



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0035835

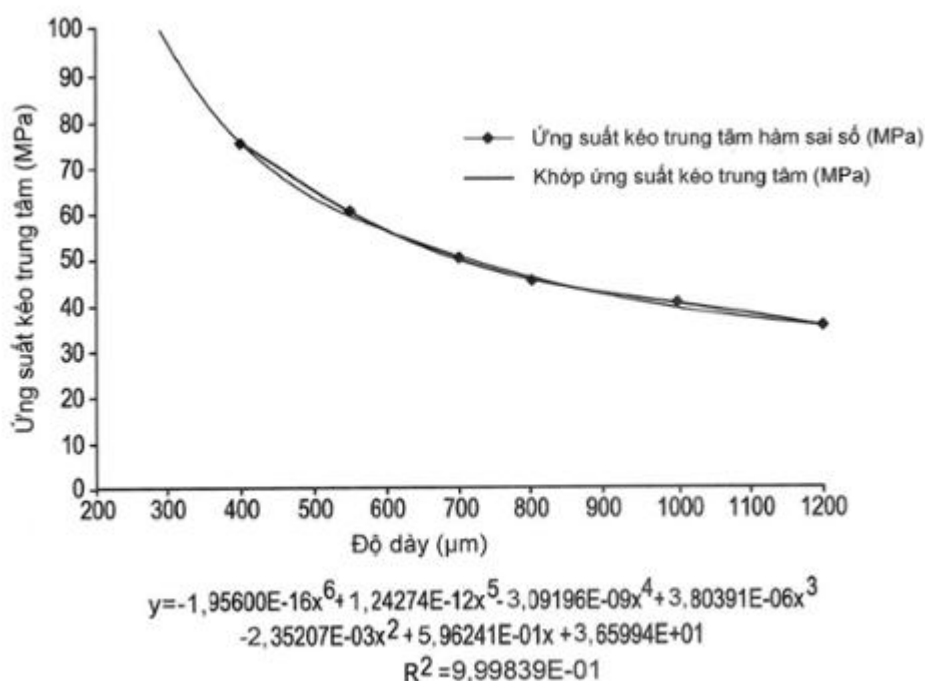
(51)^{2020.01} C03C 21/00; C03C 3/097

(13) B

- (21) 1-2022-01161 (22) 04/11/2015
(62) 1-2017-01837
(86) PCT/US2015/058919 04/11/2015 (87) WO2016/073539 12/05/2016
(30) 62/074,872 04/11/2014 US
(45) 25/05/2023 422 (43) 25/05/2022 410
(73) CORNING INCORPORATED (US)
1 Riverfront Plaza, Corning, New York 14831, United States of America
(72) ORAM, Pascale (US); ROUSSEV, Rostislav Vatchev (BG); SCHNEIDER, Vitor
Marino (US); YOUNG, Emily Elizabeth (US).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) VẬT PHẨM THỦY TINH

(57) Sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh có biên dạng ứng suất sâu không dễ vỡ được gia cường bằng quy trình trao đổi ion (IOX) kép hoặc hai bước, trong đó bước IOX thứ nhất dẫn đến độ sâu của lớp chịu nén FSM_DOL > 0,1•t hoặc, theo một số phương án, FSM_DOL > 0,15•t, trong đó t là độ dày của thủy tinh. Vật phẩm thủy tinh có ứng suất nén CS1 tại bề mặt sau bước IOX thứ nhất là từ 100 MPa đến 400 MPa hoặc, theo một số phương án, từ 150 MPa đến 300 MPa. Sau bước IOX thứ nhất là bước IOX thứ hai, dẫn đến ứng suất nén “mũi nhọn” CS2 tại bề mặt sau bước IOX thứ hai là lớn hơn 500 MPa hoặc, theo một số phương án, 700 MPa.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh có các biên dạng ứng suất. Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh có các biên dạng ứng suất nén sâu. Cụ thể hơn nữa là, sáng chế đề cập đến vật phẩm thủy tinh có các biên dạng ứng suất nén sâu và thể hiện đặc tính không dễ vỡ. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp gia cường vật phẩm thủy tinh.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thủy tinh được gia cường hóa học được sử dụng rộng rãi trong các bộ phận hiển thị cho các thiết bị điện tử cầm tay như điện thoại, thiết bị vi tính dạng sổ (notebook) và các thiết bị tương tự. Sự gia cường hóa học tạo ra lớp chịu nén ở bề mặt của thủy tinh và vùng kéo trong phần trung tâm của thủy tinh. Ứng suất nén (Compressive stress - CS) và độ sâu của lớp (độ sâu của lớp - DOL) được xác định điển hình từ các phép đo ứng suất bề mặt (surface stress measurement - FSM) sử dụng các thiết bị đo có bán trên thị trường như, ví dụ, FSM-6000, máy đo ứng suất bề mặt được sản xuất bởi Luceo Co., Ltd. (Tokyo, Nhật Bản) hoặc các thiết bị đo tương tự.

Đối với các vật phẩm thủy tinh gia cường trong đó các lớp ứng suất nén kéo dài đến các độ sâu sâu hơn bên trong thủy tinh, kỹ thuật FSM có thể gặp phải các vấn đề về sự tương phản ảnh hưởng đến trị số DOL quan sát được. Ở các trị số DOL sâu hơn, có thể có sự tương phản không thích hợp giữa phổ TE và TM, do đó khiến cho việc tính toán khác biệt giữa phổ TE và TM – và việc xác định chính xác DOL – trở nên khó khăn hơn. Hơn nữa, việc phân tích bằng phần mềm FSM cũng không có khả năng xác định biên dạng ứng suất nén (tức là, sự biến thiên ứng suất nén dưới dạng hàm số của độ sâu trong thủy tinh). Ngoài ra, kỹ thuật FSM cũng không thể xác định được độ sâu của lớp thu được từ sự trao đổi ion của các nguyên tố nhất định như, ví dụ, trao đổi ion giữa natri và lithi, mà có mặt trong thủy tinh.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế mở rộng khoảng biên dạng ứng suất nén khả dĩ. Các cải biến đối với hệ thống đo lường dựa trên thiết bị đo Orihara FSM đã cho phép đo các thủy tinh được gia cường hóa học với độ sâu "siêu sâu" của lớp chịu nén DOL; tức là, các mẫu thủy tinh có độ sâu của lớp chịu nén lớn hơn khoảng 120 μm và, theo một số phương án, lớn hơn

khoảng 140 μm với độ lệch chuẩn khoảng 4 μm , như được xác định bằng các phép đo ứng suất bề mặt/FSM (dưới đây được gọi là “FSM_DOL” hoặc đơn giản là “DOL”). Theo một số phương án, DOL có thể là khoảng 186 μm với độ lệch chuẩn khoảng 10 μm đã thu được. Các thủy tinh là không dễ vỡ – tức là, các thủy tinh không thể hiện đặc tính dễ vỡ (vỡ vụn hoặc vỡ tan) khi va chạm hoặc tấn công.

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được gia cường. Vật phẩm thủy tinh này có độ dày t và lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp (depth of layer - DOL) là lớn hơn $0,1 \cdot t$. Vật phẩm thủy tinh có ứng suất nén (ứng suất nén - CS) tối đa tại bề mặt là lớn hơn khoảng 500 MPa, biên dạng ứng suất có vùng mũi nhọn trong khoảng từ khoảng 1 μm đến khoảng 30 μm . Biên dạng ứng suất trong vùng mũi nhọn này có độ dốc. Độ dốc này có trị số tuyệt đối lớn hơn khoảng 20 MPa/ μm .

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh có độ dày t nằm trong khoảng từ khoảng 0,2 mm đến khoảng 1,5 mm, lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp DOL hoặc độ sâu chịu nén (depth of compression - DOC), và vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý (center tension - CT) kéo dài từ độ sâu của lớp hoặc độ sâu chịu nén đến trung tâm của thủy tinh tại độ dày $t/2$. Ứng suất kéo trung tâm vật lý CT là lớn hơn $|-1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994|$, và vật phẩm thủy tinh có tổng năng lượng đàn hồi được chuẩn hóa theo độ dày của thủy tinh $E_{\text{tổng}}$, trong đó $(E_{\text{tổng}}/t) = 174,75 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh có độ dày t nằm trong khoảng từ khoảng 0,3 mm đến khoảng 1 mm, lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp DOL hoặc độ sâu chịu nén (depth of compression - DOC), và vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý (center tension - CT) kéo dài từ độ sâu của lớp hoặc độ sâu chịu nén đến trung tâm của thủy tinh tại độ dày $t/2$. Ứng suất kéo trung tâm vật lý CT là lớn hơn $|-1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994|$, và có năng lượng đàn hồi được dự trữ ở phần bên trong của mẫu trong vùng kéo là $E_{\text{bên trong}}$, trong đó $(E_{\text{bên trong}}/t) = 30 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật phẩm thủy tinh được gia cường bằng quy trình trao đổi ion (ion exchange - IOX) hai bước và có biên dạng ứng suất. Vật

phẩm thủy tinh này có độ dày t nằm trong khoảng từ khoảng 0,4 mm đến khoảng 1 mm và trung tâm tại $t/2$, lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp DOL hoặc độ sâu chịu nén DOC, và vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý CT kéo dài từ độ sâu của lớp đến trung tâm của vật phẩm thủy tinh. Vật phẩm thủy tinh này có ứng suất nén CS1 ở bề mặt sau bước trao đổi ion thứ nhất là nằm trong khoảng từ 100 MPa đến 400 MPa và, theo một số phương án, nằm trong khoảng từ 150 MPa đến 300 MPa, và độ sâu của lớp FSM_DOL là lớn hơn $0,1 \cdot t$ hoặc, theo một số phương án, là lớn hơn $0,15 \cdot t$ sau bước trao đổi ion thứ nhất. Sau bước trao đổi ion thứ nhất là bước trao đổi ion thứ hai, sau đó vật phẩm thủy tinh có ứng suất nén CS2 ở bề mặt là lớn hơn khoảng 500 MPa hoặc, theo một số phương án, lớn hơn 700 MPa, và có biên dạng ứng suất có vùng mũi nhọn trong phạm vi từ khoảng bề mặt đến khoảng 30 μm hoặc, theo một số phương án, đến khoảng 8 μm -15 μm . Biên dạng ứng suất trong vùng mũi nhọn có độ dốc, độ dốc này có trị số tuyệt đối lớn hơn khoảng 20 MPa/ μm .

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp gia cường vật phẩm thủy tinh. Vật phẩm thủy tinh này có độ dày t and trung tâm tại $t/2$. Phương pháp này bao gồm các bước: trao đổi ion vật phẩm thủy tinh trong bể trao đổi ion thứ nhất chứa muối kali và ít nhất 30% trọng lượng muối natri để tạo ra lớp chịu nén có ứng suất nén CS1 tại bề mặt là từ khoảng 100 MPa đến khoảng 400 MPa, lớp chịu nén này kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp FSM_DOL lớn hơn $0,1 \cdot t$, hoặc độ sâu chịu nén DOC, và vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý CT kéo dài từ độ sâu của lớp hoặc độ sâu chịu nén đến trung tâm của vật phẩm thủy tinh; và trao đổi ion vật phẩm thủy tinh trong bể trao đổi ion thứ hai chứa ít nhất 90% trọng lượng muối kali để tạo ra vùng mũi nhọn kéo dài từ bề mặt đến khoảng 30 μm dưới bề mặt. Vùng mũi nhọn có ứng suất nén CS tối đa tại bề mặt là lớn hơn khoảng 500 MPa, trong đó biên dạng ứng suất trong vùng mũi nhọn có độ dốc, độ dốc này có trị số tuyệt đối là lớn hơn khoảng 20 MPa/ μm .

Các khía cạnh này và các khía cạnh khác, các ưu điểm, và các dấu hiệu nổi bật của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng từ phần mô tả chi tiết dưới đây, các hình vẽ kết hợp, và các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là đồ thị về các trị số điển hình của ứng suất kéo trung tâm vật lý (MPa) giới hạn dưới dạng hàm số của độ dày mẫu;

Fig.2 là đồ thị về biên dạng ứng suất của mẫu trao đổi ion hai lần;

Fig.3 là bản đồ về vùng cần quan tâm đối với thủy tinh nhôm silicat kiềm có hệ số Poát-xông $\nu = 65$ GPa và môđun Young $E = 65$ GPa;

Fig.4 là bản đồ thứ hai về vùng cần quan tâm đối với trường hợp thủy tinh nhôm silicat kiềm có hệ số Poát-xông $\nu = 65$ GPa và môđun Young $E = 65$ GPa;

Fig.5 là ví dụ về biên dạng ứng suất nén đối với mẫu thủy tinh không dễ vỡ được gia cường bằng cách sử dụng bước trao đổi ion thứ nhất 32,1 giờ ở nhiệt độ 460°C trong bể chứa 57% trọng lượng NaNO_3 và 53% trọng lượng KNO_3 ; và

Fig.6 là ví dụ về biên dạng ứng suất nén đối với thủy tinh có độ dày 500 μm .

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong phần mô tả dưới đây, các số chỉ viện dẫn giống nhau biểu thị các phần giống nhau hoặc tương ứng trong một số hình được thể hiện trên các hình vẽ. Cũng cần hiểu rằng, trừ khi có quy định khác, các thuật ngữ như “đỉnh”, “đáy”, “hướng ra ngoài”, “hướng vào trong”, và các từ tương tự là các từ dùng cho thuận tiện và không được hiểu là các thuật ngữ giới hạn. Ngoài ra, bất kỳ khi nào một nhóm được mô tả dưới dạng chứa ít nhất một trong nhóm các yếu tố và các kết hợp của chúng, thì cần hiểu rằng, nhóm này có thể chứa, về cơ bản là gồm, hoặc gồm một số bất kỳ trong số các yếu tố được nêu, riêng rẽ hoặc kết hợp với nhau. Tương tự, bất kỳ khi nào một nhóm được mô tả dưới dạng gồm ít nhất một trong nhóm các yếu tố và các kết hợp của chúng, thì cần hiểu rằng, nhóm này có thể gồm một số bất kỳ trong số các yếu tố được nêu, riêng rẽ hoặc kết hợp với nhau. Trừ khi có quy định khác, các khoảng trị số, khi được nêu, gồm cả giới hạn trên và giới hạn dưới của khoảng này cũng như các khoảng bất kỳ giữa chúng. Như được sử dụng ở đây, các danh từ không xác định số lượng có nghĩa là “ít nhất một” hoặc “một hoặc nhiều”, trừ khi có quy định khác. Cũng cần hiểu rằng, các dấu hiệu khác nhau được bộc lộ trong bản mô tả và các hình vẽ có thể được sử dụng trong kết hợp bất kỳ và tất cả các kết hợp.

Như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ “vật phẩm thủy tinh” và “các vật phẩm thủy tinh” được sử dụng theo nghĩa rộng nhất của chúng và gồm đối tượng bất kỳ được làm toàn bộ hoặc một phần bằng thủy tinh. Trừ khi có quy định khác, tất cả các thành phần cấu tạo được biểu thị theo phần trăm mol (% mol).

Lưu ý là, các thuật ngữ "hầu như" và "khoảng" có thể được sử dụng ở đây để biểu thị mức độ không chắc chắn vốn có mà có thể là thuộc tính của sự so sánh định lượng, trị số, số đo, hoặc sự biểu thị khác. Các thuật ngữ này cũng được sử dụng ở đây để biểu thị mức độ mà qua đó sự biểu thị định lượng có thể thay đổi so với giá trị tham chiếu được nêu mà không dẫn đến sự thay đổi về chức năng cơ sở của đối tượng ở vấn đề đó. Do đó, thủy tinh mà “hầu như không có MgO” là thủy tinh mà trong đó MgO không được bổ sung hoặc đưa vào một cách chủ động, nhưng có thể có mặt với lượng rất nhỏ dưới dạng tạp chất - ví dụ, dưới khoảng 0,1% mol.

Liên quan đến các hình vẽ nói chung và cụ thể là đến Fig. 1, cần hiểu rằng các minh họa là chỉ nhằm mục đích mô tả các phương án cụ thể và không được dự tính là giới hạn phân bố lộ hoặc các yêu cầu bảo hộ kèm theo ở đó. Các hình vẽ không nhất thiết phải theo tỷ lệ, và các dấu hiệu nhất định và các mặt nhất định của các hình vẽ này có thể được thể hiện một cách phóng đại về tỷ lệ hoặc dưới dạng sơ đồ nhằm mục đích rõ ràng và ngắn gọn.

Được mô tả ở đây là các thủy tinh được gia cường hóa học với DOL "siêu sâu"; tức là, các mẫu thủy tinh có độ sâu của lớp chịu nén lớn hơn khoảng 120 μm và, theo một số phương án, lớn hơn khoảng 140 μm với độ lệch chuẩn khoảng 4 μm , như được xác định bằng các phép đo ứng suất bề mặt/FSM (dưới đây được gọi là “FSM_DOL” hoặc đơn giản là “DOL”). Theo một số phương án, DOL có thể là khoảng 186 μm với độ lệch chuẩn khoảng 10 μm .

Các thủy tinh được mô tả ở đây là các thủy tinh nhôm silicat kiềm có thể trao đổi ion, các thủy tinh này, theo một số phương án, có thể được tạo ra bằng các quy trình kéo xuôi, như quy trình kéo qua khe, hoặc quy trình kéo dung hợp mà đã biết trong lĩnh vực này. Theo các phương án cụ thể, các thủy tinh này có thể có độ nhót đường lòng ít nhất là khoảng 100 kiloPoa (kP), hoặc ít nhất là khoảng 130 kP. Theo một phương án, thủy tinh nhôm silicat kiềm chứa SiO_2 , Al_2O_3 , P_2O_5 , và ít nhất một oxit kim loại kiềm (R_2O), trong đó $0,75 \leq [(\text{P}_2\text{O}_5(\% \text{ mol}) + \text{R}_2\text{O}(\% \text{ mol})) / \text{M}_2\text{O}_3 (\% \text{ mol})] \leq 1,2$, trong đó $\text{M}_2\text{O}_3 = \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3$. Theo một số phương án, thủy tinh nhôm silicat kiềm chứa hoặc cơ bản chứa: từ khoảng 40% mol đến khoảng 70% mol SiO_2 ; từ 0% mol đến khoảng 28% mol B_2O_3 ; từ 0% mol đến khoảng 28% mol Al_2O_3 ; từ khoảng 1% mol đến khoảng 14% mol P_2O_5 ; và từ khoảng 12% mol đến khoảng 16% mol R_2O và, theo các phương án nhất định, từ khoảng 40 đến khoảng 64% mol SiO_2 ; từ 0% mol đến khoảng 8% mol

B_2O_3 ; từ khoảng 16% mol đến khoảng 28% mol Al_2O_3 ; từ khoảng 2% mol đến khoảng 12% P_2O_5 ; và từ khoảng 12% mol đến khoảng 16% mol R_2O . Theo một số phương án, $11\% \text{ mol} \leq M_2O_3 \leq 30\% \text{ mol}$; theo một số phương án, $13\% \text{ mol} \leq R_xO \leq 30\% \text{ mol}$, trong đó R_xO là tổng của các oxit kim loại kiềm, các oxit kim loại kiềm thổ, và các monoxit kim loại chuyển tiếp có trong thủy tinh; và theo các phương án khác nữa, thủy tinh này không chứa lithi. Các thủy tinh này được mô tả trong đơn yêu cầu cấp patent số 13/305,271, tên sáng chế là “Ion Exchangeable Glass with Deep Compressive Layer and High Damage Threshold,” nộp ngày 28/11/2011, của Dana Craig Bookbinder et al. và yêu cầu quyền ưu tiên đối với đơn yêu cầu cấp patent Mỹ tạm thời số 61/417,941, nộp ngày 30/11/2010, và có tên sáng chế giống như vậy, nội dung của các đơn này được kết hợp vào đây hoàn toàn bằng cách viện dẫn.

Theo các phương án nhất định, thủy tinh nhôm silicat kiềm chứa ít nhất khoảng 4% mol P_2O_5 , trong đó $(M_2O_3(\% \text{ mol})/R_xO(\% \text{ mol})) < 1$, trong đó $M_2O_3 = Al_2O_3 + B_2O_3$, và trong đó R_xO là tổng các oxit cation hóa trị một và hóa trị hai có trong thủy tinh nhôm silicat kiềm. Theo một số phương án, các oxit cation hóa trị một và hóa trị hai được chọn từ nhóm gồm Li_2O , Na_2O , K_2O , Rb_2O , Cs_2O , MgO , CaO , SrO , BaO , và ZnO . Theo một số phương án, thủy tinh không chứa lithi và về cơ bản là chứa từ khoảng 40% mol đến khoảng 70% mol SiO_2 ; từ khoảng 11% mol đến khoảng 25% mol Al_2O_3 ; từ khoảng 4% mol đến khoảng 15% mol P_2O_5 ; từ khoảng 13% mol đến khoảng 25% mol Na_2O ; từ khoảng 13 đến khoảng 30% mol R_xO , trong đó R_xO là tổng của các oxit kim loại kiềm, các oxit kim loại kiềm thổ, và các monoxit kim loại chuyển tiếp có trong thủy tinh; từ khoảng 11 đến khoảng 30% mol M_2O_3 , trong đó $M_2O_3 = Al_2O_3 + B_2O_3$; từ 0% mol đến khoảng 1% mol K_2O ; từ 0% mol đến khoảng 4% mol B_2O_3 , và 3% mol hoặc ít hơn của một hoặc nhiều oxit trong số TiO_2 , MnO , Nb_2O_5 , MoO_3 , Ta_2O_5 , WO_3 , ZrO_2 , Y_2O_3 , La_2O_3 , HfO_2 , CdO , SnO_2 , Fe_2O_3 , CeO_2 , As_2O_3 , Sb_2O_3 , Cl , và Br ; thủy tinh này không chứa lithi; và $1,3 < [(P_2O_5 + R_2O)/M_2O_3] \leq 2,3$, trong đó R_2O là tổng của các oxit cation hóa trị một có trong thủy tinh. Thủy tinh được mô tả trong patent Mỹ số 9,156,724 của Timothy M. Gross, tên sáng chế là “Ion Exchangeable Glass with High Crack Initiation Threshold”, nộp ngày 15/11/2012, và patent Mỹ số 8,756,262 của Timothy M. Gross, tên sáng chế là “Ion Exchangeable Glass with High Crack Initiation Threshold”, nộp ngày 15/11/2012, cả hai đơn này đều yêu cầu hưởng quyền ưu tiên từ đơn yêu cầu cấp patent Mỹ tạm thời số 61/560,434 nộp ngày

16/11/2011. Toàn bộ nội dung của patent và đơn nêu trên được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Các mẫu thủy tinh có DOL siêu sâu với đơn vị μm được gia cường hóa học trong các bể trao đổi ion có các mức “gây độc” khác nhau – tức là, các bể muối kali bị “nhiễm độc” bằng muối natri), và số mẫu này được phát hiện là không thể hiện đặc tính dễ vỡ (vỡ vụn và vỡ tan khi va chạm hoặc tấn công, thường là làm cản trở) mặc dù vượt quá giới hạn đã được xem như là giới hạn ứng suất kéo trung tâm CT trên đây mà với giới hạn này thì thường thấy đặc tính dễ vỡ này, do đó xác nhận rằng tổng các tiêu chuẩn năng lượng dẫn dắt tính dễ vỡ trong các trường hợp này. Do đó, các thủy tinh thể hiện đặc tính không dễ vỡ theo chế độ mà đặc tính này không được nghĩ đến.

Đặc tính dễ vỡ được đặc trưng bằng ít nhất một trong số các yếu tố: vỡ vật phẩm thủy tinh gia cường (ví dụ, tấm hoặc phiến) thành nhiều mảnh nhỏ (ví dụ, ≤ 1 mm); số mảnh được tạo ra trên một đơn vị diện tích vật phẩm thủy tinh; sự phân nhánh vết nứt nhiều từ một vết rạn nứt ban đầu trong vật phẩm thủy tinh; bản mạnh ít nhất là một mảnh đến khoảng cách quy định (ví dụ, khoảng 5 cm, hoặc khoảng 2 in) từ vị trí ban đầu của nó; và các kết hợp của bất kỳ trong số các đặc tính vỡ (kích cỡ và mật độ), nứt, và bản nêu trên. Như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ “đặc tính dễ vỡ” và “tính dễ vỡ” chỉ các phương thức vỡ mạnh hoặc mãnh liệt của vật phẩm thủy tinh gia cường không có các yếu tố kìm chế bên ngoài bất kỳ, như các lớp phủ, các lớp dính, hoặc các yếu tố tương tự. Mặc dù các lớp phủ, các lớp dính, và các yếu tố tương tự có thể được sử dụng kết hợp với các vật phẩm thủy tinh gia cường được mô tả ở đây, nhưng các yếu tố kìm chế bên ngoài này không được sử dụng khi xác định tính dễ vỡ hoặc đặc tính dễ vỡ của các vật phẩm thủy tinh.

Đặc tính dễ vỡ và đặc tính không dễ vỡ của các vật phẩm thủy tinh được gia cường có thể được xác định bằng thử nghiệm va chạm điểm sử dụng thiết bị như, ví dụ, mũi cưa có đầu vonfram cacbua, mũi cưa này phân phối đến bề mặt của vật phẩm thủy tinh một lực mà chỉ đủ để giải phóng năng lượng dự trữ bên trong có trong vật phẩm thủy tinh được gia cường này. Nghĩa là, lực va chạm điểm là đủ để tạo ra ít nhất một vết nứt mới ở bề mặt của tấm thủy tinh gia cường và kéo dài vết nứt qua vùng ứng suất nén CS (tức là, độ sâu của lớp) vào đến vùng mà nằm dưới ứng suất kéo trung tâm CT.

Do đó, các thủy tinh được gia cường hóa học được mô tả ở đây là “không dễ vỡ” – tức là, chúng không thể hiện đặc tính dễ vỡ như được mô tả trên đây khi bị va chạm bởi đối tượng có mũi nhọn.

Được mô tả ở đây là các vật phẩm thủy tinh được gia cường hóa học có $FSM_DOL > 0,1 \cdot t$ và, theo một số phương án, $FSM_DOL > 0,15 \cdot t$, trong đó t là độ dày của mẫu. Các thủy tinh được gia cường trong bể trao đổi ion chứa muối kali mà bị “nhiễm độc” bằng muối natri như $NaNO_3$ với lượng lớn hơn khoảng 30% trọng lượng. Độ dày t là nằm trong khoảng từ khoảng 400 μm (0,4 mm) đến khoảng 2000 μm (2 mm).

Các mẫu cũng có thể được gia cường bằng cách sử dụng quy trình trao đổi ion hai bước (IOX hai lần) để gia tăng thêm nữa ứng suất nén ở bề mặt của thủy tinh và do đó tạo ra ứng suất nén “mũi nhọn” ở bề mặt và kéo dài đến độ sâu khoảng 30 μm dưới bề mặt, và DOL "siêu sâu" khoảng 150 μm mà không thể hiện tính dễ vỡ.

Sáng chế đề xuất các mẫu DOL siêu sâu sử dụng quy trình IOX hai lần với độ sâu của lớp FSM_DOL mũi nhọn và được đo bằng FSM là lớn hơn 120 μm , theo một số phương án, nằm trong khoảng từ khoảng 140 μm đến khoảng 150 μm , và, trong các phương án khác nữa, có thể đạt đến FSM_DOL ít nhất kháng 186 μm . Các mẫu được trao đổi ion hai lần này với ứng suất nén mũi nhọn có ứng suất nén tối đa nằm trong khoảng từ khoảng 800 MPa đến khoảng 900 MPa và không dễ vỡ.

Ứng suất nén CS và độ sâu của lớp DOL được đo bằng cách sử dụng các biện pháp đã được biết trong lĩnh vực này. Các biện pháp này bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, đo ứng suất bề mặt (FSM) sử dụng các dụng cụ có sẵn trên thị trường như FSM-6000, được sản xuất bởi Luceo Co., Ltd. (Tokyo, Japan), hoặc dụng cụ tương tự và các phương pháp đo ứng suất nén và độ sâu của lớp được mô tả theo tiêu chuẩn ASTM 1422C-99, với tiêu đề “Standard Specification for Chemically Strengthened Flat Glass,” và tiêu chuẩn ASTM 1279.19779 “Standard Test Method for Non-Destructive Photoelastic Measurement of Edge and Surface Stresses in Annealed, Heat-Strengthened, and Fully-Tempered Flat Glass,” toàn bộ nội dung của các tiêu chuẩn nêu trên được kết hợp ở đây bằng cách tham khảo. Các số đo ứng suất bề mặt dựa trên phép đo chính xác về hệ số ứng suất quang (stress optical coefficient: SOC), hệ số này có liên quan đến tính lưỡng chiết quang của thủy tinh. Sau đó, SOC được đo bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, như phương pháp sợi và bốn điểm uốn, cả hai phương

pháp này được mô tả theo tiêu chuẩn ASTM C770-98 (2008), với tiêu đề “Standard Test Method for Measurement of Glass Stress-Optical Coefficient,” toàn bộ nội dung của tiêu chuẩn này được kết hợp ở đây bằng cách tham khảo, và phương pháp xi lanh khối.

Như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ “DOL” và “FSM_DOL” chỉ độ sâu của lớp chịu nén như được xác định bằng các phép đo ứng suất bề mặt.

Đối với các vật phẩm thủy tinh gia cường trong đó các lớp ứng suất nén kéo dài đến các độ sâu sâu hơn bên trong thủy tinh, kỹ thuật FSM có thể gặp phải các vấn đề về sự tương phản ảnh hưởng đến trị số DOL quan sát được. Ở các độ sâu sâu hơn của lớp chịu nén, có thể có sự tương phản không thích hợp giữa phổ TE và TM, do đó khiến cho việc tính toán khác biệt giữa các phổ của các phương thức quang học biên đối với sự phân cực TM và TE – và sự xác định chính xác DOL – trở nên khó khăn hơn. Hơn nữa, việc phân tích bằng phần mềm FSM cũng không có khả năng xác định biên dạng ứng suất nén (tức là, sự biến thiên ứng suất nén dưới dạng hàm số của độ sâu trong thủy tinh). Ngoài ra, kỹ thuật FSM cũng không thể xác định được độ sâu của lớp thu được từ sự trao đổi ion của các nguyên tố nhất định trong thủy tinh như, ví dụ, trao đổi ion giữa natri và lithi.

DOL khi được xác định bằng FSM là khá gần với độ sâu chịu nén (DOC) khi DOL là một phần nhỏ r của độ dày t và biên dạng hệ số có sự phân bố độ sâu mà được làm gần đúng một cách hợp lý với biên dạng được cắt cụt đơn tuyến tính. Nếu DOL là phần đáng kể của độ dày, chẳng hạn $DOL \geq 0,1 \cdot t$, thì DOC hầu hết thường thấp hơn một cách đáng kể so với DOL. Ví dụ, trong trường hợp lý tưởng hóa của biên dạng cắt cụt tuyến tính, mối quan hệ $DOC = DOL \cdot (1 - r)$ giữ vững, trong đó $r = DOL/t$.

Độ sâu chịu nén DOL_vật lý, còn được biết như là IWKB_DOL hoặc DOCL (độ sâu của lớp chịu nén - depth of compression layer) được xác định từ phổ của các phương thức quang học biên đối với sự phân cực TM và TE bằng cách sử dụng phương pháp Wentzel–Kramers–Brillouin nghịch đảo (IWKB). Như được sử dụng ở đây, DOL_vật lý chỉ độ sâu tại đó ứng suất có ích là bằng không bên trong thủy tinh. Trị số DOL_vật lý này thường nhỏ hơn FSM_DOL đo được bằng thiết bị đo FSM đối với quy trình trao đổi ion đơn. Đối với các quy trình trao đổi ion hai lần, FSM_DOL đo được không là số đo tin cậy do bản chất của thiết bị đo và thuật toán xử lý số đo.

Hình dạng và giá trị của biên dạng ứng suất trong thủy tinh được trao đổi ion được giới hạn bởi giới hạn tính dễ vỡ đã biết. Giới hạn tính dễ vỡ này thường được biểu hiện về mặt ứng suất kéo trung tâm CT, đây là trị số ứng suất kéo ở trung tâm của thủy tinh tại vị trí x , trong đó $x = \text{độ dày}/2$. Ứng suất kéo trung tâm CT xuất hiện tự nhiên do cân bằng lực của ứng suất được tạo ra bởi mẫu trong quá trình IOX. Tích phân hoặc tổng ứng suất tại mỗi điểm trong phần nén của biên dạng phải bằng với tích phân hoặc tổng ứng suất tại mỗi điểm trong phần kéo của biên dạng, do đó mẫu là phẳng và không bị cong.

Nếu giả sử là biên dạng IOX đơn (SIOX) thì sự khuếch tán được hướng dẫn bằng hàm sai số bổ sung kinh điển. Đã phát hiện ra rằng, công thức vật lý thay đổi theo độ dày thủy tinh như được thể hiện trên Fig.1.

Trên Fig. 1, trị số điển hình của giới hạn ứng suất kéo trung tâm vật lý được phát hiện dưới dạng hàm số của độ dày mẫu đối với trường hợp SIOX, được thể hiện. Đường cong có thể được khớp với số liệu trên Fig. 1 để xác định các trị số ứng suất kéo trung tâm vật lý khác giữa các độ dày từ 200 μm đến 1200 μm . Phương trình dưới đây có thể được sử dụng để mô tả cách trị số CT vật lý kinh điển thay đổi theo độ dày t , được biểu hiện dưới đơn vị micron:

$$CT = -1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994 \quad (1).$$

Khi cố gắng phát hiện các khoảng trị số trong đó mẫu DOL siêu sâu có thể được tạo ra bằng cách sử dụng biên dạng DIOX, thông số quan trọng khác là khái niệm năng lượng đàn hồi. Biên dạng ứng suất điển hình của mẫu thủy tinh được thực hiện quy trình trao đổi ion hai lần (DIOX) được thể hiện bằng biểu đồ trên Fig. 2. Năng lượng dự trữ ở phần bề mặt là thuộc vùng nén và năng lượng dự trữ ở phần bên trong của mẫu là thuộc vùng kéo. Tổng năng lượng $E_{\text{tổng}}$ là tổng của năng lượng ở phần bề mặt cộng với năng lượng ở phần bên trong $E_{\text{bên trong}}$ của mẫu. Hệ số 2 trong các phương trình được thể hiện trên Fig. 2 thể hiện rằng cả hai phía của thủy tinh phải được tích phân và được tính đến. Biên dạng ứng suất được thể hiện trên Fig. 2 có phần đuôi do bước IOX thứ nhất và phần “mũi nhọn” do bước IOX thứ hai. Vị trí của mũi nhọn xuất hiện khi cường độ (tức là, trị số tuyệt đối) của độ dốc của ứng suất gia tăng đến trị số lớn hơn khoảng 20 MPa/ μm .

Năng lượng đàn hồi được dự trữ bởi biến dạng ứng suất được tính theo phương trình

$$W_{\text{đàn hồi}} = \frac{(1-\nu)}{E} \int \sigma^2 dx \quad (2),$$

trong đó ν là hệ số Poát-xông (0,22 đối với thủy tinh được lấy làm ví dụ), E là mô đun Young (khoảng 68 GPa đối với thủy tinh được lấy làm ví dụ), và σ là ứng suất.

Năng lượng đàn hồi (trên một đơn vị diện tích thủy tinh) trong mỗi vùng nén (mỗi năng lượng đàn hồi trên mỗi bề mặt ngoài) là:

$$W_{\text{đàn hồi}}^{\text{nén}} = \frac{1-\nu}{E} \int_0^{D_{OC}} \sigma^2 dx \quad (3).$$

Năng lượng đàn hồi trong vùng kéo từ độ sâu nén đến trung tâm của vật nền thủy tinh là:

$$W_{\text{đàn hồi}}^{\text{kéo}} = \frac{1-\nu}{E} \int_{D_{OC}}^{0.5\tau} \sigma^2 dx \quad (4).$$

Tổng năng lượng đàn hồi được dự trữ trong vật nền này là gấp hai lần tổng năng lượng đàn hồi của một vùng nén đơn và nửa vùng kéo:

$$W_{\text{đàn hồi}}^{\text{tổng}} = 2(W_{\text{đàn hồi}}^{\text{nén}} + W_{\text{đàn hồi}}^{\text{kéo}}) \quad (5).$$

Các đơn vị đối với các lượng trong các phương trình 2-5 là như sau:

đối với ứng suất: $[\sigma] = MPa \equiv 10^6 N/m^2$;

đối với độ sâu: $[x] = \mu m = 10^{-6} m$; và

đối với năng lượng đàn hồi (trên một đơn vị diện tích vật nền) :

$$[W_{\text{đàn hồi}}] = MPa^{-1} * MPa * 10^6 \frac{N}{m^2} * 10^{-6} m \equiv \frac{N \cdot m}{m^2} \equiv \frac{J}{m^2} \equiv \frac{\mu J}{mm^2}.$$

Số đo khác là năng lượng đàn hồi trên đơn vị diện tích vật nền trên đơn vị độ dày của vật nền, được biểu thị dưới dạng $J/m^2 mm$. Đây là thông số phổ biến hơn vì nó độc lập với độ dày của mẫu thủy tinh. Năng lượng đàn hồi theo độ dày của vật nền là có giá trị từ độ dày nằm trong khoảng từ 50 μm đến 2000 μm .

Theo một phương án, tiêu chuẩn tính dễ vỡ có thể được đưa vào dưới dạng tổng năng lượng được chuẩn hóa, mà được xác định là:

$$W_{chuẩn\ hóa}^{tổng} = \frac{W_{đàn\ hồi}^{tổng}}{\left(\frac{1}{E}\right)} = \int_0^{Độ\ dày} \sigma^2 (6),$$

Dựa vào các khái niệm nêu trên, một số thử nghiệm IOX hai lần được thực hiện trên thủy tinh nhôm silicat kiềm có độ dày 0,8 mm, đã được mô tả trong đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 13/305,271, và có thành phần danh nghĩa là khoảng 57% mol SiO₂, 0% mol B₂O₃, khoảng 17% mol Al₂O₃, khoảng 7% P₂O₅, khoảng 17% mol Na₂O, khoảng 0,02% mol K₂O, và khoảng 3% mol MgO. Ở đây, việc khai căn biên dạng ứng suất chi tiết sử dụng thuật toán trên cơ sở IWKB được thực hiện. Phương pháp được mô tả trong patent Mỹ số 9,140,543, tên sáng chế là “Systems and Methods for Measuring the Stress Profile of Ion-Exchanged Glass”, nộp ngày 3/5/2012, bởi Douglas C. Allan et al. và yêu cầu quyền ưu tiên từ đơn yêu cầu cấp patent Mỹ tạm thời số 61/489,800, nộp ngày 25/05/2011, và có tên sáng chế giống như vậy, nội dung của các đơn này được kết hợp vào đây hoàn toàn bằng cách viện dẫn. Quy trình trên cho phép biên dạng ứng suất vật lý gần đúng được khai căn và DOL_vật lý hoặc lớp độ sâu chịu nén (DOCL) trong đó ứng suất cắt qua một cách hiệu quả từ ứng suất nén sang ứng suất kéo tại – và bằng – điểm không được xác định. Bằng cách làm cân bằng lực kéo và lực nén trên toàn bộ mẫu, CT vật lý có thể được tính. Ngoài ra, có thể làm gần đúng các năng lượng đàn hồi ở vùng nén và kéo, cũng như tổng năng lượng đàn hồi. Theo một số phương án, DOL_vật lý là lớn hơn 0,8-t và, theo một số phương án, lớn hơn 0,12-t.

Ví dụ về DOL siêu sâu thu được bằng các quy trình IOX hai lần hay hai bước được liệt kê trong bảng 1a và 1b. Bảng 1a chứa các thông số (thành phần của bể, nhiệt độ, thời gian trao đổi ion) đối với các bể trao đổi ion thứ nhất và thứ hai và các ứng suất nén CS và các độ sâu của lớp DOL, được đo bằng FSM, sau mỗi bước trao đổi ion. Bảng 1b liệt kê tính dễ vỡ của mẫu; độ sâu chịu nén DOC, ứng suất nén CS, và ứng suất kéo trung tâm vật lý CT như được xác định bằng việc xử lý IWKB; năng lượng nén, năng lượng kéo, và tổng năng lượng, và tổng năng lượng được chuẩn hóa đối với độ dày. Mỗi mẫu thủy tinh được liệt kê trong các bảng đều có độ dày 800 μm và thành phần cấu tạo đã được mô tả trên đây. Tất cả các mẫu được thể hiện trên bảng 1a và b đều không dễ vỡ, gồm một số mẫu mà CT vật lý của chúng là như được xác định bằng phương pháp IWKB là nằm trên giới hạn tính dễ vỡ đã được báo cáo CT_{tối đa} = -45 MPa đối với thủy tinh dày 800 μm. Các mẫu này theo dõi năng lượng đàn hồi trong mẫu chặt chẽ hơn, và nếu vùng chính xác của các thông số quy trình và các đích biên dạng ứng

suất CS và DOL của các bước trao đổi ion thứ nhất và thứ hai được đạt đến, thì có thể đạt được độ sâu siêu sâu của lớp và sự nén mà đã được cho là không thể đạt được.

Bảng 1a. Các thông số trao đổi ion đối với các bể trao đổi ion thứ nhất và thứ hai và các ứng suất nén CS và các độ sâu của lớp DOL, được đo bằng FSM với các quy trình IOX hai lần (DIOX) đối với các mẫu thủy tinh nhôm silicat kiềm có độ dày 800 μm .

Mẫu	Bước IOX 1					Bước IOX 2				
	% trọng lượng Na	thời gian (giờ)	Nhiệt độ (°C)	CS1 (FSM) trung bình [MPa]	DOL1 (FSM) trung bình [μm]	% trọng lượng Na	thời gian (giờ)	Nhiệt độ (°C)	CS1 (FSM) trung bình [MPa]	DOL1 (FSM) trung bình [μm]
1	57	15	460	201,5	136,6	0,5	0,25	390	201,5	136,6
2	57	17,5	460	196,7	148,7	0,5	0,25	390	196,7	148,7
3	57	20,1	460	195,8	154,8	0,5	0,25	390	195,8	154,8
4	57	26	460	194,2	163,8	0,5	0,25	390	194,2	163,8
5	57	28	460	192,8	176,6	0,5	0,25	390	192,8	176,6
6	57	32,1	460	189,1	180,4	0,5	0,25	390	189,1	180,4
7	49	15	460	245,5	143,8	0,5	0,25	390	245,5	143,8
8	49	17,25	460	242,0	157,0	0,5	0,25	390	242,0	157,0

Bảng 1b. Tính dễ vỡ của mẫu; độ sâu chịu nén DOC, ứng suất nén CS, và ứng suất kéo trung tâm vật lý CT như được xác định bằng việc xử lý IWKB; năng lượng nén, năng lượng kéo, và tổng năng lượng, và tổng năng lượng được chuẩn hóa đối với độ dày, được xác định cho các mẫu được trao đổi ion hai lần được liệt kê trong bảng 1a.

Mẫu	Tính dễ vỡ	DOC IWKB (μm)	CS IWKB (MPa)	CT IWKB (MPa)	Năng lượng nén (J/m^2)	Năng lượng kéo (J/m^2)	Tổng năng lượng (J/m^2)	Tổng năng lượng ($\text{J}/\text{m}^2 \cdot \text{mm}$)
1	không	96,81	921,38	-38,73	85,08	10,92	96,00	120,00
2	không	100,72	901,46	-40,17	85,47	11,59	97,06	121,33
3	không	107,92	927,36	-43,27	87,49	13,12	100,62	125,77
4	không	115,48	983,50	-46,46	91,15	14,74	105,89	132,36
5	không	117,53	956,90	-47,36	89,02	15,20	104,23	130,28
6	không	124,91	833,79	-50,87	88,14	17,09	105,23	131,54
7	không	103,57	948,16	-48,53	105,13	16,75	121,88	152,35
8	không	108,57	882,65	-51,09	101,20	18,26	119,47	149,33

Độ sâu của lớp DOL1 như được đo bằng thiết bị đo FSM-6000 đối với bước trao đổi ion thứ nhất là nằm trong khoảng từ 136,6 μm đến 180,4 μm và ứng suất nén CS1 là nằm trong khoảng từ 189 MPa đến 245 MPa. Sau bước IOX thứ hai, đỉnh hoặc mũi nhọn CS là nằm trong khoảng từ 852 MPa đến 890 MPa. Mũi nhọn này kéo dài từ bề mặt đến độ sâu khoảng 10 μm đến khoảng 11 μm . Trên thực tế, độ rộng đỉnh có thể có phần được kiểm soát tùy thuộc vào thời gian ngâm trong bể IOX thứ hai. Độ rộng đỉnh từ khoảng 1 μm đến 25 μm và, theo một số phương án, lên đến khoảng 30 μm là khả dĩ đối với vùng mũi nhọn, tùy thuộc vào năng lượng đàn hồi được dự trữ trong mẫu.

Đối với các mẫu thủy tinh có thành phần cấu tạo trên đây với độ dày 800 μm , hai vùng cần quan tâm đã được nhận diện dựa trên các khái niệm về CT vật lý và năng lượng đàn hồi. Vùng cần quan tâm thứ nhất được thể hiện trên Fig. 3, đây là bản đồ về vùng cần quan tâm đối với thủy tinh có hệ số Poát-xông $\nu = 65$ GPa và môđun Young $E = 65$ GPa. Đường trên cùng A trong Fig. 3 là giới hạn tính dễ vỡ mà đã được tin là tồn tại, trong đó $CT = -45$ MPa đối với mẫu dày 800 μm . Đường B trên Fig. 3 là tổng năng lượng đã được chuẩn hóa, là tích phân của bình phương ứng suất. Đường B là giới hạn dưới với trị số $E_{\text{tổng}} = 11,65 \text{ MPa}^2 \cdot \mu\text{m} \times 10^6$, và tương ứng với tổng năng lượng không được chuẩn hóa $E_{\text{tổng}} = 139,8 \text{ J/m}^2$. Chuẩn hóa độ dày, $(E_{\text{tổng}}/t) = 174,75 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$ đối với độ dày $t = 0,8 \text{ mm}$, đây là trị số phổ biến hơn độc lập với độ dày. Vùng cần quan tâm là vùng giữa các đường A và B và có thể được mô tả là vùng trong đó CT vật lý $> |45 \text{ MPa}|$ và $E_{\text{tổng}} < 139,8 \text{ J/m}^2$ đối với độ dày $t = 800 \mu\text{m}$. Đối với độ dày chung, CT vật lý độc lập với độ dày là lớn hơn

$$|-1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994|,$$

trong đó t là độ dày tính theo micron và $(E_{\text{tổng}}/t) = 174,75 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$, trong đó t là độ dày giống như trên, được biểu thị theo milimet, đối với biên dạng IOX kép bất kỳ. Các thông số được mô tả bằng vùng nằm giữa đường A và đường B trên Fig. 3 mô tả mức độ gây độc và thời gian trao đổi ion của bước IOX thứ nhất. Vùng cần quan tâm thứ hai có thể được hình dung với sự giúp đỡ của Fig. 4, hình vẽ này thể hiện bản đồ của vùng cần quan tâm đối với các thủy tinh được mô tả ở đây có hệ số Poát-xông $\nu = 65$ GPa và môđun Young $E = 65$ GPa. Đường trên cùng C là giới hạn tính dễ vỡ mà đã được tin là tồn tại, trong đó $CT = -45$ MPa đối với mẫu dày 800 μm . Đường D là năng lượng được chuẩn hóa được dự trữ ở phần bên trong $E_{\text{bên trong}}$ của mẫu mà ở trong vùng kéo, năng

lượng này là tích phân của bình phương ứng suất từ điểm mà ứng suất cắt qua điểm không đến trung tâm của mẫu và được nhân với hai 2 để tính đến cả hai phía của mẫu. Đường D trên Fig. 4 là giới hạn dưới với trị số $E_{\text{bên trong}} = 2 \text{ MPa}^2 \cdot \mu\text{m} \times 10^6$, tương ứng với tổng năng lượng không được chuẩn hóa $E_{\text{bên trong}} = 24 \text{ J/m}^2$. Việc chuẩn hóa độ dày sẽ dẫn đến $(E_{\text{bên trong}}/t) = 30 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$ đối với độ dày $t = 800 \mu\text{m}$, đây là trị số phổ biến hơn mà độc lập với độ dày. Vùng cần quan tâm được yêu cầu bảo hộ là vùng nằm giữa đường C và đường D có thể được mô tả như là vùng trong đó CT là lớn hơn các phương trình có trong Fig.1 và $(E_{\text{bên trong}}/t) < 30 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$, là có giá trị đối với hầu hết các độ dày. Cách khác, các thông số mô tả vùng giữa các đường C và D trên Fig. 4 mô tả các mức độ gây độc và thời gian trao đổi ion của bước IOX thứ nhất. Vùng này lại minh họa vùng cần quan tâm giữa các đường giới hạn C và đường đen D và có thể được mô tả là vùng trong đó: $CT \text{ vật lý} > |45 \text{ MPa}|$ và $E_{\text{bên trong}} < 24 \text{ J/m}^2$ đối với độ dày $t = 800 \mu\text{m}$. Cách khác, đối với độ dày chung, CT vật lý độc lập với độ dày $> |-1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994|$, trong đó t là độ dày tính theo micron và $(E_{\text{bên trong}}/t(\text{mm})) = 30 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$ đối với biên dạng IOX kép hoặc hai bước bất kỳ.

Các mẫu không dễ vỡ bổ sung có DOL siêu sâu cũng đã thu được sử dụng thời gian IOX dài hơn, như được thể hiện trên Fig. 5, hình vẽ này thể hiện ví dụ về biên dạng ứng suất không dễ vỡ IOX siêu sâu thu được với bước IOX thứ nhất 32,1 giờ ở nhiệt độ 460°C sử dụng bể chứa 57% trọng lượng NaNO_3 và phần còn lại là 53% trọng lượng KNO_3 . Sau bước này là bước IOX thứ hai 15 phút (0,25 giờ) ở nhiệt độ 390°C trong bể chứa 0,5% trọng lượng $\text{NaNO}_3 + 0,5\%$ trọng lượng axit silicic + 99% KNO_3 để đạt được mũi nhọn. Thủ tục WKB ngược (IWKB) được sử dụng để thử lại lần nữa biên dạng ứng suất gần đúng. Mô hình IOX khác nhau có hạn gần đúng cũng được sử dụng, dẫn đến sự tương hợp tốt giữa lý thuyết và số đo thực tế. Độ sâu của lớp chịu nén DOCL trong đó ứng suất cắt qua điểm không như được chỉ ra bởi mô hình IWKB và IOX là khoảng $130 \mu\text{m}$. Trong trường hợp này, các trị số thu được bằng FSM-6000 tạo ra $CS = 890,3 \text{ MPa}$ và $DOL = 180,4 \mu\text{m}$. Khoảng các trị số giữa $DOL = 120 \mu\text{m}$ và $DOL = 200 \mu\text{m}$ và, theo một số phương án, giữa $DOL = 140 \mu\text{m}$ đến $150 \mu\text{m}$, có thể được cho rằng các mẫu DOL siêu sâu. Biên dạng ứng suất IOX siêu sâu này lại là không dễ vỡ.

Các ví dụ khác về các biên dạng IOX siêu sâu cũng thu được ở độ dày 500 μm , trong đó biên dạng ứng suất không dễ vỡ được tạo ra sau bước IOX thứ nhất 21 giờ ở 460°C trong bể chứa 60% NaNO_3 và 40% KNO_3 , dẫn đến DOL thu được bằng FSM-6000 là nằm trong khoảng từ 146 đến 149 μm và CS là 177 MPa. Quy trình IWKB được sử dụng để đặc trưng hóa biên dạng ứng suất với DOCL đo được là 95,8 μm , CT là 60 MPa, $E_{\text{bên trong}}$ là 10,5 J/m^2 hoặc ($E_{\text{bên trong}}/t$) là 21 $\text{J/m}^2\cdot\text{m}$ và tổng năng lượng $E_{\text{tổng}}$ là 30 J/m^2 hoặc ($E_{\text{tổng}}/t$) là 60 $\text{J/m}^2\cdot\text{mm}$ nằm khá sâu dưới giới hạn trên 174,75 $\text{J/m}^2\cdot\text{mm}$. Ví dụ này được minh họa trên Fig.6. Biên dạng ứng suất DIOX, mà chứa mũi nhọn trong khi duy trì DOL siêu sâu như được mô tả trong ví dụ trên đây, có thể được thiết kế dựa trên ví dụ này. Ví dụ, quy trình DIOX với sự trao đổi ion bước thứ nhất ở 460°C sử dụng bể trao đổi ion $\text{NaNO}_3/\text{KNO}_3$ có mức NaNO_3 cao hơn một chút (61% trọng lượng) với thời gian là 30 giờ, kết hợp với quy trình mũi nhọn được mô tả trên đây, có thể, ví dụ, được sử dụng cho thủy tinh dày 500 μm để thu được thủy tinh không dễ vỡ có ứng suất kéo trung tâm vật lý CT là 96,9 MPa, tổng năng lượng ($E_{\text{tổng}}/t$) bằng 173,8 $\text{J/m}^2\cdot\text{mm}$, DOL FSM-6000 là 194 μm , DOCL là 91,4 μm , và CS là 823 MPa. Theo phương án khác, quy trình DIOX, bước IOX thứ nhất là 30 giờ ở 460°C trong bể trao đổi ion $\text{NaNO}_3/\text{KNO}_3$ chứa 65% trọng lượng NaNO_3 , kết hợp với quy trình mũi nhọn được mô tả trên đây dẫn đến thủy tinh không dễ vỡ có ứng suất trung tâm vật lý CT là 85 MPa, $E_{\text{bên trong}}/t$ là 29,4 $\text{J/m}^2\cdot\text{m}$, tổng năng lượng $E_{\text{tổng}}/t$ là 164 $\text{J/m}^2\cdot\text{mm}$, DOL FSM-6000 là 194 μm , DOCL là 88,4 μm , và CS là 835 MPa.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp gia cường vật phẩm thủy tinh có độ dày t . Phương pháp này bao gồm bước trong đó vật phẩm thủy tinh được trao đổi ion trong bể trao đổi ion thứ nhất chứa muối kali và ít nhất 30% trọng lượng của muối natri để tạo ra lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp FSM_DOL lớn hơn 0,1 $\cdot t$, hoặc độ sâu chịu nén DOC và vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý CT kéo dài từ độ sâu của lớp hoặc độ sâu chịu nén đến trung tâm của thủy tinh tại $t/2$. Lớp chịu nén có ứng suất nén CS1 ở bề mặt là từ khoảng 100 MPa đến khoảng 400 MPa. Trong bước thứ hai, vật phẩm thủy tinh được trao đổi ion trong bể trao đổi ion chứa ít nhất 90% trọng lượng muối kali để tạo ra vùng mũi nhọn kéo dài từ bề mặt đến độ sâu trong khoảng từ khoảng 1 μm đến khoảng 30 μm dưới bề mặt. Vùng mũi nhọn có ứng suất nén CS tối đa tại bề mặt là lớn hơn khoảng 500 MPa, và

biên dạng ứng suất trong vùng mũi nhọn có độ dốc có trị số tuyệt đối là lớn hơn khoảng 20 MPa/ μm . Vật phẩm thủy tinh được gia cường theo phương pháp này là không dễ vỡ.

Mặc dù các phương án điển hình đã được trình bày nhằm mục đích minh họa nhưng phần mô tả trên đây sẽ không được xem như là sự giới hạn đối với phạm vi của phần mô tả hay các yêu cầu bảo hộ kèm theo. Do đó, các cải biến, sửa đổi, và các phương án khác có thể xảy ra đối với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực này mà không vượt ra ngoài phạm vi của phần mô tả và phần yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật phẩm thủy tinh có độ dày t , trung tâm tại $t/2$, và lớp chịu nén kéo dài từ bề mặt của vật phẩm thủy tinh đến độ sâu của lớp DOL là lớn hơn $0,1 \cdot t$, trong đó t là độ dày của thủy tinh, vật phẩm thủy tinh này có ứng suất nén CS tối đa tại bề mặt là lớn hơn 500 MPa, và biên dạng ứng suất có vùng mũi nhọn nằm trong khoảng từ 1 μm đến 30 μm dưới bề mặt, biên dạng ứng suất trong vùng mũi nhọn này có độ dốc, độ dốc này có trị số tuyệt đối là lớn hơn 20 MPa/ μm ; trong đó vật phẩm thủy tinh này có vùng kéo dưới ứng suất kéo trung tâm vật lý CT kéo dài từ độ sâu chịu nén đến phần trung tâm của thủy tinh, trong đó vật phẩm thủy tinh này có tổng năng lượng đàn hồi $E_{\text{tổng}}$ và năng lượng đàn hồi được dự trữ ở phần bên trong của mẫu trong vùng kéo $E_{\text{bên trong}}$, trong đó $(E_{\text{tổng}}/t(\text{mm})) < 174,75 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$ và $(E_{\text{bên trong}}/t(\text{mm})) < 30 \text{ J/m}^2 \cdot \text{mm}$.
2. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 1, trong đó lớp chịu nén có DOL_vật lý là lớn hơn $0,12 \cdot t$.
3. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 2, trong đó ứng suất nén CS tối đa là lớn hơn khoảng 700 MPa.
4. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 3, trong đó vùng mũi nhọn kéo dài từ bề mặt đến độ sâu nằm trong khoảng từ khoảng 8 μm đến khoảng 15 μm dưới bề mặt.
5. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 5, trong đó độ dày t nằm trong khoảng từ 0,4 mm đến 1 mm, và ứng suất kéo trung tâm vật lý CT lớn hơn $|45 \text{ MPa}|$.
6. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 5, trong đó độ dày t nằm trong khoảng từ 0,4 mm đến 1 mm, và ứng suất kéo trung tâm vật lý CT lớn hơn $|63 \text{ MPa}|$.
7. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 1, trong đó độ sâu của lớp DOL là lớn hơn khoảng 120 μm , và ứng suất nén tối đa là lớn hơn khoảng 700 MPa.
8. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 1, trong đó vật phẩm thủy tinh này chứa thủy tinh nhôm silicat kiềm.
9. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 8, trong đó thủy tinh nhôm silicat kiềm chứa ít nhất khoảng 4% mol P_2O_5 và từ 0% mol đến khoảng 5% mol B_2O_3 , trong đó $1,3 < [(\text{P}_2\text{O}_5 + \text{R}_2\text{O})/\text{M}_2\text{O}_3] \leq 2,3$, trong đó $\text{M}_2\text{O}_3 = \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3$, và R_2O là tổng của các oxit cation hóa trị một có trong thủy tinh nhôm silicat kiềm.

10. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 9, trong đó thủy tinh chứa từ khoảng 40% mol đến khoảng 70% mol SiO_2 ; từ khoảng 11% mol đến khoảng 25% mol Al_2O_3 ; từ 0% mol đến khoảng 5% mol B_2O_3 ; từ khoảng 4% mol đến khoảng 15% mol P_2O_5 ; từ khoảng 13% mol đến khoảng 25% mol Na_2O ; và từ 0% mol đến khoảng 1% mol K_2O .
11. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 9, trong đó $11\% \text{ mol} \leq \text{M}_2\text{O}_3 \leq 30\% \text{ mol}$.
12. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 9, trong đó R_xO là tổng của các oxit kim loại kiềm, oxit kim loại kiềm thổ, và monoxit kim loại chuyển tiếp có trong thủy tinh, và trong đó $13\% \text{ mol} \leq \text{R}_x\text{O} \leq 30\% \text{ mol}$.
13. Vật phẩm thủy tinh theo điểm 8, trong đó vật phẩm thủy tinh không chứa lithi.
14. Vật phẩm thủy tinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1-13, trong đó ứng suất kéo trung tâm vật lý CT lớn hơn $|-1,956 \times 10^{-16} \times t^6 + 1,24274 \times 10^{-12} \times t^5 - 3,09196 \times 10^{-9} \times t^4 + 3,80391 \times 10^{-6} \times t^3 - 2,35207 \times 10^{-3} \times t^2 + 5,96241 \times 10^{-1} \times t + 36,5994|$, trong đó t được tính theo micron.

FIG. 1

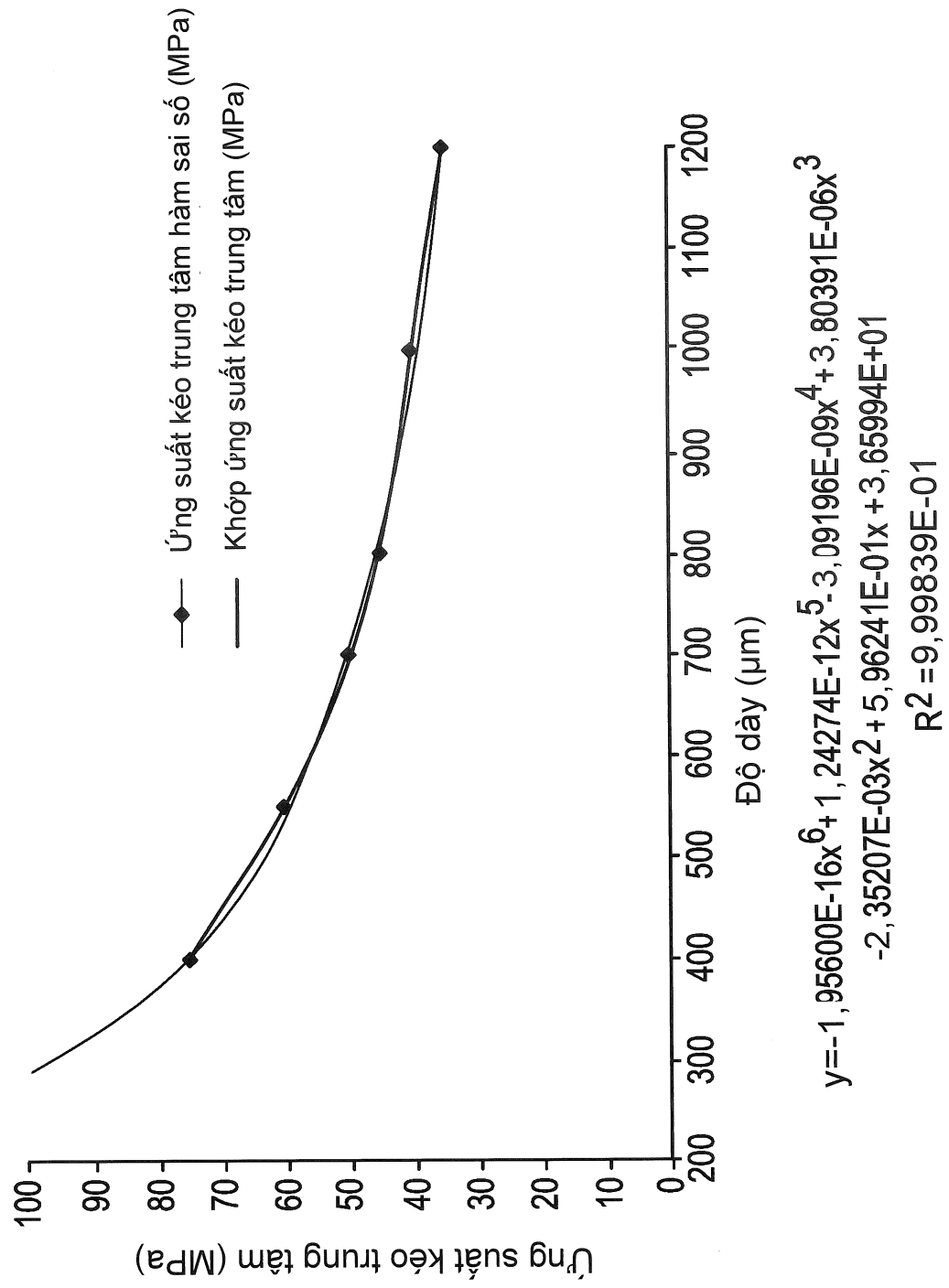


FIG. 2

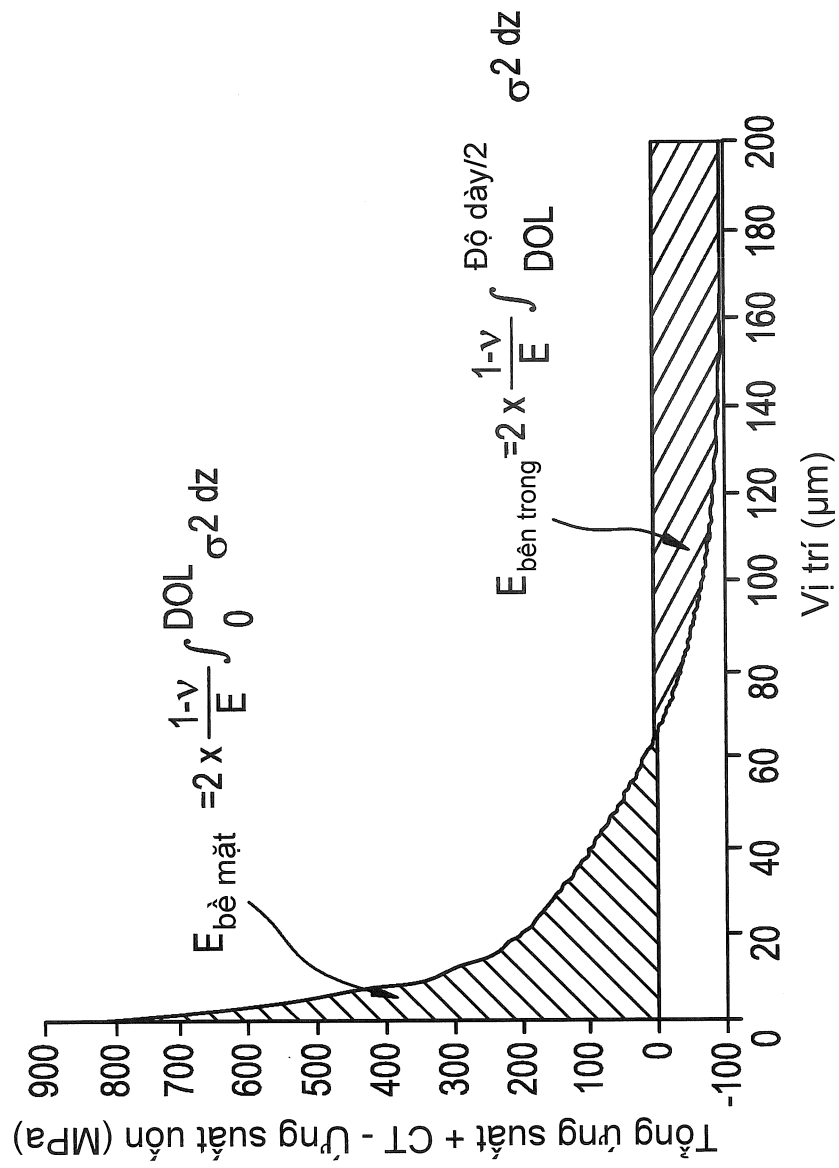


FIG. 3

Năng lượng được dự trữ ($\text{MPa}^2 \cdot \mu\text{m} \times 10^6$)

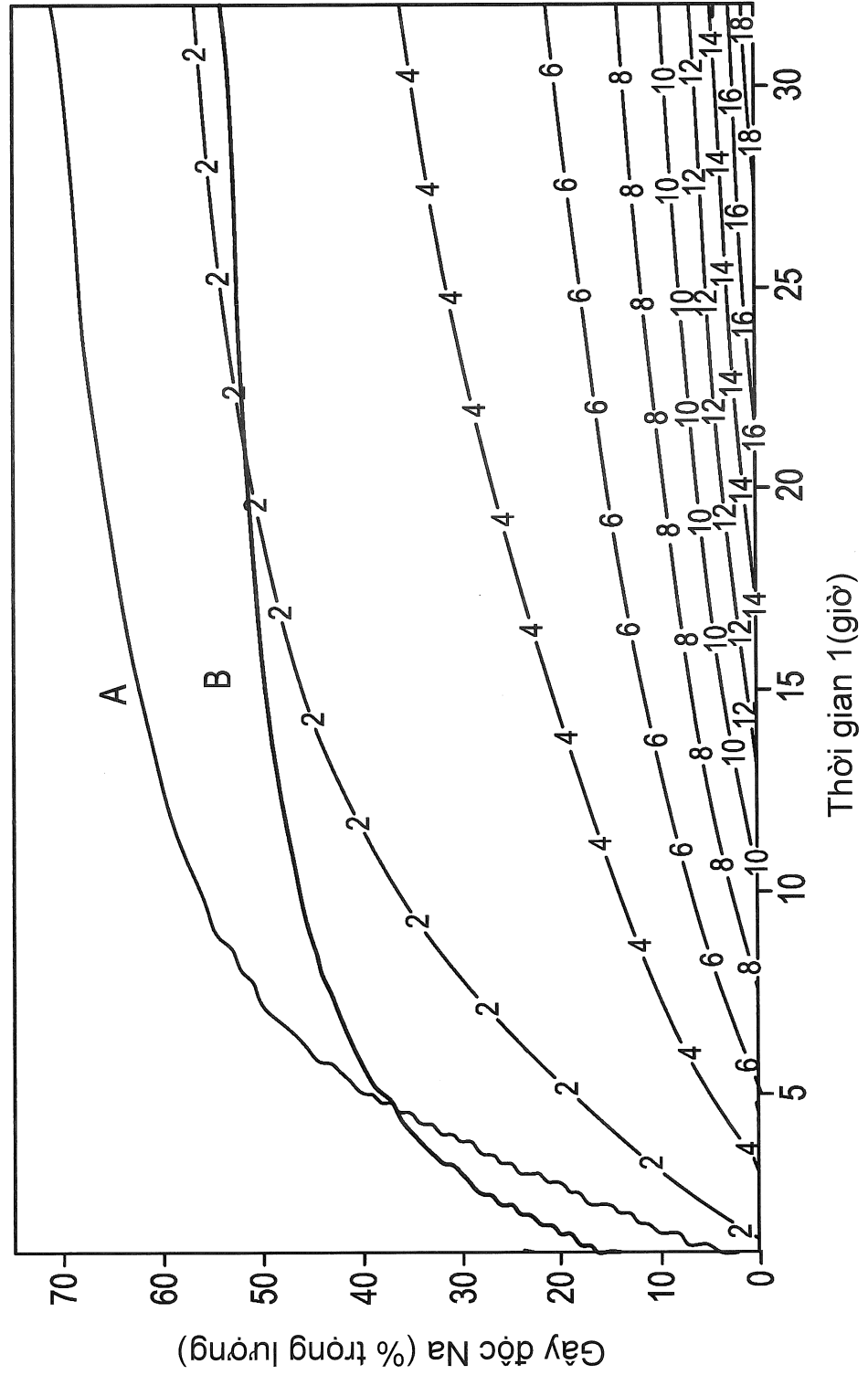


FIG. 4

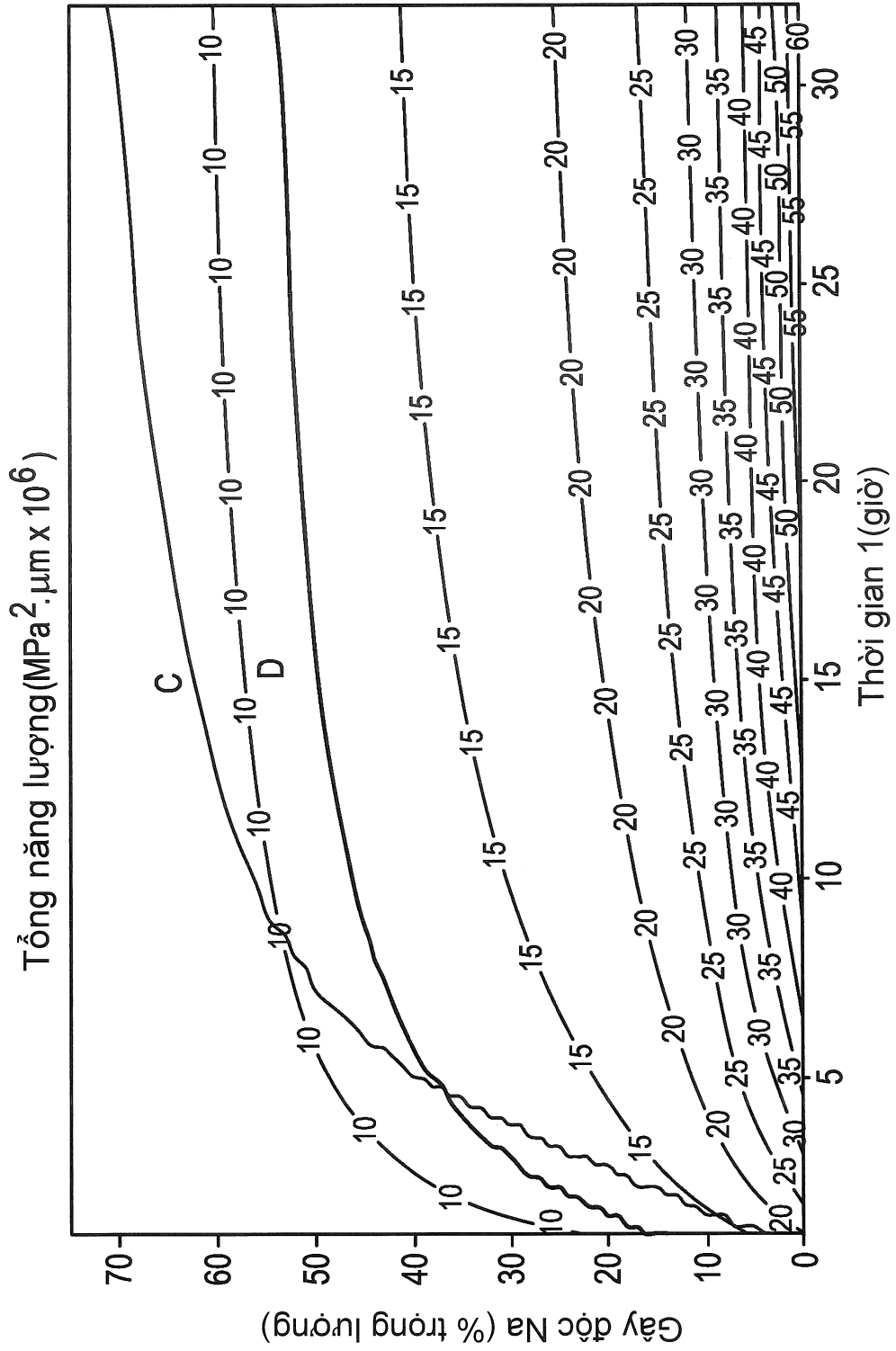


FIG. 5

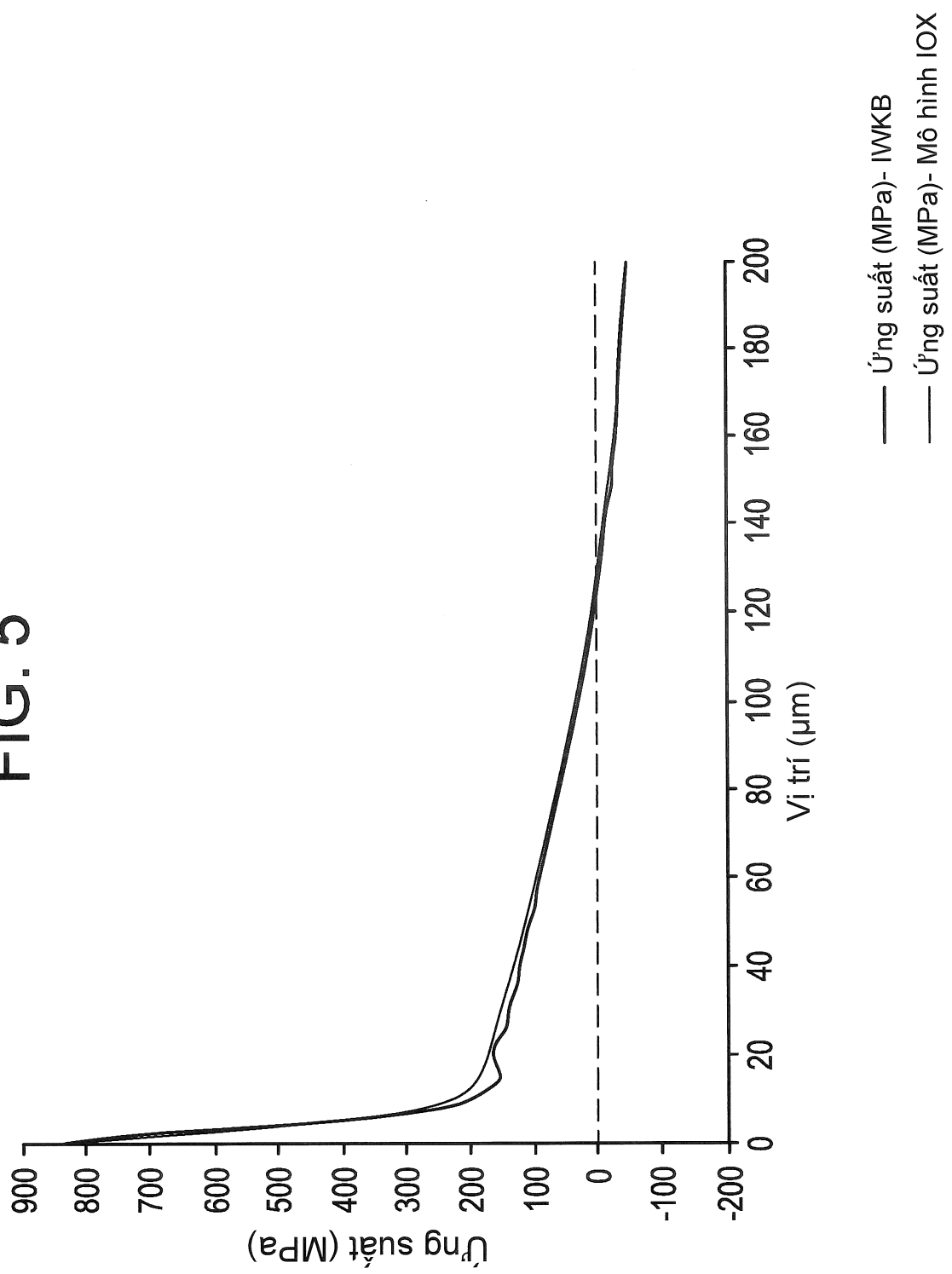


FIG. 6

Cột 1	☒	Độ dày (μm)	☒	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	☒	Gây độc	☒	CS	☒	DOL	☒	Hướng dẫn CT	CT vật lý	☒
Mô hình IOX		3,00		21	450		60		175		145,5		128,0	63,7	
IPAT IOX CXA5022		3,00		21	450		60		175		145,5		124,5	60,0	

