

## WPŁYW UDZIAŁU ZIAREN SiC NA ZJAWISKO KRZYWYCH R W SPIEKACH $Al_2O_3$

Henryk Tomaszewski<sup>1)</sup>, Marek Boniecki<sup>1)</sup>, Helena Węglarz<sup>1)</sup>

Przeprowadzono badania kontrolowanego rozwoju pęknięć w układzie trójpunktowego zginania w próbkach z karbem ceramiki korundowej zawierającej od 0 do 30% wag. ziaren SiC. Pęknięcie inicjowano, a następnie propagowano w wyniku powtarzającego się obciążania i odciążenia próbki. Długość pęknięcia mierzono *in situ* przy użyciu układu optycznego z kamerą. Wartości siły P odpowiedzialne za przyrost długości pęknięcia rejestrowano za pomocą komputera sterującego maszyną wytrzymałościową. Z wartości długości pęknięcia  $c$  i siły P obliczano wartości współczynnika intensywności naprężeń  $K_I$ . Badania wykazały, iż dodatek SiC silnie obniża efekt krzywych R ceramiki korundowej. Zjawisko to zostało wyjaśnione dzięki analizie stanu naprężeń wewnętrznych w badanej ceramice w oparciu o pomiary piezospektroskopowe. Zaobserwowano wzrost odporności na inicjację pęknięcia ze wzrostem udziału SiC.

### 1. WPROWADZENIE

Jak powszechnie wiadomo, podczas studzenia wielofazowych materiałów ceramicznych od temperatury spiekania do temperatury pokojowej pojawiają się naprężenia wewnętrzne będące wynikiem różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej,  $\alpha$ , składowych tych materiałów. Znajomość naprężeń wewnętrznych jest ważna z dwu powodów. Po pierwsze, gdy przekroczą one wartość krytyczną, 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 uważa, prowadzić do powstawania tzw. krzywych R [1,2]. Rezultatem tych oddziaływań może być efektywne wydłużenie drogi pęknięcia, oznaczające redukcję siły napędowej propagacji i wzmocnienie materiału (mechanizm odchylenia pęknięcia).

Naprężenia wewnętrzne pojawiać się mogą również w materiałach jednofazo-

---

<sup>1)</sup> Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

wych, takich jak np. ceramika z tlenku glinu, w wyniku anizotropii krystalograficznej i towarzyszącej jej różnicy we współczynnikach  $\alpha$  dla poszczególnych kierunków krystalograficznych (dla  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  krystalizującego w układzie heksagonalnym  $\alpha_c = 9,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , zaś  $\alpha_{a,b} = 8,6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ). Przypadkowa orientacja ziaren tlenku glinowego w spiekach sprawia, iż część z nich ( $\alpha_{a,b}$ ) jest poddawana naprężeniu ściskającemu zaś sąsiednie ziarna ( $\alpha_c$ ) naprężeniu rozciągającemu. Zgodnie z istniejącym modelem mostkowego mechanizmu odporności na pękanie [3-7] właśnie ziarna poddawane ściskaniu pełnią rolę mostków przeciwstawiających się rozszerzaniu szczeliny, zwiększając tym samym odporność materiału na pękanie wyrażaną przez wielkość  $K_{Ic}$ . Reszta materiału rozważana jest jako osnowa. Szeroko opisany przez Bennisona [7] model podnosi istotną rolę sił tarcia działających pomiędzy ściankami bocznymi mostka (ziarna pod naprężeniem ściskającym) i otaczającą go osnową.

Podstawową wręcz rolę naprężeń wewnętrznych w zjawisku wzrostu odporności na pękanie tlenku glinu z rozwojem długości pęknięcia (krzywe R lub krzywe T) potwierdziła praca Padture [8], w której zbadano dwa rodzaje kompozytów tlenek glinu-anortyt. Przy jednakowej mikrostrukturze kompozytów jedyna różnica polegała na tym, iż w pierwszym przypadku międzyziarnowy anortyt był krystaliczny, w drugim zaś szklisty. Porównanie własności obu kompozytów wykazało, iż kompozyt z krystalicznym anortytem charakteryzował się obecnością krzywej R w przeciwieństwie do kompozytu z fazą szklistą, której lepkościowe zachowanie pozwalało na relaksację naprężeń wewnętrznych wynikających z różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej obu składników kompozytu.

Przedmiotem prezentowanej pracy są badania wpływu obecności ziaren SiC rozproszonych w matrycy korundowej na jej odporność na pękanie. Węgiel krzemu, posiadający współczynnik rozszerzalności cieplnej  $\alpha$ , niższy od korundowej matrycy ( $\alpha_{\text{SiC}} = 3,5\text{-}4,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) okazał się być źródłem dodatkowych lokalnych pól naprężeń rozciągających, które, jak się przypuszcza, prowadzą do kompensacji naturalnych dla tlenku glinu lokalnych pól naprężenia ściskającego, odpowiedzialnych za obecność krzywych R. Uzyskane wyniki wydają się potwierdzać wcześniejszą tezę [8] o roli naprężeń wewnętrznych w mechanizmie umacniania ceramiki korundowej. Wielkość naprężeń wewnętrznych w matrycy z tlenku glinu mierzono metodą piezospektroskopową.

Wpływ udziału submikronowych ziaren SiC na odporność na pękanie  $\text{Al}_2\text{O}_3$  był już badany, zarówno w temperaturach pokojowych, jak i podwyższonych [9-12]. Obserwowane wzmocnienie przypisywano bądź obecności powierzchniowych naprężeń ściskających indukowanych przez uprzednią obróbkę mechaniczną, bądź zmianie charakteru pęknięcia spieku z tlenku glinu: z międzyziarnowego (po granicach ziarnowych) na pękanie poprzez ziarna, wywołane obecnością SiC. Tę ostatnią obserwację potwierdzałyby wyniki badań pełzania [13] wskazujące na wyższą wytrzymałość granic fazowych SiC- $\text{Al}_2\text{O}_3$  aniżeli granic ziarnowych tlenku glinu. Wspólną dla wszystkich dotychczasowych prac jest obserwacja o istotnym ograni-

czeniu rozrostu ziaren tlenku glinu, będącego wynikiem obecności ziaren SiC w pozycjach międzyziarnowych.

## 2. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Do badań wytypowano tworzywo korundowe o następującym składzie chemicznym: tlenek glinu - 99,55% wag. , tlenek magnezu - 0,20% wag. i tlenek itru - 0,25% wag.

Podstawowym składnikiem tworzywa był tlenek glinu pochodzący z rozkładu ałunu glinowo-amonowego, prod. CNPME - Skawina, o czystości 4N i średnim uziarnieniu poniżej 0,5  $\mu\text{m}$ .

Do tak przygotowanej matrycy dodawano od 10 do 30% wag. proszku  $\beta$ -SiC, wyprodukowanego metodą SHS przez Katedrę Ceramiki Specjalnej AGH (prof. L.Stobierski) o średnim uziarnieniu około 1  $\mu\text{m}$ . Odpowiednie kompozycje proszkowe ujednorodniano w młynku kulowym w alkoholu etylowym, a następnie, po wysuszeniu, poddano procesowi spiekania pod ciśnieniem przy zastosowaniu urządzenia Thermal Technology Inc., będącego w posiadaniu Instytutu Szkła i Ceramiki, w matrycach grafitowych, w atmosferze argonu pod ciśnieniem 15 MPa i temperaturze 1700°C z jednogodzinnym przetrzymaniem. Uzyskane w ten sposób płytki o wymiarach: 84x40x10 mm szlifowano, a następnie cięto na belki o wymiarach: 4x4x40 mm i 6x1,5x40 mm. Dla obserwacji drogi pęknięcia płaszczyznę 6x1,5 mm belek polerowano, a następnie w części centralnej nacinano tarczami diamentowymi o grubościach 0,200 i 0,025 mm. W rezultacie uzyskiwano "ostro" zakończone karby ułatwiające inicjację pęknięcia.

## 3. PRZEPROWADZENIE POMIARÓW

Wytrzymałość na zginanie badanych zestawów oznaczano przez zginanie trójpunktowe belek o wymiarze poprzecznym 4x4 mm, przy wykorzystaniu maszyny wytrzymałościowej Zwick 1446, stosując prędkość obciążania równą 1 mm/min i rozstaw podpór 36,5 mm.

Dla oznaczenia statycznego modułu Younga ww. beleczki ścieniano do wymiaru 1 mm, a następnie przy wykorzystaniu maszyny wytrzymałościowej rejestrowano podatność próbek (pomniejszoną o ugięcie układu pomiarowego) obciążanych przy prędkości 0,1 mm/min i rozstawie podpór 40 mm. Moduł Younga wyliczano z zależności podanej przez Fetta i Munza [14].

Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć realizowano również, przy wykorzystaniu maszyny wytrzymałościowej Zwick. W tym celu belki, o przekroju poprzecznym 1,5x6,0 mm, obciążano w układzie zginania trójpunktowego przy szyb-

kości odkształcania  $1 \mu\text{m}/\text{min}$  i rozstawie podpór  $36,5 \text{ mm}$ . Obciążanie belek przerywano w chwili "ruszenia" pęknięcia, objawiającego się zakrzywieniem krzywej obciążenie-odkształcenie, rejestrowanej na monitorze komputera sterującego maszyną wytrzymałościową. Procedurę powyższą wielokrotnie powtarzano, uzyskując każdorazowo kilkudziesięciomikrometrowy przyrost długości pęknięcia. Poszczególne etapy rozwoju pęknięć rejestrowano za pomocą układu optycznego z kamerą, pozwalającego dzięki określonej programowi komputerowemu na pomiar z ekranu monitora długości pęknięcia przypisanego określonej sile  $P$ , przy której rozwój pęknięcia zatrzymano. Przykładowe obrazy kontrolowanego rozwoju pęknięcia w ceramice korundowej rejestrowane komputerowo przedstawiono na Rys.1. W oparciu o wartości siły i odpowiadające jej długości pęknięcia, wyliczono  $K_I$ , korzystając ze wzoru Fetta [14].

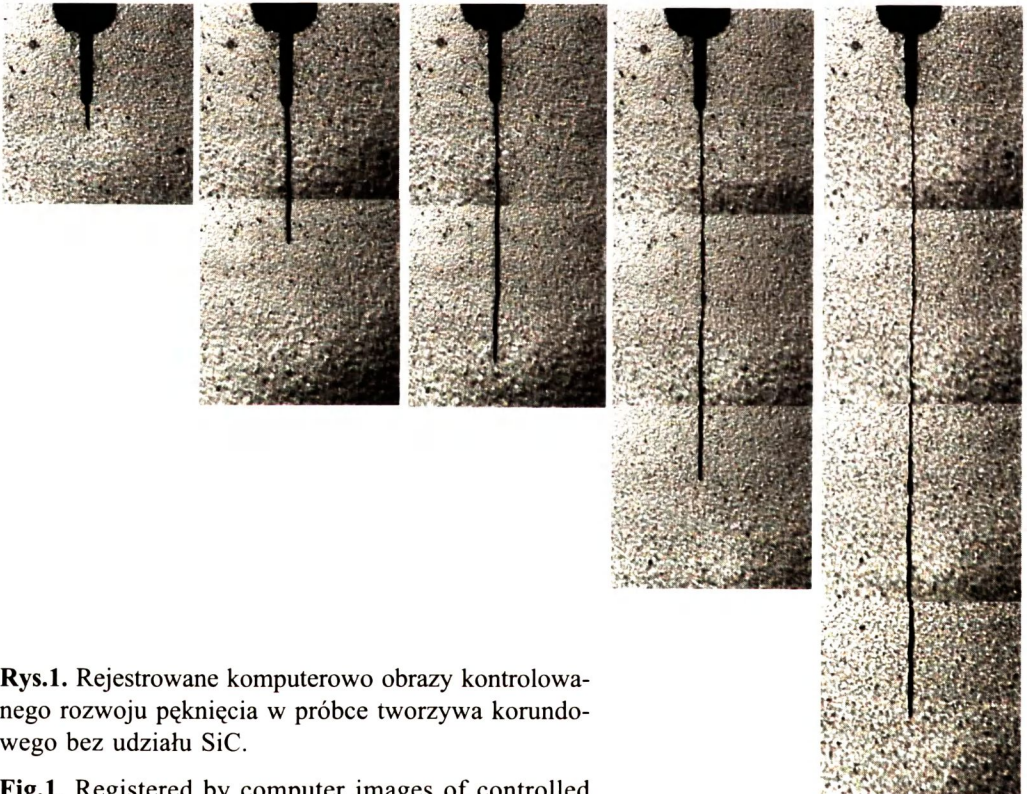
$c=78,1 \mu\text{m}$   
 $P=67,6 \text{ N}$

$c=495,3 \mu\text{m}$   
 $P=59,5 \text{ N}$

$c=876,3 \mu\text{m}$   
 $P=49,9 \text{ N}$

$c=1270 \mu\text{m}$   
 $P=42,6 \text{ N}$

$c=2082,2 \mu\text{m}$   
 $P=28,5 \text{ N}$



**Rys.1.** Rejestrowane komputerowo obrazy kontrolowanego rozwoju pęknięcia w próbce tworzywa korundowego bez udziału SiC.

**Fig.1.** Registered by computer images of controlled crack growth paths in alumina ceramics without SiC addition.

Część belek w badaniach rozwoju pęknięć obciążano, aż do złamania. W trakcie testu rejestrowano co 0,02 s, za pomocą komputera sterującego maszyną, siłę  $P$  oraz ugięcie próbki  $d$ . Na sumaryczną podatność  $C$ , próbki z karbem i powstającym pęknięciem składała się: podatność układu pomiarowego  $C_u$ , podatność belki bez nacięcia i pęknięcia,  $C_0$ , oraz podatność spowodowana przez karb i propagujące pęknięcie,  $\Delta C$ , zgodnie z równaniami [14]:

$$C = \frac{d}{P} \quad (1)$$

$$C = C_u + C_0 + \Delta C \quad (2)$$

gdzie: 
$$C_0 = \frac{L^2}{w^2 BE} \left[ \frac{L}{4w} + (1 + \nu) \frac{w}{2L} \right] \quad (3)$$

$L$  - rozstaw podpór,  $w$  - grubość próbki,  $B$  - szerokość próbki,  $\nu$  - stała Poissona, zaś

$$\Delta C = 4,5 \frac{L^2}{w^2 EB} \left( \frac{a}{1-a} \right)^2 \sum_{i=0}^5 \sum_{j=0}^3 B_{ij} a^i \left( \frac{w}{L} \right)^j \quad (4)$$

$a = \frac{c}{w}$ ,  $c$  - długość pęknięcia,  $B_{ij}$  - współczynniki podane przez Fetta i Munza [19].

Na podstawie zarejestrowanych danych doświadczalnych, za pomocą programu w języku Turbo Pascal, obliczano podatność  $C$  wg wzoru (1), a następnie ze wzorów (2-4) długość pęknięcia  $c$ . Znając  $c$ , obliczano współczynniki intensywności  $K_I$ , wg wzoru (5) [14]:

$$K_I = 1,5 \frac{PL}{w^2 B} Y c^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

gdzie: 
$$Y = \frac{\sqrt{\pi}}{(1-a)^{\frac{3}{2}}} \left[ 0,3738a + (1-a) \sum_{i,j=0}^4 A_{ij} a^i \left( \frac{w}{L} \right)^j \right] \quad (6)$$

$A_{ij}$  - współczynniki podane przez Fetta i Munza [14].

Z zależności długości pęknięcia  $c$  od czasu, w oparciu o kolejny zestaw programów w języku Turbo Pascal, wyliczano prędkość propagacji pęknięcia i przyporządkowywano ją

poszczególnym wartościom  $K_1$ , dzięki czemu możliwe było konstruowanie zależności:  $\log(v)$  w funkcji  $\log K_1$ , a także określenie wartości  $K_{\max}$  odpowiadających wartościom  $K_{1c}$  uzyskiwanym w testach proponowanych przez Evansa [15]. Wychodząc zaś z założenia, że pomiędzy prędkością rozwoju pęknięć podkrytycznych  $v$  w materiałach ceramicznych, a współczynnikiem  $K_1$  istnieje zależność potęgowa:

$$v = AK_1^n \quad (7)$$

możliwym się stało określanie parametrów propagacji pęknięć  $A$  i  $n$ .

Wielkość naprężeń wewnętrznych w matrycy korundowej mierzono metodą piezospektroskopową za pomocą spektrometru Ramana typu DILOR X 4800. Próbkę wzbudzano wiązką promieniowania laserowego o długości 514,5 nm i mocy 40 mW. Średnica wiązki wynosiła  $\sim 100 \mu\text{m}$  (obiektyw 50x), zaś czas rejestracji linii fluorescencyjnych wynosił 20 s. Widma fluorescencji rejestrowano z powierzchni wypolerowanej belek. 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 próbek tworzywa korundowego bez udziału SiC obserwowano przesunięcia w kierunku niższych częstości, w porównaniu z liniami dla rubinu, zaś w przypadku zestawów z udziałem SiC w kierunku wyższych częstości. Wielkość naprężeń, odpowiadających zmianom  $\Delta v$ , wyliczano z zależności (8), korzystając ze współczynników piezospektroskopowych wyznaczonych doświadczalnie przez He i Clarka [16]:

$$\Delta v = \Pi_{ij}\sigma_{ij} \quad (8)$$

gdzie:  $\Pi_{ij}$  jest tensorem współczynników spektroskopowych, zaś  $\sigma_{ij}$  tensorem naprężenia.

Obserwacje mikrostruktury tworzyw korundowych z udziałem SiC realizowano za pomocą mikroskopu skaningowego OPTON DSM 950. Z polerowanych powierzchni badanych tworzyw trawionych termicznie dla ujawnienia granic ziarnowych w temperaturze 1450°C w atmosferze argonu (prof. L.Stobierski, AGH) określano rozkłady wielkości ziaren tlenku glinu i węgla krzemowego.

## 4. WYNIKI BADAŃ I ICH DISKUSJA

### 4.1. Charakterystyka próbek tworzyw otrzymanych metodą spiekania pod ciśnieniem

Próbki badanych tworzyw otrzymano metodą spiekania pod ciśnieniem. Zaletą tej metody, w porównaniu ze spiekaniem swobodnym, jest możliwość uzyskiwania spieków o gęstościach równych lub bliskich teoretycznym (Tab.1). Obserwacje powierzchni trawionych zgładów uzyskanych tworzyw, zgodnie z wcześniejszymi doniesieniami [9-12] wykazały, iż obecność ziaren SiC w spiekach tworzywa korundo-

wego prowadzi do istotnego ograniczenia rozrostu ziaren tlenku glinowego (Tab.1). Jak widać, średnia wielkość ziaren  $Al_2O_3$  tworzywa korundowego bez dodatku SiC równa 4,67  $\mu m$  maleje do 0,83  $\mu m$  w spieku zawierającym 30% wag. tego dodatku.

**Tabela 1.** Wielkość ziaren tlenku glinu w spiekach kompozytowych w funkcji udziału ziaren SiC.

**Table 1.**  $Al_2O_3$  grain size in composites in a function of SiC content .

Właściwość	Udział SiC %wag.			
	0	10	20	30
Średnia wielkość ziaren $\mu m$	4,67	1,62	0,96	0,83
Odchylenie standardowe $\mu m$	$\pm 3,91$	$\pm 0,78$	$\pm 0,48$	$\pm 0,27$

Dodatek SiC do tworzywa korundowego zmienia również wartości modułu Younga (Tab. 2), co się wydaje oczywiste z powodu wyższej wartości modułu SiC. Warto tu nadmienić, iż obserwowany wzrost modułu Younga można interpretować jako wzrost sztywności badanych zestawów. Obecności SiC towarzyszy także zmiana wytrzymałości na zginanie matrycy korundowej (Tab. 2).

**Tabela 2.** Właściwości tworzywa korundowego w funkcji udziału ziaren SiC.

**Table 2.** Properties of alumina ceramics in a function of SiC content.

Właściwość	Udział SiC, %wag.			
	0	10	20	30
Gęstość, $G/cm^3$	3,99	3,91	3,83	3,75
Moduł Younga, GPa	397,5	407,1	414,8	416,0
Wytrzymałość na zginanie, MPa	355,9 $\pm$ 48,3	384,2 $\pm$ 40,6	428,9 $\pm$ 61,5	439,6 $\pm$ 10,5

\*gęstość SiC - 3,21G/cm<sup>3</sup>

#### 4.2. Analiza stanu naprężeń wewnętrznych w badanych tworzywach

Jak wspomniano wcześniej, w matrycy korundowej podczas studzenia od temperatury spiekania do temperatury pokojowej pojawiają się naprężenia wewnętrzne wynikające z anizotropii krystalograficznej i własności cieplnych tlenku glinu. Przypadkowa orientacja ziaren tlenku glinowego w spiekach tworzywa korundowego sprawia, iż część z nich ( $\alpha_a$ ) jest poddawana naprężeniu ściskającemu, zaś sąsiednie ziarna ( $\alpha_c$ )

naprężeniu rozciągającemu. Zgodnie z zaproponowanym modelem mostkowego mechanizmu odporności na pęknięcie [3-7] właśnie ziarna poddawane ścisłaniu pełnią rolę mostków przeciwstawiających się rozszerzaniu szczeliny, zwiększając tym samym odporność materiału na pęknięcie. Reszta materiału rozważana jest jako osnowa. Choć suma wszystkich cząstkowych naprężeń w materiale musi być równa zeru, opisane lokalne pola naprężeń zmieniające się od ziarna do ziarna będą powodować zmiany częstotliwości  $\Delta\nu$  linii  $R_1$  i  $R_2$  widma. Te zaś zgodnie z opisaną (w rozdziale 3) procedurą, pozwalają na ocenę średniej wielkości naprężeń wewnętrznych w badanym materiale.

Dodanie do tworzywa korundowego (99,55% wag.  $Al_2O_3$ ) ziaren SiC, a zatem składnika o niższym współczynniku rozszerzalności cieplnej ( $\alpha_{SiC} = 3,5-4,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ ) istotnie zmienia stan naprężeń w badanych zestawach. W spiekach badanych kompozytów, ziarna SiC będą zatem poddawane naprężeniu ścisłającemu przez otaczające ziarna  $Al_2O_3$  bez względu na ich usytuowanie krystalograficzne, zaś te ostatnie naprężeniu rozciągającemu. Zgodnie z powyższym w ziarnach tlenku glinowego z przyrostem udziału SiC w tworzywie korundowym winny dominować naprężenia rozciągające.

Jak widać z Tab. 3, przewidywany rozkład naprężeń wewnętrznych potwierdzają pomiary piezospektroskopowe. W miarę wzrostu udziału ziaren SiC w tworzywie korundowym położenie pików  $R_1$  przesuwa się w kierunku wyższych częstotliwości w stosunku do położenia tego samego pików w widmie rubinu, co oznacza, iż w matrycy korundowej obecne są naprężenia rozciągające.

**Tabela 3.** Zmiany częstotliwości  $\Delta\nu$  i naprężenia wewnętrzne  $\sigma$ , w ziarnach tlenku glinu tworzywa korundowego z udziałem SiC.

**Table 3.** Frequency shift  $\Delta\nu$  and residual stresses,  $\sigma$ , in  $Al_2O_3$  grains of alumina ceramics in a function of SiC content.

Mierzony parametr	Udział SiC, %wag.			
	0	10	20	30
Zmiana częstotliwości, $\Delta\nu$ , $cm^{-1}$	-0,565	+0,095	+0,59	+1,28
Naprężenie wewnętrzne, $\sigma$ , MPa	-188,33	+12,52	+77,73	+168,64

\* znak "-" oznacza naprężenia ścisłające (w przypadku tworzywa korundowego są to naprężenia w płaszczynie krystalograficznej ab), zaś "+" naprężenia rozciągające

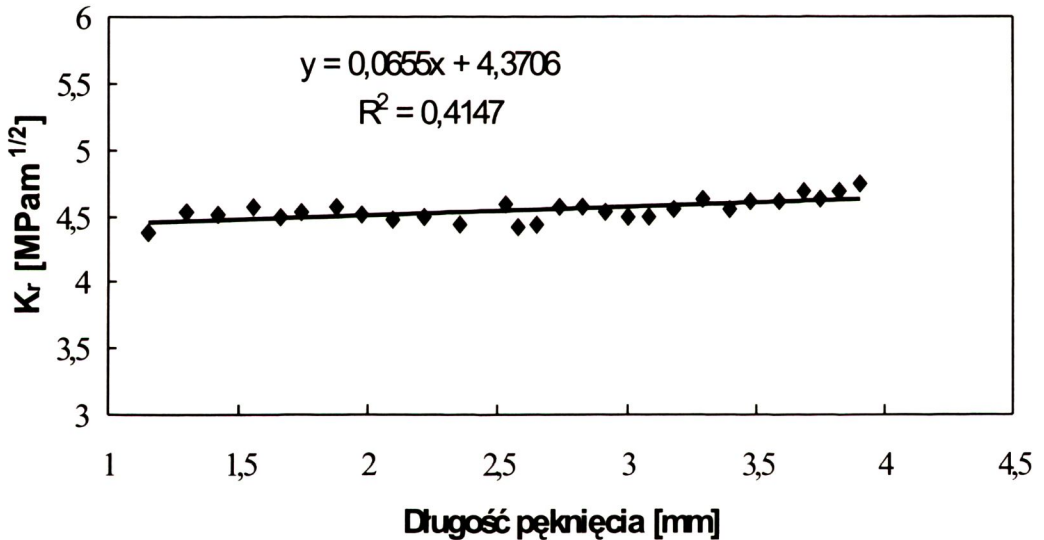
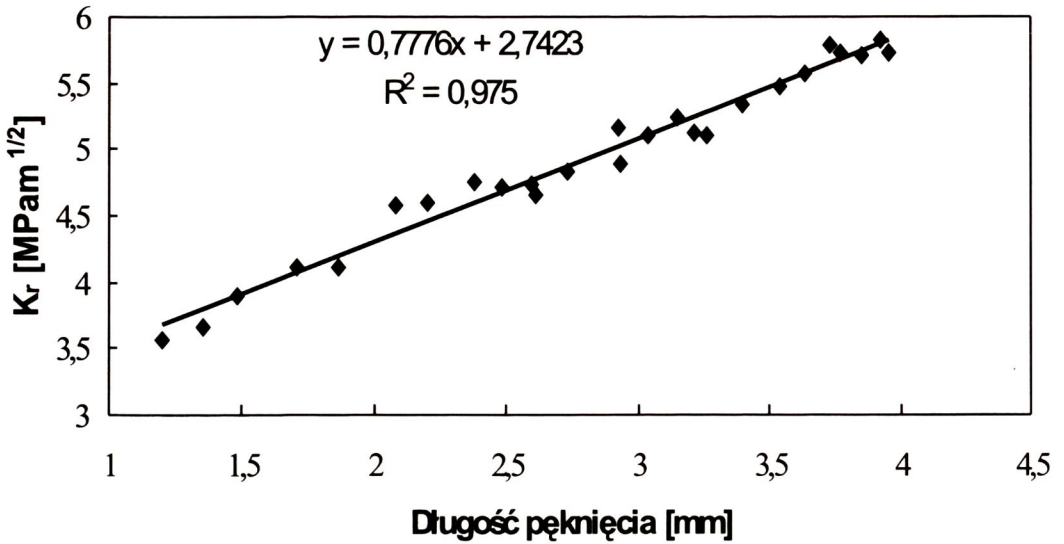


### 4.3. Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć w tworzywie korundowym z udziałem ziaren SiC

Jak opisano w rozdziale 3, badania kontrolowanego rozwoju pęknięć polegały na tym, iż do próbki z naciętym karbem w układzie zginania trójpunktowego przykładano narastającą siłę (przesuw belki maszyny wytrzymałościowej 1  $\mu\text{m}/\text{min}$ ), aż do momentu "ruszenia" pęknięcia. Po czym siłę zdejmowano i mierzono długość powstałego pęknięcia. Wartości siły, przy której zatrzymywano propagację odczytywano z pliku zarejestrowanego przez program komputerowy maszyny. Procedurę powtarzano wielokrotnie, aż do uzyskania pęknięcia o długości do 3,5 mm. Z odczytanej wielkości siły i zmierzonej długości pęknięcia wyliczano wartości współczynnika intensywności naprężeń  $K_I$ , które służyły do uzyskania wykresu  $K_I$  w funkcji długości pęknięcia  $c_i$ .

W wyniku przeprowadzonych eksperymentów okazało się, że zbiory uzyskanych punktów, w badanym zakresie długości pęknięcia dla tworzywa korundowego i pełnego zakresu udziałów SiC, można opisać równaniami prostej typu:  $y=ax+b$ , gdzie w rozpatrywanym przypadku  $y=K_I$ , zaś  $x=c_i$  (patrz Rys.2). W Tab. 4 zestawiono średnie współczynniki prostej  $a$  i  $b$  dla wszystkich badanych tworzyw. Z zestawienia wypływa zasadniczy wniosek, iż wzrost udziału SiC prowadzi do wyraźnego spadku wartości współczynnika kierunkowego "a" matrycy korundowej. Fakt ten świadczy dobitnie o zaniku mechanizmu mostkowego odpowiedzialnego za występowanie krzywych R w tworzywach na bazie  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Zaobserwowane zjawisko łączy się bezpośrednio, jak widać, ze wzrostem udziału SiC w tworzywie korundowym. Podana więc w poprzednim rozdziale hipoteza o istotnej roli naprężenia rozciągającego w obserwowanym zjawisku wydaje się być słuszna.

Dla części próbek z karbem obciążanie w układzie zginania trójpunktowego prowadzono, aż do złamania. W trakcie testu rejestrowano za pomocą komputera sterującego maszyną wytrzymałościową, co 0,02 s, siłę  $P$  oraz ugięcie belek  $d$ . Dalej, zgodnie z opisem przedstawionym w rozdziale 3, obliczano długości pęknięcia powstającego podczas obciążania, odpowiadające im współczynniki intensywności  $K_I$  oraz prędkości propagacji pęknięcia  $v$ . Korzystając z zależności potęgowej pomiędzy prędkością rozwoju pęknięć podkrytycznych  $v$ , a współczynnikiem  $K_I$  (7) określano parametry propagacji pęknięć  $A$  i  $n$ . Zarejestrowane dane pozwalały także na wyliczenie maksymalnej wartości  $K_I$ , określanej tu jako  $K_{Ic}$ , wartości  $K_{In}$ , przy której pęknięcie jest inicjowane oraz maksymalnej rejestrowalnej długości pęknięcia,  $c_{max}$ . Uzyskane dane zestawiono w Tab. 5. Jak można zauważyć, dodatek SiC do tworzywa korundowego tylko nieznacznie podwyższa jego odporność na pękanie ( $K_{Ic}$ ), wyraźnie natomiast wzrasta wartość  $K_{In}$ , co oznacza iż ze wzrostem udziału SiC wzrasta odporność tworzywa na inicjację pęknięcia. Malejąca wartość  $c_{max}$  wskazuje natomiast, iż gdy pęknięcie zostanie już zainicjowane, propaguje dalej z wyższą prędkością aniżeli w tworzywie bez dodatku SiC, co potwierdzają wzrastające wartości parametru propagacji  $n$ .



**Rys.2.** Wykres  $K_I$  ( $K_r$ ) w funkcji długości pęknięcia  $c_i$  (krzywa R) tworzywa korundowego bez dodatku SiC (górny wykres) i z 30% udziałem SiC (dolny wykres).

**Fig.2.**  $K_I$  ( $K_r$ ) in a function of crack length  $c_i$  (R curve) for alumina ceramics without SiC addition (upper figure) and for alumina ceramics with 30 wt% SiC (lower figure).

**Tabela 4.** Wartości współczynników a i b prostej  $y=ax+b$  (krzywych R) badanych tworzyw z udziałem SiC.

**Table 4.** Linear coefficients a and b of equation  $y=ax+b$  (R curve) of alumina ceramics in a function of SiC content.

Współczynniki prostej	Udział SiC, %wag,			
	0	10	20	30
a	0,851±0,074	0,378±0,025	0,224±0,007	0,061±0,024
b	2,644±0,098	3,886±0,083	4,016±0,020	4,440±0,111

**Tabela 5.** Wartości średnie parametrów rozwoju pęknięć podkrytycznych badanych tworzyw w funkcji udziału ziaren SiC.

**Table 5.** Mean values of subcritical crack growth parameters of alumina ceramics in a function of SiC content.

Udział SiC, %wag.	$K_{Ic}$ , MPam <sup>1/2</sup>	$K_{Ii}$ , MPam <sup>1/2</sup>	$c_{max}$ , mm	n	logA
0	4,78±0,03	3,16±0,06	2,107±0,073	8,17±0,29	-10,00±0,17
10	4,92±0,06	3,67±0,03	1,607±0,042	28,83±1,97	-24,07±1,36
20	4,90±0,07	4,10±0,24	1,487±0,022	36,20±9,97	-28,52±6,08
30	4,86±0,12	4,44±0,19	1,319±0,178	44,03±12,23	-34,17±8,41

## 5. PODSUMOWANIE

Celem pracy było zbadanie wpływu udziału ziaren SiC na odporność na pękanie tworzywa korundowego. Do badań wytypowano tworzywo korundowe o 99,55% wag. zawartości  $Al_2O_3$ . Do matrycy korundowej na etapie ujednorodniania zestawów dodawano od 10 do 30% wag. ziaren SiC o uziarnieniu  $\sim 1 \mu m$ , po czym proszki spiekano pod ciśnieniem. Obserwacje mikroskopowe zglądów otrzymanych tworzyw potwierdziły literaturowe doniesienia, iż SiC ogranicza wyraźnie rozrost ziaren tlenku glinowego. Dodatek SiC zmienia również moduł Younga i wytrzymałość na zginanie tworzywa korundowego.

Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć wykazały, że matryca korundowa charakteryzuje się występowaniem tzw. "krzywych R", co oznacza, iż jej odporność na pękanie wzrasta z długością rozwijającego się pęknięcia. Zjawisko to wyjaśnia się obecnością mostkowego mechanizmu odporności na pękanie. Wzrastający dodatek SiC do matrycy korundowej stopniowo ogranicza występowanie zjawiska "krzywych R". W przypadku 30%-owego udziału SiC stwierdzono brak zależności odporności na pękanie od długości pęknięcia, czyli zupełny zanik

mechanizmu mostkowego. "Skłonność" tworzywa do występowania powyższego zjawiska oceniano wielkością współczynnika kierunkowego prostej opisującej zależność  $K_I=f(c_i)$ . Obserwowane zjawisko wyjaśniono dzięki przeprowadzonej analizie stanu naprężeń wewnętrznych w badanych zestawach, potwierdzonej badaniami tych naprężeń metodą piezospektroskopową. Okazało się bowiem, iż wprowadzenie ziaren SiC, jako składnika o niższym współczynniku rozszerzalności cieplnej, prowadzi do powstania pól naprężeń rozciągających, prawdopodobnie likwidujących lokalne pola naprężeń ściskających w matrycy korundowej, wynikające z anizotropii krystalograficznej  $Al_2O_3$  i powszechnie uważane za odpowiedzialne za istnienie mechanizmu mostkowego. Stąd też zupełny brak "krzywej R" dla 30%-owego udziału SiC. Potwierdzenie powyższej hipotezy wymaga jednakże sprawdzenia udziału obserwowanej zmiany wielkości ziaren matrycy korundowej, spowodowanej obecnością SiC w występowaniu zjawiska "krzywych R". Na zależność taką wskazywałaby praca Chantikul [17]. Badania takie są właśnie wykonywane. Badania rozwoju pęknięć podkrytycznych wykazały, że dodatek SiC do tworzywa korundowego wyraźnie podwyższa odporność na inicjację pęknięcia ( $K_{II}$ ). Towarzyszący temu wzrost parametru propagacji pęknięć  $n$  wskazywałby, iż w tworzywie z dodatkiem SiC jest trudniej zainicjować pęknięcie, ale gdy ono już powstanie propaguje z wyższą prędkością aniżeli w tworzywie korundowym bez udziału SiC. Powyższe potwierdza malejąca wartość  $c_{max}$ . Wzrost maksymalnej wartości odporności na pękanie tworzywa korundowego z udziałem SiC jest jednak nieznaczny.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Cook R.F., Fairbanks C.J., Lawn B.R., Mai Y.-W.: J.Mat.Res., 1987, 2, 3, 345-356
- [2] Svain M.V.: J.Mat.Sci.Lett., 1986, 5, 1313-1315
- [3] Evans A.G., McMeeking R.M.: Acta Metall., 1986, 34, 12, 2435-2441
- [4] Majumdar B.S., Rosenfield A.R., Duckworth W.H.: Eng.Fract.Mechanics, 1988, 34, 4, 683-701
- [5] Mai Y.W., Lawn B.R.: J.Amer.Ceram.Soc., 1987, 70, 4, 289-294
- [6] Swanson P.L., Fairbanks C.J., Lawn B.R., Mai Y.W., Hockey P.J., ibid: 1987, 70, 4, 279-289
- [7] Bennison S.J., Lawn B.R.: Acta Metall., 1989, 37, 10, 2659-1671
- [8] Padture N.P., Chan H.M.: J.Amer.Ceram.Soc., 1992, 74, 7, 1870-1877
- [9] Zhao J., Stearns L.C., Harmer M.P., Chan H.M., Miller G.A.: J.Amer.Ceram.Soc., 1993, 76, 2, 503-510
- [10] Nakahira A., Niihara K.: Fracture mechanics of ceramics, vol.9. Ed. by R.C.Bradt et al., New York: Plenum Press, 1992, 165-178
- [11] Belmonte M., Moya J.S., Miranzo P.: J.Mat.Res., 1996, 11, 10, 2528-2535

- [12] Zhang Y.F., Deng Z.Y., Shi J.L., Mao Y.Q., Guo J.K.: J.Mat.Sci.Lett., 1996, 15, 1927-193
- [13] Ohji T., Hirano T., Nakahira A., Niihara K.: J.Amer.Ceram.Soc., 1996, 79, 33-45
- [14] Fett T., Munz D.: J.Amer.Ceram.Soc., 1992, 75, 4, 958-963
- [15] Evans A.G.: Fracture mechanics of ceramics. vol.1, New York, Plenum Press, 1974, 17
- [16] He J., Clarke D.R.: J.Amer.Ceram.Soc., 1995, 78, 5, 1347-1353
- [17] Chantikul P., Bennison S.J., Lawn B.R.: J.Amer.Ceram.Soc., 1990, 73, 8, 2419-2427

## **EFFECT OF SiC PARTICULATE ADDITION ON R-CURVE BEHAVIOUR OF ALUMINA**

### **SUMMARY**

The fracture behaviour of alumina ceramics containing 0 to 30 wt% SiC particles was investigated during tests of controlled crack growth in three point bending of single-edge-notched samples. The crack was initiated and slowly grown up by permanent loading and removing of the load. Crack length  $c$  was measured by *in situ* observation using a special video camera. Adequate force  $P$  responsible for crack length increase was recorded by computer steering the Zwick testing machine. From crack length  $c$  and force  $P$  the stress intensity factor  $K_I$  was calculated. The tests showed that SiC addition strongly decreases the effect of R-curve in alumina ceramics. This phenomenon was explained by analysis of residual stress state in ceramics on the base of piezospectroscopic measurements. An increase of resistance to crack initiation of the studied ceramics with increase of SiC addition was also found.