

ROZKŁAD NAPRĘŻEŃ WEWNĘTRZNYCH W MIKROWARSTWOWYCH KOMPOZYTACH CERAMICZNYCH

Henryk Tomaszewski¹⁾, Jan Strzeszewski²⁾, Wojciech Gębicki²⁾

Mikrowarstwowe kompozyty zawierające warstwy Y-ZrO₂ i Al₂O₃ lub mieszaninę Al₂O₃ i ZrO₂ wytwarzano metodą kolejnego odwirowywania wodnych zawiesin proszków. Przeprowadzono testy kontrolowanego rozwoju spękań belek kompozytowych z karbem. Stwierdzono wyraźny wpływ grubości warstwy barierowej i jej składu na charakter rozwoju pęknięć w tych materiałach. Zaobserwowano wzrost wielkości kąta odchylenia pęknięcia ze wzrostem grubości warstwy zbudowanej z tlenku glinu. W przypadku warstw zbudowanych z mieszaniny, niezależnie od grubości warstwy nie występowało odchylenie spękania. Obserwowane zmiany skorelowano z rozkładem naprężeń wewnętrznych w warstwach barierowych, pojawiających się podczas studzenia od temperatury spiekania do temperatury pokojowej, w wyniku różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej ZrO₂ i Al₂O₃, krystalograficznej anizotropii termicznej Al₂O₃ i różnicy skurczliwości wypalania materiałów składowych warstw. Rozkład naprężeń wewnętrznych mierzono metodą spektroskopową w oparciu o fluorescencję jonów Cr⁺³ będących naturalną domieszką tlenku glinu.

1. WPROWADZENIE

Podczas studzenia wielofazowych materiałów ceramicznych od temperatury spiekania do temperatury pokojowej, różnica we współczynnikach rozszerzalności cieplnej α składowych materiałów, generuje naprężenia wewnętrzne. W przypadku materiałów jednofazowych, takich jak np. ceramika korundowa, naprężenia te mogą być wynikiem anizotropii krystalograficznej i towarzyszącej różnicy we współczynnikach α dla poszczególnych kierunków krystalograficznych (dla α -Al₂O₃ krystalizującego w układzie heksagonalnym $\alpha_a = 9,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, zaś $\alpha_c = 8,6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). Naprężenia spowodowane anizotropią krystalograficzną Al₂O₃ (zmierzone metodą spektroskopową) [1-4] osiągały wartość 100-150 MPa. W materiałach wielofazowych, zależnie od różnicy $\Delta\alpha$, wielkość naprężeń wewnętrznych może być istotnie większa.

¹⁾ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

²⁾ Politechnika Warszawska, Instytut Fizyki, ul. Koszykowa 75, 00-662 Warszawa

Znajomość naprężeń wewnętrznych jest ważna z dwu powodów. Po pierwsze, gdy przekroczą one krytyczną wartość, na granicach ziarnowych mogą pojawić się mikropęknięcia, zmieniające w sposób oczywisty własności mechaniczne wyjściowego materiału. Po drugie, lokalne naprężenia wewnętrzne w wyniku oddziaływania z polem naprężeń rozwijającego się makropęknięcia mogą w istotny sposób zmieniać jego drogę i jak się powszechnie uważa, prowadzić do powstawania tzw. krzywych R [5,6]. Rezultatem tych oddziaływań może być efektywne wydłużenie drogi pęknięcia, oznaczające redukcję siły napędowej propagacji i wzmocnienie materiału (mechanizm odchylenia pęknięcia - *crack deflection*).

Przedmiotem prezentowanej pracy są mikrowarstwowe kompozyty ceramiczne zbudowane z przemiennych warstw tworzywa wzmocnianego przez przemianę fazową ZrO_2 (Y-TZP) i dwojakiego rodzaju warstw barierowych (z tlenku glinu lub mieszaniny tlenku glinu i dwutlenku cyrkonu). Źródłem naprężeń wewnętrznych w tak skomponowanych materiałach jest znaczna różnica współczynników rozszerzalności cieplnej ZrO_2 i Al_2O_3 ($\alpha_{ZrO_2}=12,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$), wspomniana już anizotropia Al_2O_3 oraz różnica skurczliwości wypalania materiałów obu warstw. Rozkład tychże naprężeń w warstwie barierowej, zależnie od jej składu (tylko Al_2O_3 czy też mieszanina Al_2O_3 i ZrO_2) i jej grubości, okazał się czynnikiem decydującym o stopniu odchylenia makropęknięcia i obserwowanego wzmocnienia.

2. SPOSÓB PRZYGOTOWANIA PRÓBEK I PRZEPROWADZENIA BADAŃ

Mikrowarstwowe kompozyty o grubości warstw od 10 do 60 μm przygotowywano metodą sekwencyjnego odwirowania wodnych zawiesin proszków Y- ZrO_2 i Al_2O_3 (Tabela 1). W tym celu zawiesiny wodne o pH równym 4, zawierające od 5 do 10% wag. suchej substancji, podawano objętościowo pipetą automatyczną do naczynia wirówki Z 382 Hermle, po czym odwirowywano w ciągu 10 minut, przy prędkości równej 3000 obr./min. Po odwirowaniu każdej warstwy dekantowano wodę z warstwy osadzonej na dnie naczynia, a następnie podawano zawiesinę materiału drugiej warstwy i ponownie wirowano. Opisaną procedurę powtarzano, aż do uzyskania łącznej grubości próbki około 10 mm. Po uzyskaniu właściwej grubości, próbki suszono w kontrolowanej temperaturze i wilgotności, po czym dodatkowo dogęszczano izostatycznie pod ciśnieniem 120 MPa. Wypalanie wstępne próbek przeprowadzano w temperaturze 800 $^\circ C$, następnie odwirowane próbki w postaci krążków cięto na beleczki prostopadle do warstw. Wypalanie końcowe przeprowadzano w temperaturze 1600 $^\circ C$ z dwugodzinnym przetrzymaniem. Występowanie znacznej różnicy skurczliwości wypalania materiałów matrycy i warstwy barierowej (Tabela 2), wymagało jej zmniejszenia. W tym celu w części próbek warstwy barierowe zbudowano z równej objętościowo mieszaniny Al_2O_3 i ZrO_2 , zamiast z

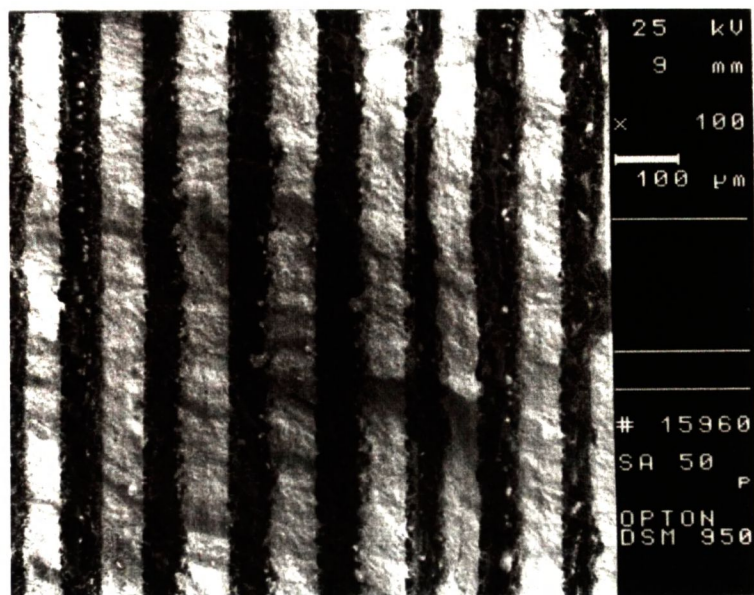
Tabela 1. Proszki składowe mikrowarstwowych kompozytów ceramicznych.**Table 1.** Ceramic powders used for preparing of microlayered composites.

Lp.	Proszek		Producent	Średnia wielkość ziaren, μm	Zastosowanie
	Nazwa	Skład chemiczny			
1.	Y-ZrO ₂	ZrO ₂ +3,4%mol. Y ₂ O ₃	Unitec Ceramics	0,6	Materiał matrycy
2.	AKP-53	Al ₂ O ₃	Sumitomo	0,29	Materiał warstwy barierowej

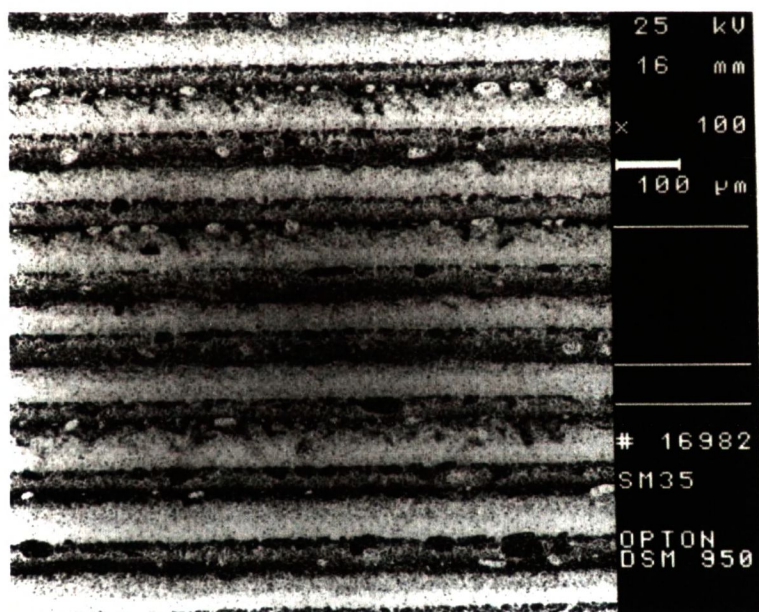
Tabela 2. Skurczliwość wypalania materiałów matrycy i warstwy barierowej (%) w funkcji temperatury.**Table 2.** Shrinkage of the matrix and barrier layers as a function of sintering temperature.

Materiał	Temperatura wypalania, °C		
	1150	1410	1600
Y-ZrO ₂	2,70	13,99	19,04
Al ₂ O ₃	4,59	13,72	16,27
Mieszanka Al ₂ O ₃ i Y-ZrO ₂	2,85	10,33	18,47

samemu tylko Al₂O₃. Przykładowe fotografie mikrostruktury kompozytów z obu typami warstw barierowych przedstawiono na Rys.1. Po spiekaniu, beleczyki kompozytowe szlifowano "na wymiar" poprzeczny 4 x 1,5 mm. Długość belek była parametrem wynikowym skurczliwości wypalania próbek i średnicy wewnętrznej naczynia wirówki i wynosiła ~ 45 mm. Dla obserwacji drogi spękania w płaszczyźnie prostopadłej do warstw polerowano odpowiednią powierzchnię belek.



a)

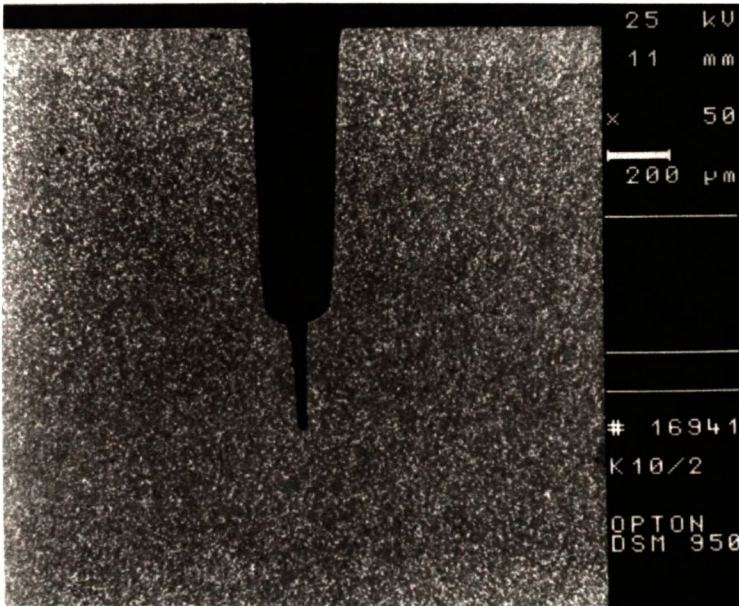


b)

Rys. 1. Mikrostruktura kompozytu warstwowego o matrycy $Y-ZrO_2$ z warstwą barierową zbudowaną: a) z tlenku glinu Sumitomo (przełam), b) z mieszaniny Al_2O_3 i $Y-ZrO_2$ (powierzchnia polerowana). W obu przypadkach warstwa zbudowana z $Y-ZrO_2$ to warstwa jasna.

Fig. 1. Microstructure of layered composite with $Y-ZrO_2$ matrix and barrier layers consisted alumina: (a) and a mixture of alumina and zirconia, (b) $Y-ZrO_2$ layer - light layer.

Dla tych potrzeb oraz dla wyznaczania krytycznego współczynnika intensywności naprężeń, beleczki nacinano w płaszczyźnie prostopadłej do warstw tarczami diamentowymi o szerokości 0,200 i 0,025 mm. W rezultacie uzyskiwano „ostro” zakończone karby ułatwiające inicjację pęknięcia (Rys.2).



Rys. 2. Przykład karbu stosowanego w badaniach kontrolowanego rozwoju pęknięć.

Fig. 2. Example of notched beam used in controlled crack propagation tests.

Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć w tak przygotowanych próbkach kompozytów realizowano z zastosowaniem maszyny wytrzymałościowej Zwick. W tym celu belki obciążano w układzie zginania trójpunktowego przy szybkości odkształcania 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ i rozstawie podpór 40 mm. Obciążanie belek przerywano w chwili rozpoczęcia pęknięcia, "objawiającego się" zakrzywieniem krzywej obciążenie-odkształcenie rejestrowanej na monitorze komputera rejestrującego podstawione parametry przebiegu badań wytrzymałości. Procedurę powyższą wielokrotnie powtarzano, uzyskując każdorazowo kilkudziesięciomikrometrowy przyrost długości pęknięcia. Poszczególne etapy rozwoju pęknięć rejestrowano za pomocą mikroskopu skaningowego OPTON DSM 950.

Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} oznaczano zgodnie z metodą zaproponowaną przez Evansa [8], a opisaną w raporcie [7].

Wielkość naprężeń wewnętrznych w warstwach barierowych kompozytów zbudowanych zarówno z samego Al_2O_3 , jak i z mieszaniny Al_2O_3 i ZrO_2 , mierzono metodą piezospektroskopową za pomocą spektrometru Ramana typu DILOR X 4800. Podstawą metody piezospektroskopowej pomiaru naprężeń w materiałach krystalicznych jest zjawisko zmiany energii przejść między stanem wzbudzonym i podstawowym atomu, pod wpływem odkształcania sieci krystalicznej spowodowanego przy-

łożonym naprężeniem. Zjawisko to obserwuje się w postaci zmiany częstotliwości linii fluorescencyjnej rejestrowanego promieniowania. Efekt ten jest szczególnie widoczny, kiedy wywołujący fluorescencję jon jest umieszczony w sieci krystalicznej, charakteryzującej się mocnymi wiązaniami i dużymi współczynnikami sprężystości. Tak właśnie jest w przypadku jonu chromu Cr^{+3} podstawiającego jon aluminium w sieci krystalicznej Al_2O_3 . Wzbudzone jony chromu emitują promieniowanie o długości ~ 694 nm, przy czym w sieci krystalicznej następuje rozszczepienie poziomu wzbudzonego 2E rzędu 0,004 eV, co powoduje, że w widmie obserwuje się dwie linie tzw. R_1 i R_2 . Ponieważ jon chromu jest naturalnym „zanieczyszczeniem” tlenku glinu, stał się tym samym, detektorem naprężeń występujących w ceramice korundowej. Przesunięcie linii R_1 i R_2 w stosunku do materiału nienaprężonego, jakim jest rubin, pozwala na oszacowanie wielkości naprężeń. Zmianę częstotliwości linii fluorescencyjnej $\Delta\nu$ można przedstawić w postaci sensorowej następująco [1-4]:

$$\Delta\nu = \Pi_{ij} \sigma_{ij} \quad (1)$$

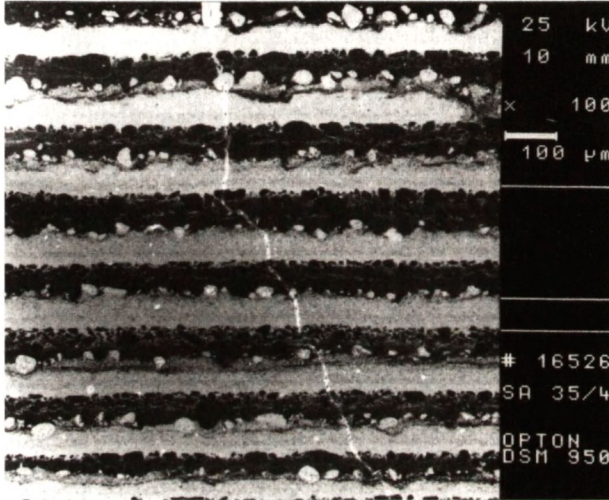
gdzie: Π_{ij} jest tensorem współczynników spektroskopowych, zaś σ_{ij} tensorem naprężenia.

Próbki wzbudzano wiązką promieniowania laserowego o długości 514,5 nm i mocy 80 mW. Średnica wiązki wynosiła ~ 3 μm , zaś czas rejestracji linii fluorescencyjnych wynosił 20 s. Widma linii fluorescencyjnych mierzono na powierzchni wypolerowanej warstw barierowych kompozytów, krokiem co 5 μm . Próbkę porównawczą stanowił monokryształ rubinu. Otrzymane widma analizowano za pomocą programu komputerowego *Nice-Fit* w celu wyznaczenia dokładnego położenia maksimum linii R_1 i R_2 . Dla wszystkich mierzonych próbek obserwowano przesunięcia w kierunku mniejszych częstości, w porównaniu z liniami dla rubinu. Wielkość naprężeń, odpowiadających zmianom $\Delta\nu$, wyliczano z zależności (1), korzystając ze współczynników piezospektroskopowych wyznaczonych doświadczalnie przez He i Clarka [1].

3. DYSKUSJA WYNIKÓW

Jak już wspomniano, wyższy współczynnik rozszerzalności cieplnej ZrO_2 aniżeli Al_2O_3 sprawia, iż w warstwach ZrO_2 należało oczekiwać naprężeń rozciągających (a zatem o tym samym znaku, co zewnętrznie przykładane do próbek z karbem), zaś w warstwach Al_2O_3 przeciwnie skierowanych naprężeń ściskających. Powyższe oczekiwania potwierdziły próby wprowadzania spękań w próbkach z naciętym karbem. Dla tej samej grubości warstw i tego samego rozstawu podpór, zapoczątkowanie pęknięcia w próbce, w której nacięty karb kończył się w warstwie dwutlenku cyrko-

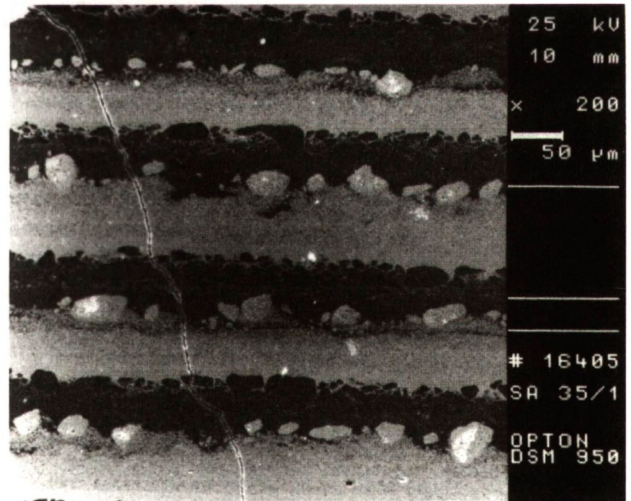
nu wymagało $\sim 25\%$ mniejszej siły w porównaniu z próbką, w której karb kończył się w warstwie tlenku glinu. Próbki te różniły się również początkiem drogi pęknięcia. W przypadku karbu naciętego do początku warstwy ZrO_2 (Rys.3a), zainicjowane pęknięcie propagowało prostopadle do warstwy, natomiast w przypadku karbu naciętego do początku warstwy Al_2O_3 już od punktu „startu” pęknięcie odchyłało się, zmieniając kierunek drogi przez próbkę (Rys.3b). Jak widać z Rys.3a, po dojściu pęknięcia do warstwy Al_2O_3 , niezależnie od miejsca zakończenia karbu, miała miejsce podobna zmiana kierunku jego drogi.



a)

Rys. 3. Charakter początku drogi pęknięcia przez kompozyt warstwowy zależny od miejsca (warstwy), w którym został zakończony karb: a) koniec karbu w warstwie ZrO_2 - pęknięcie propaguje prostopadle do warstwy Al_2O_3 , b) koniec karbu w warstwie Al_2O_3 - pęknięcie odchyła się.

Fig. 3. Character of crack path during fracture of layered composite dependent on type of layer where notch has been done: a) the end of notch in zirconia layer - crack propagates perpendicularly to the layer, b) the end of the notch in alumina layer - the crack deflects.



b)

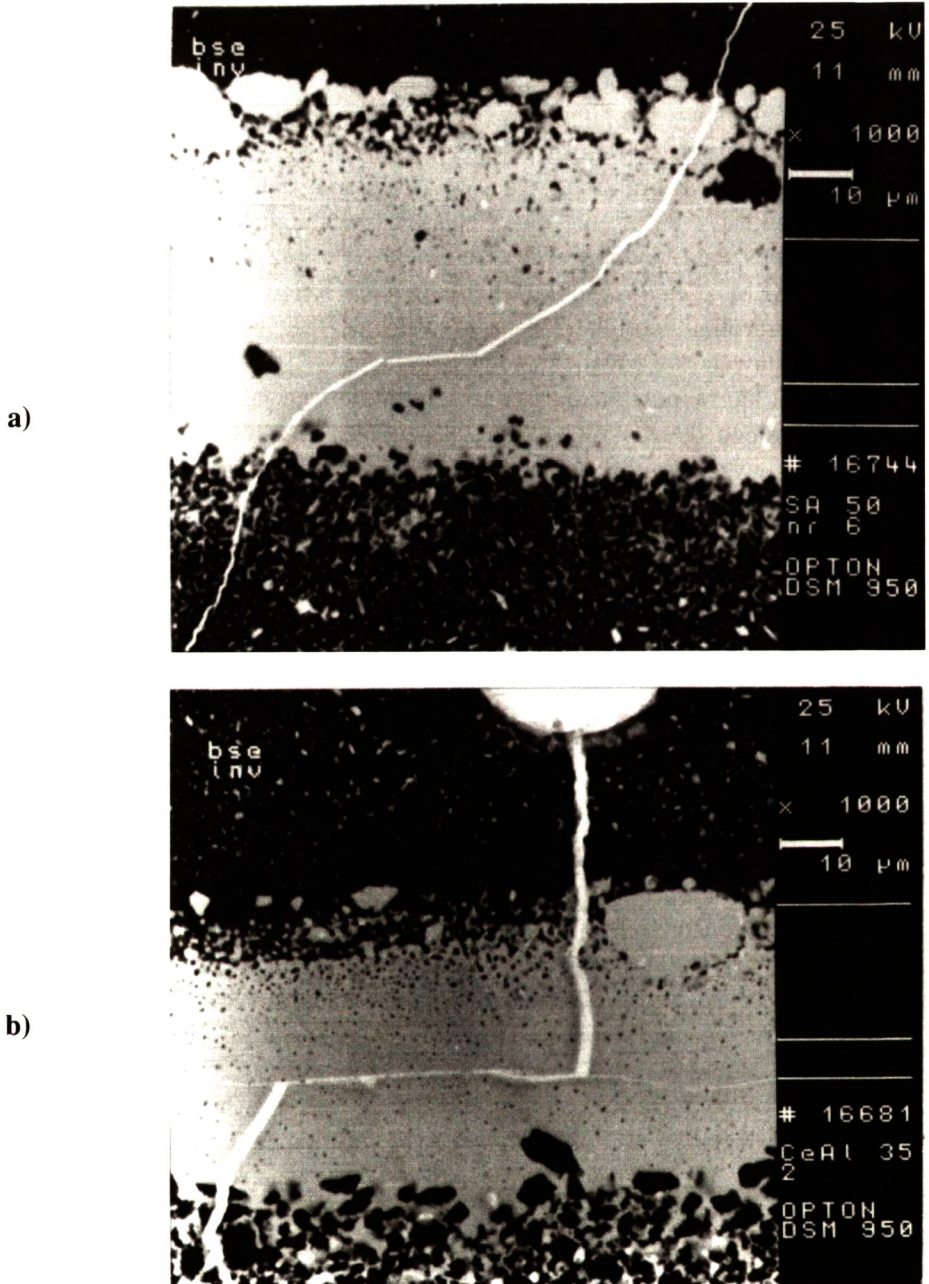
Dalsze obserwacje kontrolowanego rozwoju pęknięć wykazały, iż odchylenie występuje zawsze w warstwie Al_2O_3 . W warstwie ZrO_2 pęknięcie niejako „prostuje” kierunek swej drogi. Wielkość odchylenia pęknięcia, jak się okazało, jest zależna od grubości warstwy tlenku glinowego w kompozycie warstwowym. W warstwach tlenku glinu o grubości $60\ \mu\text{m}$ pęknięcie odchyła się o 90° (Rys.4.). Wielkość kąta odchylenia maleje z grubością warstwy. W warstwach o grubości $10\ \mu\text{m}$ i mniejszych, jak widać z Rys.5, nie obserwuje się odchylenia pęknięcia .

Dla polepszenia widoczności drogi pęknięcia przez warstwę Al_2O_3 (normalnie ciemną w SEM - *mikroskopia skaningowa tunelowa*) obserwowany obraz elektronicznie odwracano. W efekcie ZrO_2 stawało się fazą ciemną, zaś Al_2O_3 fazą jasną. Jasną fazą stawała się również droga pęknięcia.

Wartości kątów odchylenia pęknięcia (rozumianych jako kąt odchylenia od kierunku prostopadłego do warstw) w funkcji grubości warstw zestawiono w Tab.3.

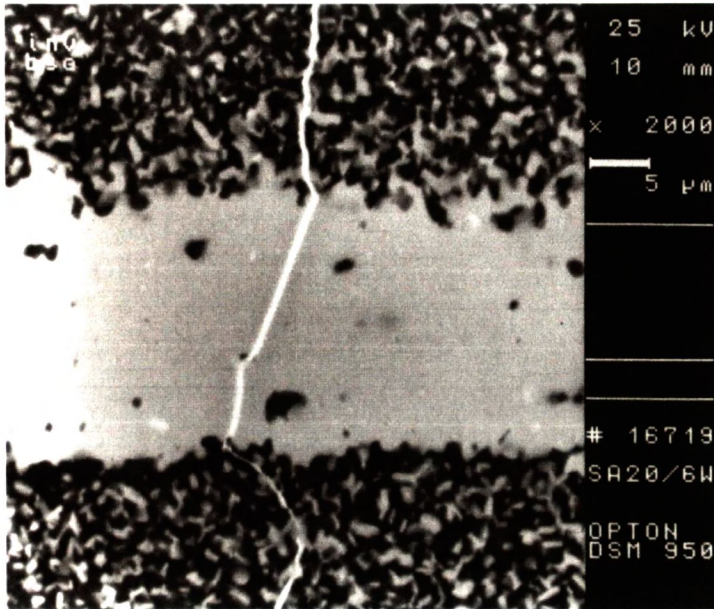
Opisane wyżej zjawiska, jak się wydaje, są wynikiem obecności naprężeń wewnętrznych w warstwach powstałych podczas studzenia od temperatury spiekania do temperatury pokojowej, z powodu różnicy skurczliwości wypalania ZrO_2 i Al_2O_3 , różnicy ich współczynników rozszerzalności cieplnej oraz anizotropii krystalograficznej Al_2O_3 . W rezultacie, jak to już powiedziano, w warstwie dwutlenku cyrkonu mają miejsce naprężenia rozciągające skierowane równoległe do warstw, dodające się do zewnętrznego naprężenia rozciągającego, przyłożonego do próbki podczas jej zginania i ułatwiające przejście pęknięcia przez tę warstwę. Z tych to powodów pęknięcie przechodzi przez warstwę ZrO_2 bez odchylenia. W warstwie Al_2O_3 natomiast występują naprężenia ściskające, skierowane również równoległe do warstw, ale blokujące spękanie wchodzące w tę warstwę i prowadzące do jego odchylenia.

Powyższą hipotezę potwierdziły pomiary naprężeń wewnętrznych w warstwach barierowych. Jak widać z Rys.6-9, zmierzone naprężenia ściskające podlegają pewnemu rozkładowi w funkcji odległości od granicy warstw. Najwyższe wartości naprężenia obserwuje się na granicy warstw i są one równe $280\ \text{MPa}$. W miarę oddalania się od granicy naprężenie spada i w środku warstwy osiąga pewne minimum, zależne od jej grubości. W przypadku warstwy barierowej o grubości $60\ \mu\text{m}$ wielkość naprężenia w minimum (= $88,3\ \text{MPa}$) jest równe zmierzonemu w pastylce Al_2O_3 , wykonanej z tego samego tlenku co warstwy, a więc naprężeniu wywołanemu tylko przez anizotropię współczynników rozszerzalności cieplnej Al_2O_3 . Zestawienie wielkości kątów odchylenia pęknięcia (Tab. 3), rozwijającego się przez warstwę tlenku glinu, w funkcji grubości warstwy z wielkością gradientu naprężenia ściskającego (różnicą pomiędzy wartością naprężenia osiąganego na granicy warstw i minimum naprężenia w środku warstwy barierowej) pozwala na postawienie tezy, iż właśnie wielkość tego gradientu decyduje o stopniu odchylenia pęknięcia, a zatem o wielkości udziału mechanizmu odchylenia we wzmacnieniu obserwowanym w kompozycie warstwowym. Powyższe szczególnie potwierdza Rys.4a-b, gdzie wyraźnie widać, iż odchylenie spękania o 90° następuje w środku warstwy barierowej, a więc w miejscu minimum naprężeń ściskających.

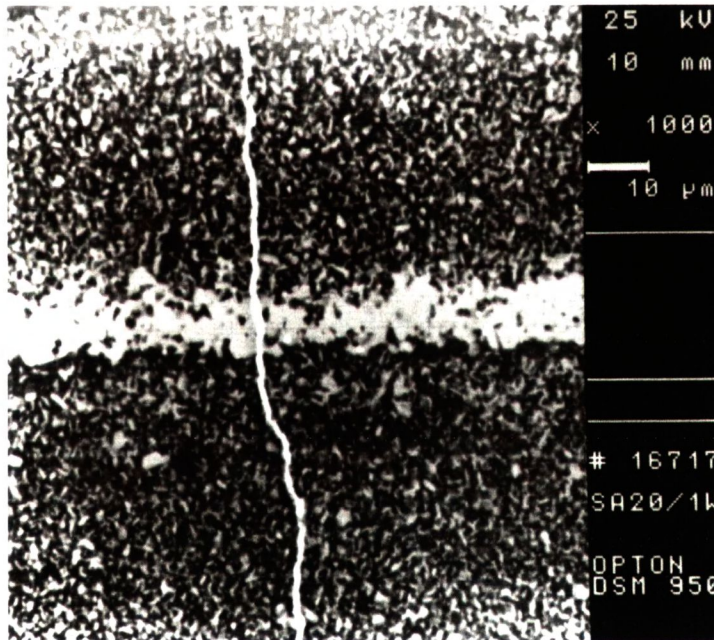


Rys. 4. Droga pęknięcia w warstwach tlenku glinu o grubości: a) 55 μm , b) 40,9 μm kompozytów warstwowych. Obrazy elektronicznie odwrócone.

Fig. 4. The crack path in alumina layer of composite as a function of layer thickness: a) 55 μm , b) 40.9 μm . (Inverted image).



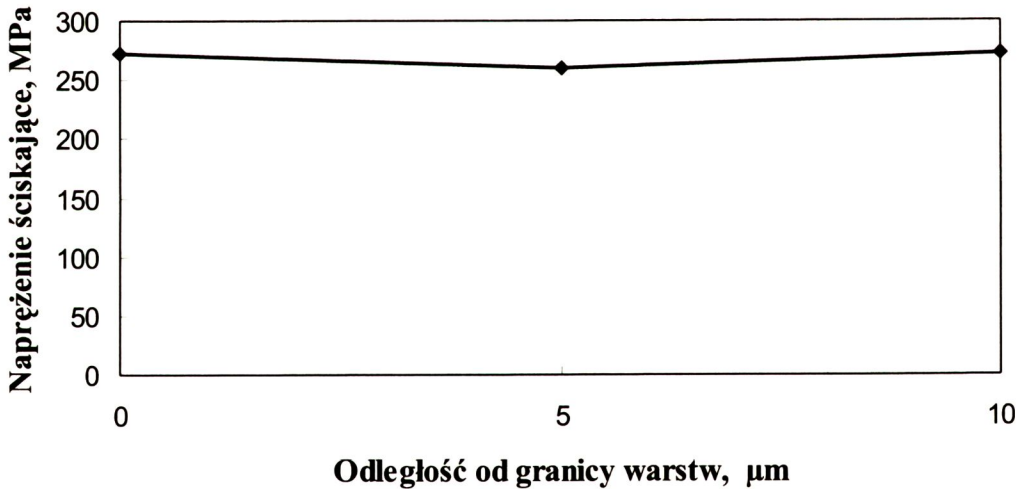
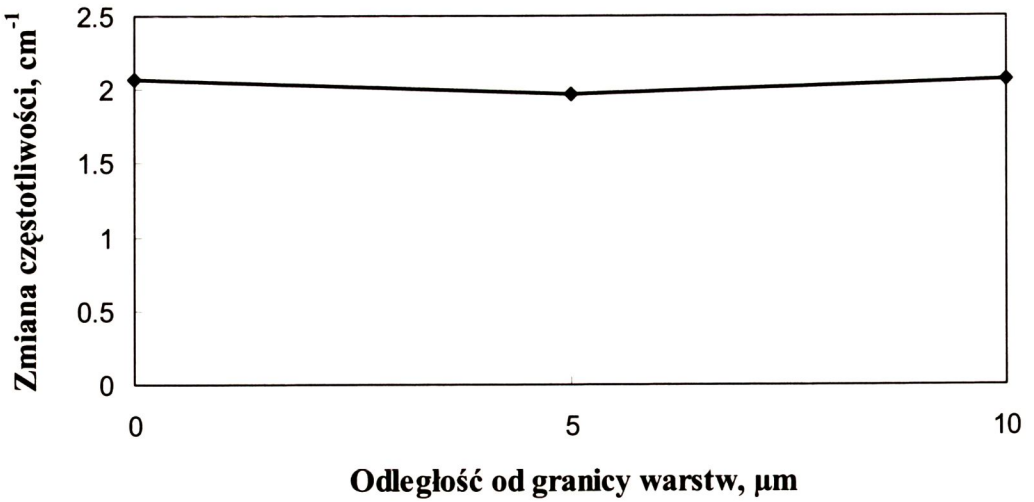
a)



b)

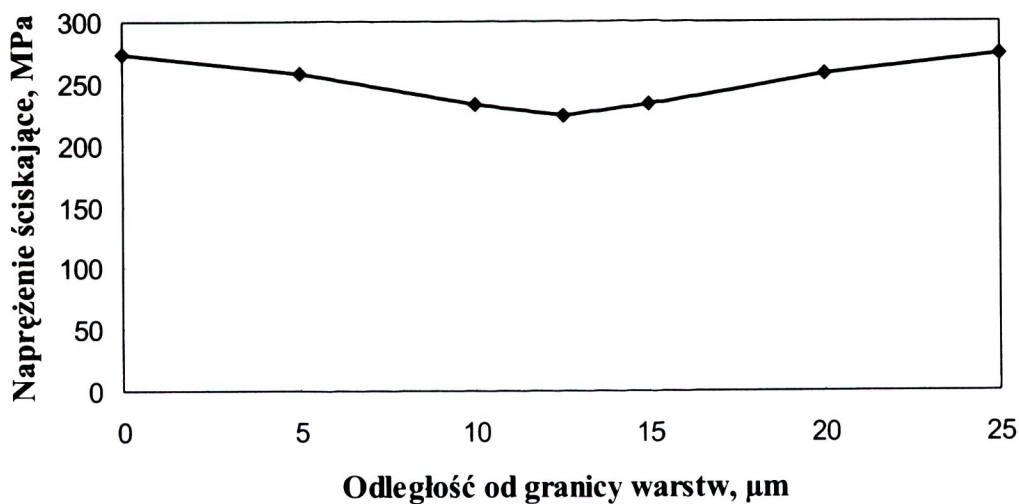
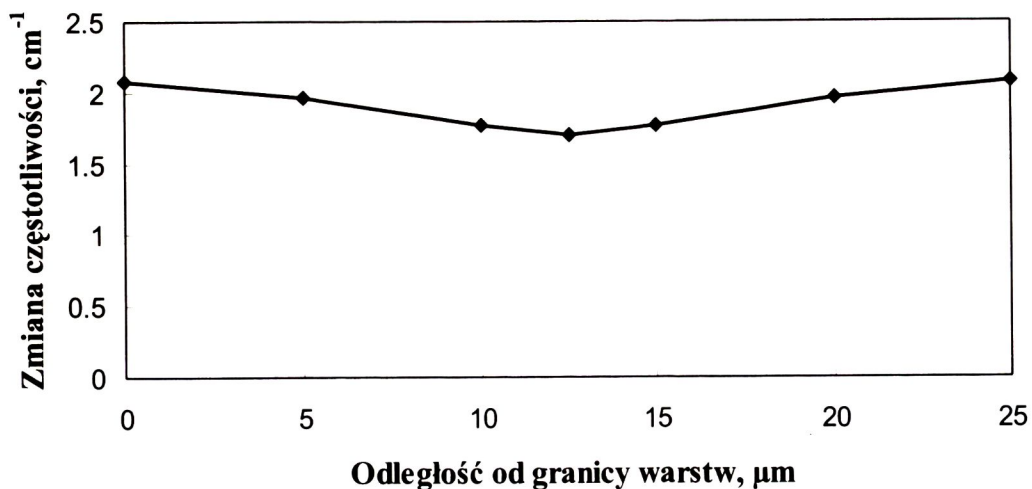
Rys. 5. Droga pęknięcia w warstwach tlenku glinu o grubości: a) 19,5 μm, b) 8,2 μm kompozytów warstwowych. Obrazy elektronicznie odwrócone.

Fig. 5. The crack path in alumina layer of composite as a function of layer thickness: a) 19.5 μm, b) 8.2 μm. (Inverted image).



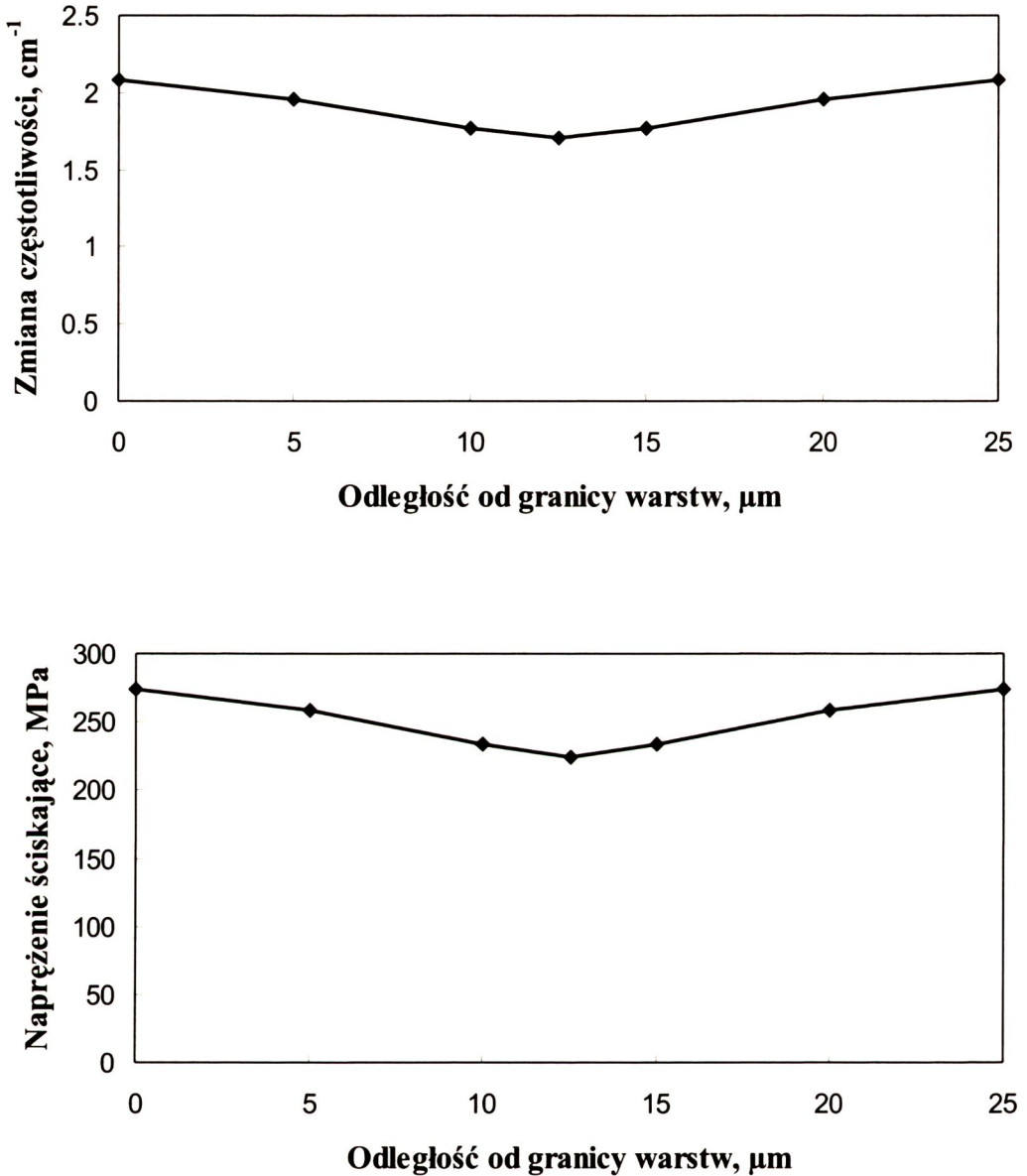
Rys. 6. Zmiana częstotliwości linii fluorescencyjnej R_1 i naprężenia ściskającego w warstwie tlenku glinu o grubości $10 \mu\text{m}$ w funkcji odległości od granicy warstw.

Fig. 6. R_1 line shift and compressive stresses in $10 \mu\text{m}$ thick alumina layer as a function of distance from layer boundary.



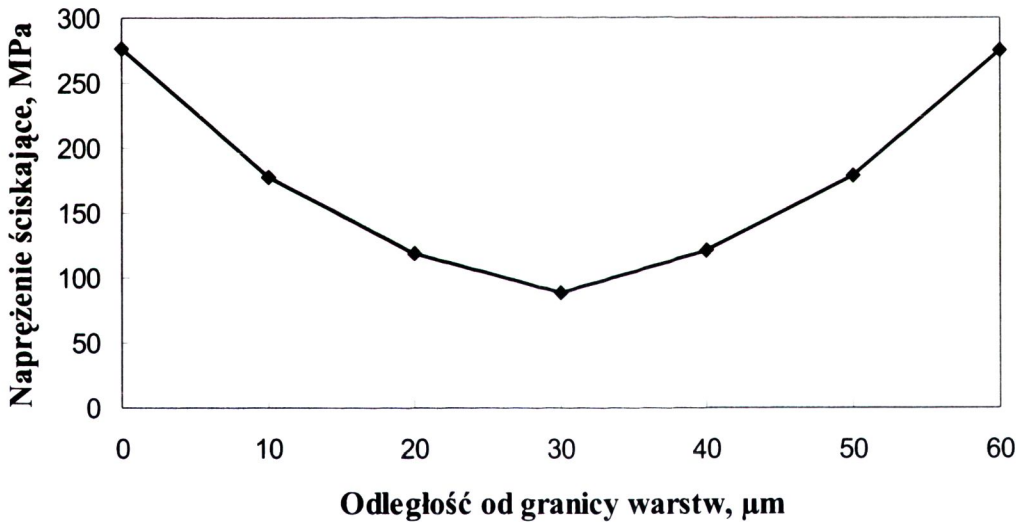
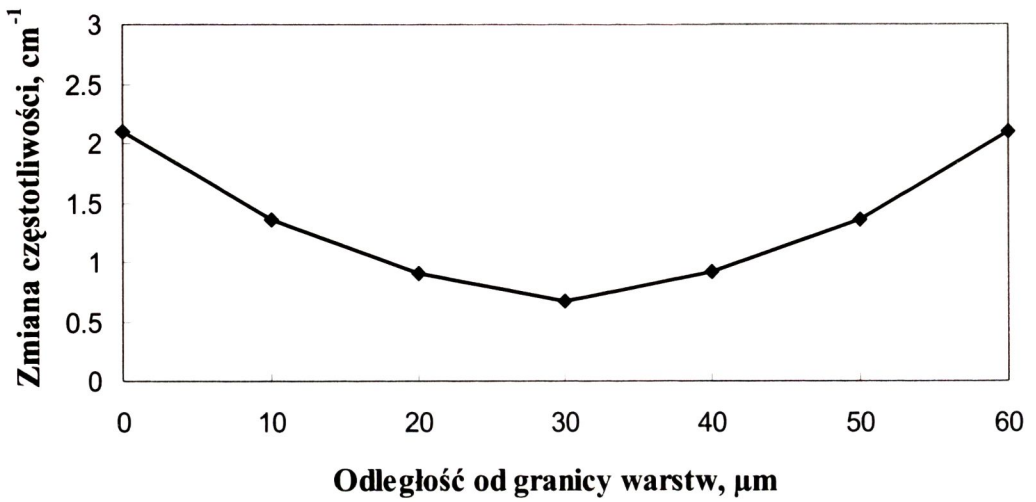
Rys. 7. Zmiana częstotliwości linii fluorescencyjnej R_1 i napężenia ściskającego w warstwie tlenku glinu o grubości 25 μm w funkcji odległości od granicy warstw.

Fig. 7. R_1 line shift and compressive stresses in 25 μm thick alumina layer as a function of distance from layer boundary.



Rys. 8. Zmiana częstotliwości linii fluorescencyjnej R_1 i naprężenia ściskającego w warstwie tlenku glinu o grubości 40 μm w funkcji odległości od granicy warstw.

Fig. 8. R_1 line shift and compressive stresses in 40 μm thick alumina layer as a function of distance from layer boundary.



Rys. 9. Zmiana częstotliwości linii fluorescencyjnej R_1 i napężenia ściskającego w warstwie tlenku glinu o grubości $60 \mu\text{m}$ w funkcji odległości od granicy warstw.

Fig. 9. R_1 line shift and compressive stresses in $60 \mu\text{m}$ thick alumina layer as a function of distance from layer boundary.

Tabela 3. Średnie wartości kątów odchylenia pęknięcia i gradientu naprężenia ściskającego w warstwach tlenku glinu kompozytów w funkcji grubości warstwy.

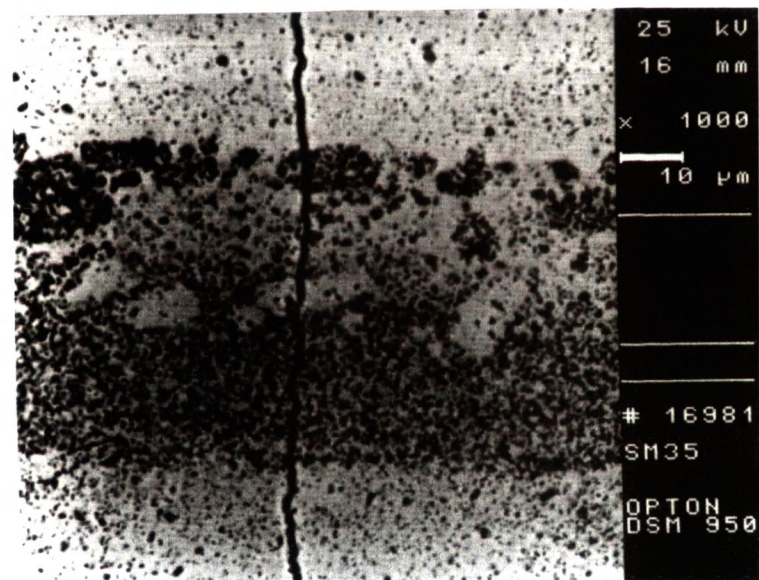
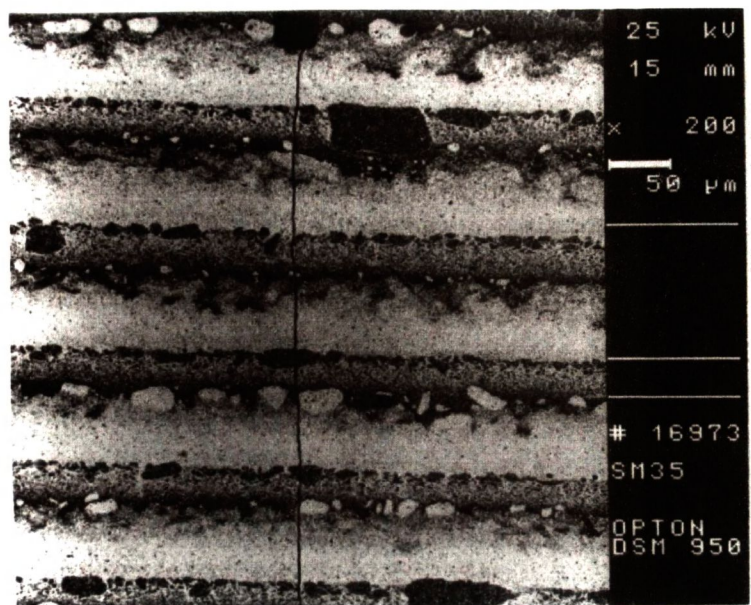
Table 3. Mean value of crack deflection angle and gradient of compressive stresses in alumina layer of composite as a function of layer thickness.

Grubość warstwy tlenku glinu, μm	60	40	25	10
Średni kąt odchylenia pęknięcia, $^{\circ}$	90	62	22	0
Gradient naprężenia ściskającego, $\Delta\sigma$, MPa	188,4	158,1	50,85	13,2

Wprowadzenie warstw barierowych zbudowanych z mieszaniny Al_2O_3 i ZrO_2 miało na celu zmniejszenie różnicy skurczliwości wypalania obu tlenków. Jak widać z Tabeli 2, cel został osiągnięty. Naprężenia wewnętrzne będące wynikiem różnicy $\Delta\alpha$ pozostały jednak niezmienione. Zmieniło się tylko ich ukierunkowanie. W warstwie barierowej zbudowanej z mieszaniny tlenków naprężenia ściskające wywierane są przez ziarna ZrO_2 na ziarna Al_2O_3 . Ziarna Al_2O_3 „odpowiadają” podobnym, co do wartości lecz o przeciwnym znaku, naprężeniem na ziarna ZrO_2 w mieszaninie. W przypadku takiego rozkładu naprężeń w warstwie barierowej, odchylenie spękania nie występuje. Jak widać z Rys.10, bez względu na miejsce zakończenia karbu (w warstwie ZrO_2 , czy też w warstwie barierowej) pęknięcie propaguje przez warstwy zbudowane z mieszaniny tlenków, bez odchylenia obserwowanego w warstwach barierowych zbudowanych tylko z tlenku glinu, bez względu na grubość warstwy barierowej.

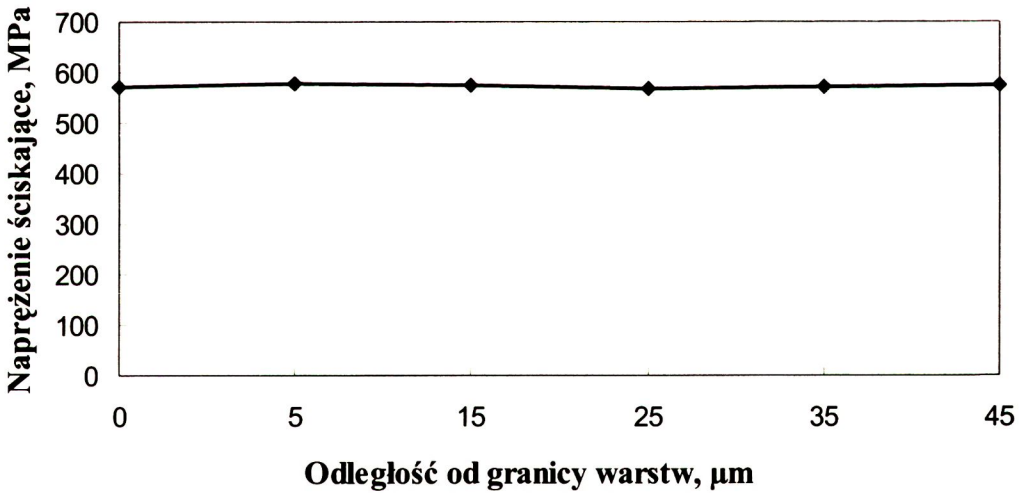
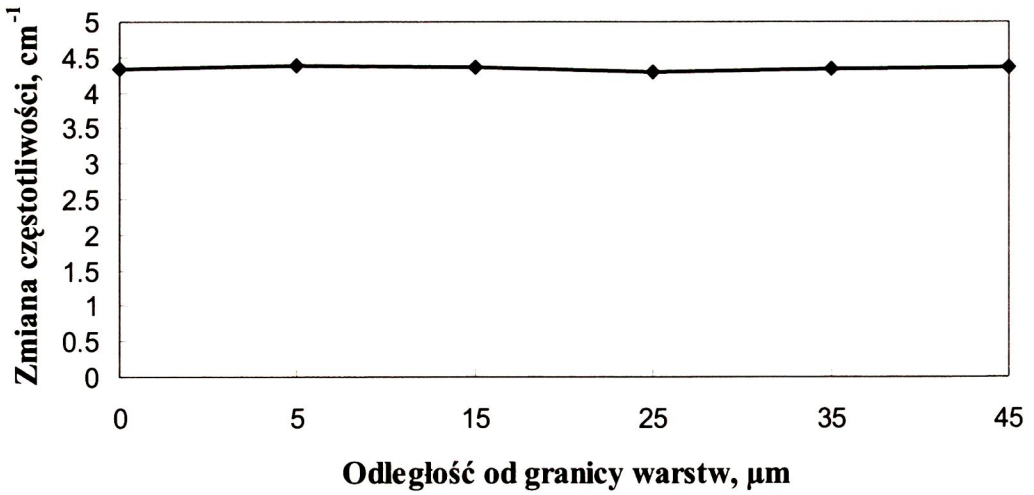
Wielkość naprężeń ściskających w tym przypadku, jak widać z Rys.11, jest istotnie wyższa od naprężeń obserwowanych w warstwach zbudowanych tylko z tlenku glinu, ale jednocześnie niezależna od położenia w stosunku do granicy warstw. Powyższe dodatkowo uzasadniałoby obserwowany brak odchylenia pęknięcia.

Wielkość kąta odchylenia pęknięcia w warstwach tlenku glinu, równoważna wydłużeniu pokonywanej drogi, jest wyznacznikiem udziału mechanizmu odchylenia we wzmocnieniu kompozytu warstwowego. Zgodnie z Tabelą 4, odporność na pękanie kompozytu, charakteryzowana krytycznym współczynnikiem intensywności naprężeń K_{Ic} , wzrasta z grubością warstwy tlenku glinu. K_{Ic} kompozytu z warstwami zbudowanymi z mieszaniny tlenków pozostaje równa K_{Ic} kompozytu z warstwami tlenku glinu o grubości 10 μm , gdzie, jak to opisano, odchylenie nie następuje.



Rys. 10. Droga pęknięcia przez kompozyt zbudowany z warstwy matrycowej ZrO_2 i warstwy barierowej będącej mieszaniną tlenku glinu i dwutlenku cyrkonu.

Fig. 10. The crack path during fracture of layered composite with barrier layers made of alumina and zirconia mixture.



Rys. 11. Zmiana częstotliwości linii fluorescencyjnej R_1 i naprężenia ściskającego w ziarnach tlenku glinu w funkcji odległości od granicy warstw kompozytu warstwowego z warstwą barierową o grubości 45 μm zbudowaną z mieszaniny tlenku glinu i dwutlenku cyrkonu.

Fig. 11. R_1 line shift and compressive stresses in alumina grains as a function of distance from layer boundary of composite with 45 μm thick barrier layer made of alumina and zirconia mixture.

4. PODSUMOWANIE

Przedmiotem pracy było określenie wpływu naprężeń wewnętrznych na charakter propagacji pęknięć w warstwowych kompozytach ceramicznych, przygotowanych metodą sekwencyjnego odwirowywania zawiesin wodnych proszków składowych. Podczas eksperymentów kontrolowanego rozwoju spękań, zaobserwowano istotne odchylenie drogi pęknięcia w warstwach tlenku glinu od pierwotnego kierunku prostopadłego do warstw. Wielkość kąta odchylenia pęknięcia okazała się być wprost proporcjonalna do grubości warstw. W przypadku warstw o grubości poniżej 10 μm pęknięcie przechodzi przez warstwy bez zmiany kierunku. W warstwach barierowych zbudowanych z mieszaniny Al_2O_3 i ZrO_2 odchylenie pęknięcia nie występuje. Wyjaśnienia powyższych obserwacji dostarczyły badania rozkładu naprężeń wewnętrznych w warstwach barierowych. Jak się okazało, wielkość naprężeń ściskających w warstwie tlenku glinu na granicy warstw jest niezależna od grubości warstw. Zależną natomiast okazała się wielkość gradientu naprężenia. Stwierdzono bowiem, iż naprężenie w warstwie tlenku glinu maleje asymptotycznie w kierunku środka warstwy i tu osiąga minimum. Zauważono, że istnieje korelacja pomiędzy wielkością kąta odchylenia pęknięcia w warstwie tlenku glinu i wielkością gradientu naprężenia w warstwie. W warstwach najcieńszych, o grubości $\leq 10 \mu\text{m}$, gdzie pęknięcie nie ulegało odchyleniu, nie stwierdzono istotnej różnicy naprężenia pomiędzy granicą warstw a środkiem warstwy tlenku glinu.

W przypadku warstw barierowych zbudowanych z mieszaniny tlenku glinu i dwutlenku cyrkonu, stwierdzono obecność naprężeń ściskających o wyższej wartości aniżeli w warstwach zbudowanych tylko z tlenku glinu. Są one tu jednak skierowane do środka poszczególnych ziaren Al_2O_3 i z tego powodu nie wywołują zmian w propagacji pęknięć przez warstwy.

Wydłużenie drogi spękania spowodowane odchyleniem w warstwach tlenku glinu wydaje się być odpowiedzialne za obserwowany przyrost odporności na pękanie kompozytów w funkcji grubości warstw.

Pracę wykonano w ramach projektu badawczego nr 7 S201 046 07 Nowe mikro-warstwowe kompozyty ceramiczne, finansowanego przez KBN.

BIBLIOGRAFIA

- [1] He J., Clarke D.R., J. Amer. Ceram. Soc. 78, 5, 1995, 1347-1353
- [2] Krell A. Teresiak A., Schlafer D., J. Eur. Ceram. Soc. 16, 1996, 803-810
- [3] Ma Q., Clarke D.R., J. Amer. Ceram. Soc., 77, 2, 1994, 298-302
- [4] Niezgodna T., Szymczyk W., Boniecki M., Inżynieria Mat. 5, 1997, 193-198

- [5] Cook R.F., Fairbanks C.J., Lawn B.R. J. Mat. Res., 2, 3, 1987, 345-356
- [6] Svain M.V., J. Mat. Sci. Lett., 5, 1986, 1313-1315
- [7] Tomaszewski H., Nowe mikrowarstwowe kompozyty ceramiczne. Warszawa KBN projekt badawczy, 1997
- [8] Evans A.G., Fracture mechanics of ceramics, ed. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, vol.1, 1974, 17-48.

EFFECT OF RESIDUAL STRESSES IN LAYERED CERAMIC MICROCOMPOSITES ON CRACK PROPAGATION DURING FRACTURE

SUMMARY

Laminar composites, containing layers of Y-ZrO₂ and either Al₂O₃ or a mixture of Al₂O₃ and Y-ZrO₂ have been fabricated using a sequential centrifuging technique of water solutions containing suspended particles. Controlled crack growth experiments with notched beams of composites were done and showed the significant effect of barrier layer thickness and composition on crack propagation path during fracture. Distinct crack deflection in alumina layers was observed. The increase of crack deflection angle with the alumina layer thickness was also found. In the case of the barrier layer made of a mixture, crack deflection did not occur independently on layer thickness. The observed changes have been correlated with the radial distribution of residual stresses in barrier layers created during cooling of sintered composites from fabrication temperature. The stresses found were the result of the differences in the thermal expansion and sintering shrinkage of alumina and zirconia and the crystallographically anisotropic thermal expansion of the alumina. The residual stress distribution has been measured by piezo-spectroscopy based on the optical fluorescence of Cr⁺³ dopants in alumina.