alakváltozás csúcspontokat hasonlítottuk össze a referencia-modell értékeivel, így kalkulálva az alakváltozás-növekmény értékét.

## FELÜLETI KARCOK VIZSGÁLATA

A rögtön a gyártószalagról lekerülő próbatest (Guardian Magyarország Kft.) felülete pár apró nanométer mély egyenetlenségtől eltekintve szinte tökéletes volt. A második oszlopban lévő eredmények egy a feldolgozóüzemből (OROSHÁZA GLAS Kft.) származó próbadarabról származnak. Jól látható, hogy a karcok mélysége és mennyisége nő, azonban nem a karcok, hanem apró mélyedések okozzák a maximális alakváltozás-koncentrációkat. A harmadik oszlopban egy három éves, homlokzati falként használt üvegdarab eredményei láthatók. Szembetűnő, hogy a karcok mennyisége és hatása is csökken, ezzel párhuzamosan viszont apró mélyedések jelennek meg a numerikus szimuláció eredményein.

A legfiatalabb próbadarab felülete +7,8 % alakváltozás-koncentrációt okozott, azonban az idő és a használat során a felület egyre érdekesebb lesz, ezt mutatja a második oszlopban található +36,59 % és a +70,11% alakváltozás-koncentráció. (2. táblázat)

A próbadarabot és a szerkezettel kapcsolatos információt Dr. Horváth László egyetemi docens-től kaptam (BME Hidak és Szerkezetek Tanszék).

## RESULTS

In this paragraph we will show the microscopic results, and some further preparation to make the microscope data into a finite element geometry.

The inclusions had a prolate spheroid shape and its position was parallel with the glass surface so we were able to construct the geometry in ANSYS 13.0 Workbench simply. With the AFM data we were not so lucky. The AFM data is a large matrix, each element contains the data of a specified points height. We wrote conversion software in Visual Basic to convert the AFM data to ANSYS geometry. During the numerical analysis we used prescribed displacements as boundary conditions.

In each case we built a reference model, which was perfect – it had no strain peak. After the numerical calculation we have compared the strain peaks between the perfect reference volume and the real model. Some results are presented below.

## SURFACE FLAW ANALYSIS

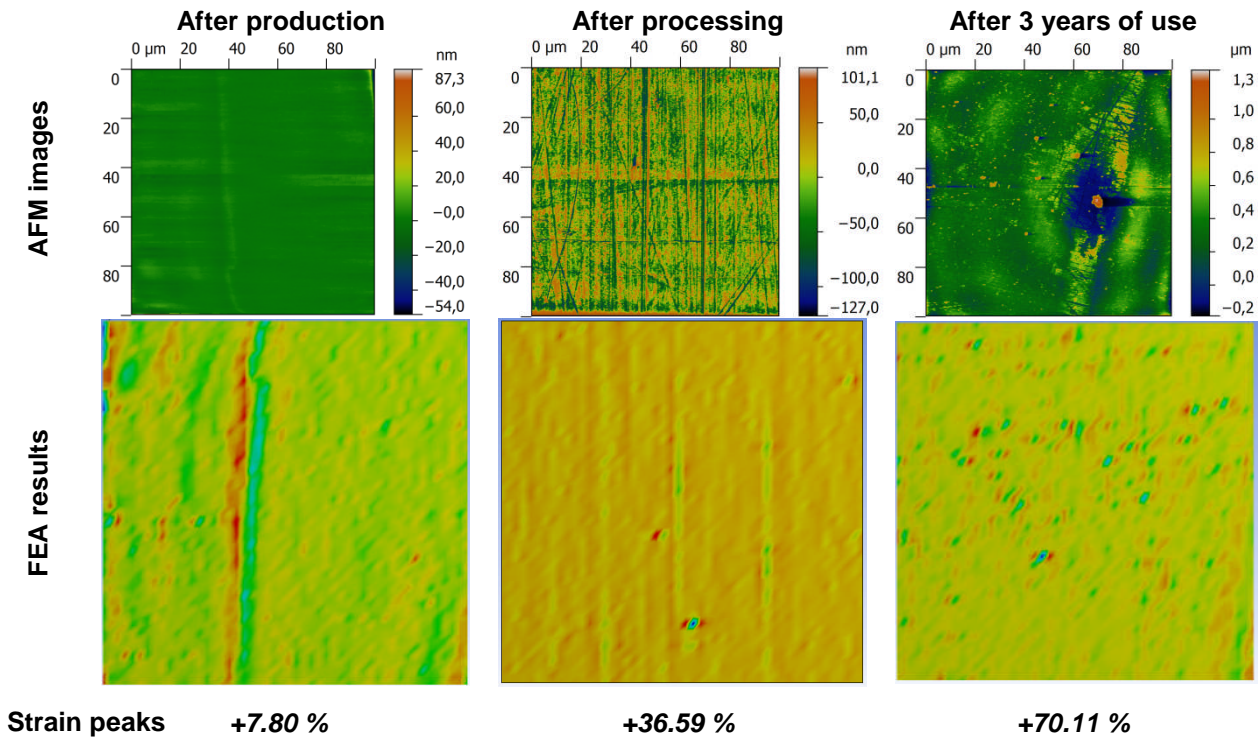
On the glass specimen directly after the production (Guardian Hungary Co. Ltd.) only a few very shallow scratch could be recognised, but they are almost a few nanometres deep. In the second column the specimen was taken after the processing factory (OROSHÁZA GLAS Ltd.). The surface of the specimen is full with lots of nanoflaws. In the third column, a glass surface can be seen after using three years as a facade. The nanoscratches vanish, but small pits appear. On the images taken from the numerical calculations you can see these, small pits generates the major strain peaks.

On the youngest specimen, there is almost no strain rising (+7.8 %), but if we consider the second or the third the +36.59 % or the +70.11 % rising could be relevant. (Table 2).

We have received the specimen and the information about the specimen from Associate Professor László Horváth (Department of Structural Engineering, Budapest University of Technology and Economy)



2. táblázat Felületi eredmények  
Table 2 Results on the surface



## ÉLMEGMUNKÁLÁS

A számolt és polírozott él között szembetűnő a különbség már az elektronmikroszkópos képek alapján is (3. táblázat, első sora). A különbséget a szimuláció számszerűen is kimutatta. A tesztek alapján a referenciaelemhez képesti a számolt él okozta alakváltozás-növekmény +350 %, az eredmények relatív szórása majdnem minden esetben körülbelül 10 % volt, mely majdnem megegyezik a makroszkopikus kísérletben tapasztalt értékkel (1. táblázat).

A 3. táblázat 3. és 4. sorában látható, hogy +50 % alakváltozás-növekmény tapasztalható a polírozott él eredeti és letört felülete között, ezen felül jól látható, hogy a számolt felület polírozásával gyakorlatilag duplájára növelhetjük az üveg effektív szilárdságát.

## ZÁRVÁNYOK OKOZTA ALAKVÁLTOZÁS-NÖVEKMÉNYEK

Az üvegben lévő zárványok feltérképezésére Skyscan 1172 típusú  $\mu$ CT-t használtunk. A vizsgálat során 6 különböző méretű és alakú légbuborékot és egy merev zárványt vizsgáltunk. A próbateteket az orosházi Guardian Magyarország Kft.-től kaptuk.

## EDGE GRINDING

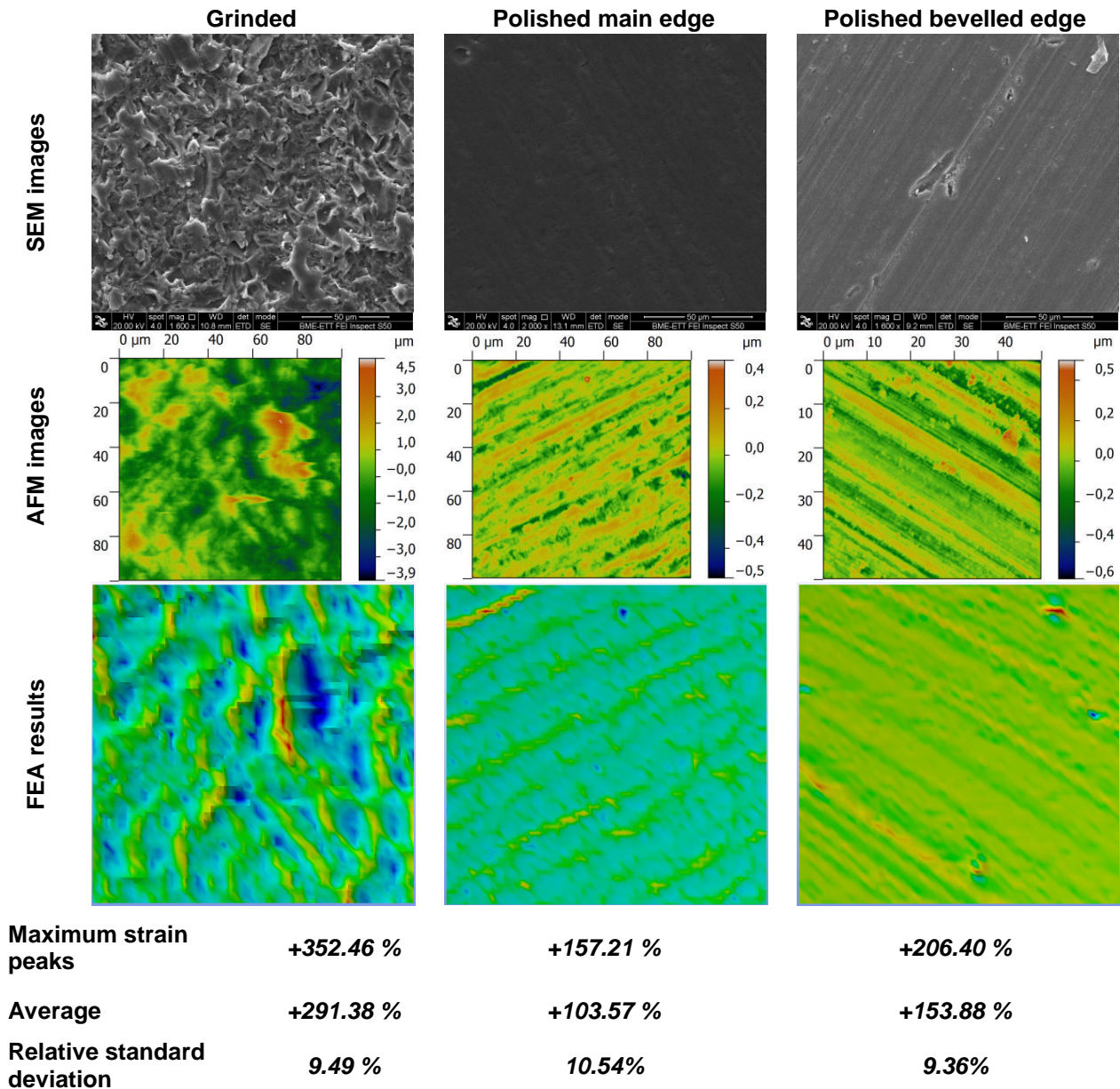
The grinded edge had a rougher texture than the polished one (SEM images in Table 3, row 1). The strain peaks on the edge is more conspicuous than on the surface. Numerical test showed that on the grinded edge the maximum strain peak was approximately +350 % larger compared to the reference volume. The relative standard deviation was approximately 10 % in all cases. At the main experiment we got almost the same value (Table 1).

We can see in Table 3, row 3 and 4 that polished edge had +50 % difference between the main and the bevelled edge. Also we can see that according to the numerical test, we can double the effective tensile strength by polishing the edges.

## INCLUSION CAUSED STRAIN PEAKS

We used Skyscan 1172  $\mu$ CT to describe the geometry of the inhomogeneities in the glass. Mainly we made images from six bubbles and one stone – received from Guardian Hungary Co. Ltd.

3. táblázat Az élmegmunkálással kapcsolatos eredmények  
Table 3 Results on the edge



A próbatetek oszlopszerű kialakításával elértük, hogy a röntgensugár a lehető legkevesebb üvegen hatoljon át, így a zárványok alakját jól meg tudtuk határozni.

A légzárványok alakjának meghatározása viszonylag könnyen ment (6. ábra), mivel az üveg anyagához képest a levegőnek a sugárgyengítési együtthatója nulla. Mivel a merev – meg nem olvadt alapanyagból készült – zárványok sűrűsége közel azonos az üvegével, így a megjelenítéshez Mimics 14.1 (Materialise) szoftvert kellett használnunk, hogy el tudjuk különíteni a hasznos adatokat.(7. ábra)

The specimens were prepared efficiently for the test.

The bubbles were easy to recognise (Figure 6) because they had no attenuation value. However the stones are unmolten material compounds, so they had similar density as the glass. To visualise the CT images we used Mimics 14.1 (Materialise) (Figure 7).

A felületi vizsgálatokhoz hasonlóan a zárványok esetén is előírt elmozdulásokat alkalmaztunk. Megvizsgáltuk az RVE-t a zárványra merőleges – X irányú – és a zárvánnyal párhuzamos – Y irányú – húzásra, valamint kombinálva a kettőt, kétirányú húzó igénybevételre is. A **4. táblázatban** láthatók a numerikus vizsgálatok eredményei. Jól láthatók az értékeken, hogy egy fél milliméter nagyságú buborék jelentős alakváltozás-koncentráció helye egy lehetséges repedés kiindulópontja lehet.

Megjegyezzük, hogy az üvegtáblára gyakorolt makroszkopikus hatás megállapításához szükségünk van a zárványok statisztikai eloszlására, mint magassági, mint alaprajzi értelemben.

Homogenizációs eljárások segítségével meg tudunk állapítani egy effektív szilárdságot módosító tényezőt, mely figyelembe veszi az üvegtábla méretét és az igénybevételek keltette feszültségeloszlást.

A szerkezeti üveglemezek jelentős hányada hőedzésen esik át, így bonyolult feszültségmező keletkezik a tökéletesnek feltételezett belső térfo-gatban.

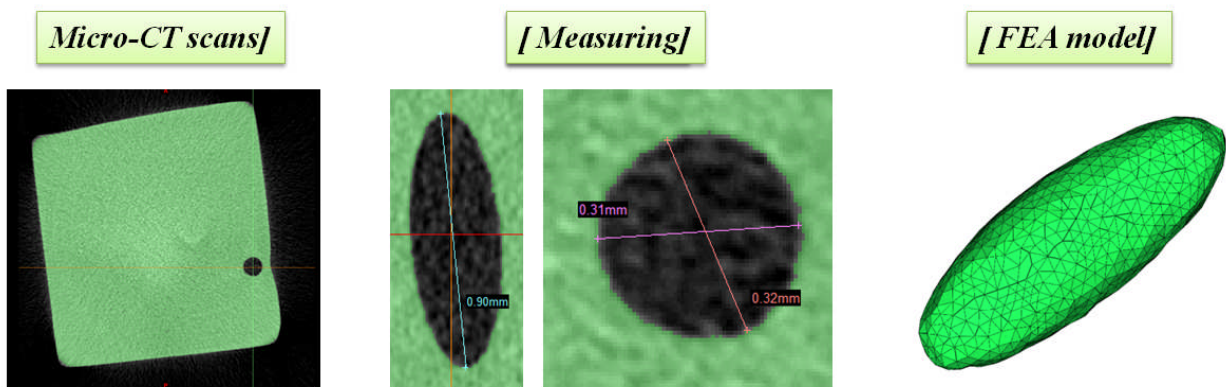
A vizsgálat rámutathat a feldolgozás során tönkrement üvegtáblák töréseinek okára, így fejlesztve az edzés paraméter beállítását.

I used the same prescribed displacements on the RVE with the inclusions – perpendicular tension (X direction) to bubble, parallel tension (Y direction) to the bubble and tension in both directions. **Table 4** shows the results of a void placed in the glass. On the figures in Table 4 you can see, that a few millimetre size bubble could generate a great strain peak in the glass, so more work is needed in this case.

Therefore we need the statistical distribution of the inhomogeneities. We need information about the position, and the quantity of the inclusions. With statistical information of the distribution and the geometry we could perform defect analysis using homogenisation schemes.

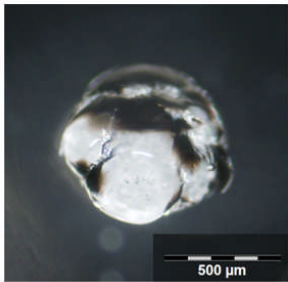
With the analysis we are able to determine the mechanical effect of the inclusions in structural glass. We will be able to describe a size effect coefficient which refers to the defects not on the surface but in the glass inner structure. It is relevant because structural glass is used in tempered form, so a special tension stress distribution appears inside the glasses volume.

With the calculated data we can prevent premature failure and the production process could be improved.

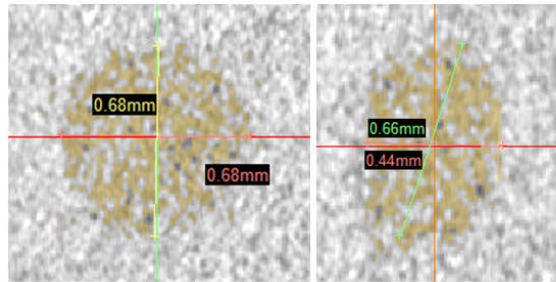


6. ábra A légzárványok végeeselemes geometriájának építése  $\mu$ CT segítségével  
Figure 6 Building FEM geometry of a bubble using  $\mu$ CT

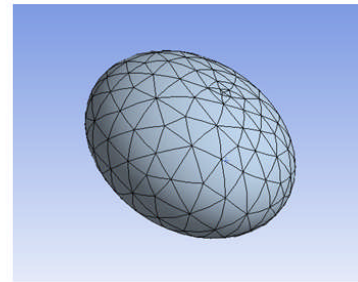
[ Optical image ]



[ Geometry ]

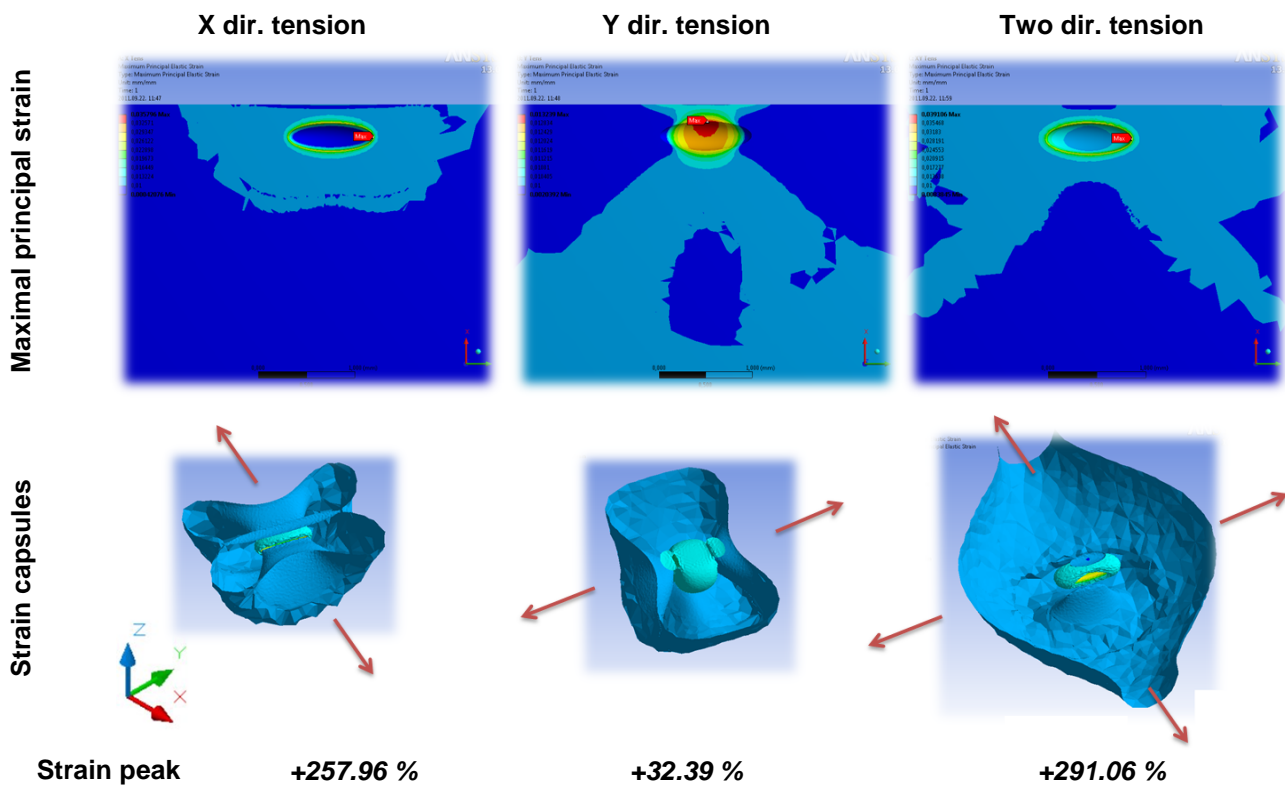


[ Finite element model ]



7. ábra A merev zárványok végesselemes geometriájának építése  $\mu$ CT segítségével  
Figure 7 FEM geometry of a batch using  $\mu$ CT

4. táblázat Zárványokkal kapcsolatos eredmények  
Table 4 Results on the inclusions



## ÖSSZEFOGLALÁS

A szerkezeti üvegek mezoszerkezetén végzett mikroszkopikus vizsgálatok megfelelő módon előkészítettek egy átfogó mechanikai elemzést, melynek célja lehet egy esetleges szabványmódosítás is.

A vizsgálatok során arra az eredményre jutunk, hogy a gyártás során az üvegtáblába kerülő légzárványoknak különböző méretű és arányú orsószféroid alakjuk van. A  $\mu$ CT vizsgálatok alapján a táblában található fel nem olvadt alapanyag-szemcséket szintén forgási ellipszoid alakú lencseszféroiddal közelíthetjük. Az ellipszoid geo-

## SUMMARY

The microscopic investigation on the mesostructure of structural glass prepared a mechanical examination, which could lead to standard modification.

During the examination we found that the bubble inhomogenities have a prolate spheroid shape, with different size, and ratio. The batch had an oblate spheroid form. With the geometrical information we could find analytical solutions on ellipsoidal shape inclusions. With the help of the solutions we can make homogenisation techniques to determine the effect of the inclusions in glass.

metriai méreteinek birtokában, mint numerikus, mint analitikus módszerek segítségével meg tudjuk határozni a pontos feszültségmezőt, a zárvány feszültségkoncentrációját. Ezzel a módszerrel ki tudjuk számolni a zárványok hatását az üvegtábla effektív szilárdságára.

Fontos eredmény, hogy az élmegmunkálás van még mindig a legjelentősebb hatással a táblaa effektív szilárdságára. Az építőiparban használt számolt és feszültségkoncentrációit további megmunkálással (polírozással) csökkenteni tudjuk.

A numerikus vizsgálatok alapján arra tudunk következtetni, hogy az üveg felületének érdessége, így a feszültségcsúcsok nagysága is növekszik a használat során.

További feladataink közé tartozik, hogy folytassuk a zárványok mechanikai hatásának kiszámítását, és egy a méretre jellemző tényezővel módosítsuk az üvegtáblák effektív szilárdságát, ajánlasként a szabvány módosítására.

Végeredményképpen kijelenthetjük, hogy az üveg mezostruktúrája jelentős hatással van a szerkezetek effektív, makroszkopikus szilárdságára, így a több szintű méretezési elvek figyelembevételével optimálissá tehető a mindennapi tervezés.

## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Guardian Magyarország Kft.-nek, a táblák széléből vett mintákat az OROSházaGLAS Kft.-nek köszönhetjük, melyekért nagyon hálásak vagyunk.

A munka szakmai tartalma kapcsolódik a "Minőségorientált, összehangolt oktatási és K+F+I stratégia, valamint működési modell kidolgozása a Műegyetemen" c. projekt szakmai célkitűzéseinek megvalósításához. A projekt megvalósítását az Új Széchenyi Terv TÁMOP-4.2.1/B-09/1/KMR-2010-0002 programja támogatja

## IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Molnár, G., The Mechanical Behaviour of Laterally Loaded Laminated Structural Glass, 11th Hungarian Conference on Theoretical and Applied Mechanics. Miskolc, Hungary, 29/08/2011-31/08/2011.
- [2] M. Haldimann, A. Luible, M. Overend, Structural Use of Glass, Structural Engineering Document 10 IABSE, AIPC, IVBH pp. 85-106. 2008.
- [3] Wörner, J.-D., Schneider, J., Fink, A.: Glasbau. Grundlagen, Berechnungen, Konstruktion. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, p. 66. (2001).
- [4] EN 1288-3:2000: "Glass in Building – Determination of the bending strength of glass – Part 3: Test with specimen supported at two points (four-point bending)", CEN, Brussels; pp. 8-11, (2000).
- [5] Rountree C.L., Prades, S., Bonamya, D., Bouchaud, E., Kalia, R., Guillot, C., A unified study of crack propagation in amorphous silica: Using experiments and simulations, Journal of Alloys and Compounds 434–435 (2007).
- [6] Kern, W., Puotinen, D.A. Cleaning solutions based on hydrogen peroxide for use in silicon semiconductor technology. RCA Review, June, pp. 187-206, (1970).

- [7] Henke, L., Nagy, N., Krull, U.J., An AFM determination of the effects on surface roughness caused by cleaning of fused silica and glass substrates in the process of optical biosensor preparation, *Biosensors and Bioelectronics* 17, pp. 547-555, (2002). (doi:10.1016/S0956-5663(02)00012-X)
- [8] Molnár, L.M.; Mojzes, I.; *Nanotechnológia* (in Hungarian), Műegyetem Kiadó, 2007. Chapter 5, p. 75.
- [9] Hounsfield G. N.: Computerized transverse axial scanning (tomography): Part 1. Description of system, *British Journal of Radiology*, 46, pp. 1016-1022 (1973). (doi: 10.1259/0007-1285-46-552-1016)