

# WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNE PRZEŚWIECALNEGO SPINELU $MgAl_2O_4$

Marek Boniecki<sup>1</sup>, Mateusz Karczmarz<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych

ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa; e-mail: marek.boniecki@itme.edu.pl

<sup>2</sup>Politechnika Lubelska, Wydział Mechaniczny

ul. Nadbystrzycka 36, 20-618 Lublin; e-mail: karczmarz.mateusz@pollub.edu.pl

**Streszczenie:** W pracy badano w temperaturze pokojowej takie właściwości mechaniczne ceramiki spinelowej ( $MgAl_2O_4$ ) jak: wytrzymałość na zginanie czteropunktowe, odporność na pękanie, moduł sprężystości (Younga) oraz twardość Vickersa. Odporność na pękanie zmierzono pięcioma metodami. Poza jednym przypadkiem uzyskane wyniki są do siebie zbliżone i są porównywalne z danymi literaturowymi dla ceramik o zbliżonych wielkościach ziaren.

**Słowa kluczowe:** spinel ( $MgAl_2O_4$ ), wytrzymałość na zginanie, odporność na pękanie, moduł sprężystości (Younga), twardość Vickersa

## MECHANICAL PROPERTIES OF TRANSLUCENT $MgAl_2O_4$ SPINEL

**Abstract:** The following mechanical properties of spinel ceramics ( $MgAl_2O_4$ ) were examined: bending strength, fracture toughness, Young's modulus and Vickers hardness. Fracture toughness was determined using five methods. Apart from one case, the results are similar and comparable with literature data on ceramics with particles of analogous sizes.

**Keywords:** spinel ( $MgAl_2O_4$ ), bending strength, fracture toughness, Young's modulus, Vickers hardness

## 1. WSTĘP

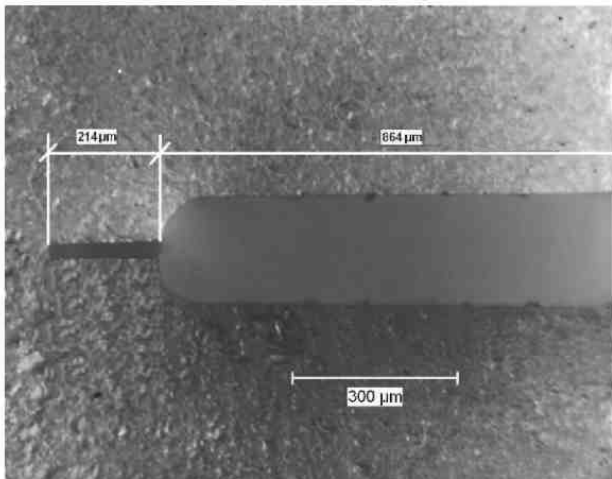
Materiały ceramiczne wykonane z bardzo czystych proszków oraz charakteryzujące się znikomą porowatością są przezroczyste albo przynajmniej przeświecalne w zakresie promieniowania widzialnego i bliskiej podczerwieni (zakres długości fal: 0,2 – 6  $\mu m$ ) [1]. W ostatnich latach wzrosło znacznie zapotrzebowanie na stosowanie przezroczystych ceramik jako: prętów laserujących, okienek i kopuł przepuszczających promieniowanie podczerwone, obudów lamp czy okien do zastosowań wojskowych (np. w wozach bojowych lub samolotach) [2] lub osłon czujników na podczerwień, w które wyposażo-

ne są rakiety przeciwlotnicze. Zainteresowanie ceramiką wynika z tego, że technologia stosowana do jej produkcji jest znacznie prostsza i tańsza w porównaniu z technologią wytwarzania monokryształów stosowanych do tej pory. Używana powszechnie w przemyśle ceramika korundowa  $Al_2O_3$  charakteryzująca się bardzo dobrymi właściwościami mechanicznymi [3] nie może być zastosowana tutaj na dużą skalę ze względu na występujące w niej zjawisko rozpraszania światła wskutek dwójłomności materiału ( $Al_2O_3$  ma strukturę heksagonalną). Polikrystaliczny spinel  $MgAl_2O_4$  o regularnej strukturze krystalicznej jest pozbawiony tej wady i pomimo gorszych od ceramiki korundowej parametrów mechanicznych [4 - 9] jest brany pod uwagę jako materiał, z którego mogą być wytwarzane np. elementy do celów militarnych. O konkretnym zastosowaniu materiału w danym przypadku można mówić wtedy kiedy są znane jego właściwości mechaniczne i ewentualnie cieplne (gdy istotna jest odporność na szok termiczny). W literaturze np. [4 - 9] podano szereg wartości takich parametrów spinelu jak: wytrzymałość  $\sigma_c$ , odporność na pękanie  $K_{Ic}$ , moduł Younga  $E$  i twardość  $H$ . Wyraźnie widoczne jest ich znaczne zróżnicowanie zależne od mikrostruktury i przygotowania badanych próbek jak i zastosowanej metody pomiarowej. W szczególności duże różnice występują w przypadku  $\sigma_c$  i  $K_{Ic}$ . Przykładowo  $\sigma_c = 470$  MPa dla wielkości ziaren  $d = 0,345$   $\mu m$  [5] oraz ok. 80 MPa dla  $d = 35$   $\mu m$  [8] (pomiar wykonywano w temperaturze pokojowej). Z kolei dla  $K_{Ic}$  znaleziono wartość  $3,0 \pm 0,1$  MPam<sup>1/2</sup> dla  $d = 1,5 \pm 0,8$   $\mu m$  [9] oraz  $1,3 \pm 0,05$  MPam<sup>1/2</sup> dla  $d \approx 5$   $\mu m$  [7]. Celem niniejszej pracy było wyznaczenie wyżej wymienionych właściwości mechanicznych spinelu czyli: wytrzymałości  $\sigma_c$ , odporności na pękanie  $K_{Ic}$ , modułu Younga  $E$  i twardości  $H$  w temperaturze pokojowej. W przypadku  $K_{Ic}$  wykonano te pomiary kilkoma metodami.

## 2. CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

### 2.1. Przygotowanie próbek

Do wykonania próbek użyto proszku  $MgAl_2O_4$  o czystości 99,95 % dostarczonego przez firmę Bajkowski, oznaczonego symbolem S30CR. Z proszku po granulacji prasowano jednoosiowo płytki pod ciśnieniem 20 MPa, które następnie dogęszczano izostatycznie pod ciśnieniem 120 MPa. Następnie płytki spiekano w piecu w atmosferze powietrza w temperaturze 1700 °C przez 1 godzinę oraz cięto i szlifowano na belki o wymiarach  $2,5 \times 4 \times 30$  mm i  $1 \times 4 \times 50$  mm. Powierzchnie o wymiarach  $4 \times 30$  mm krótszych belek polerowano. Część próbek (przeznaczonych na pomiary  $K_{Ic}$ ) nacinano za pomocą piły tarczowej o szerokości 0,2 mm na głębokość 0,9 mm, a następnie na głębokość 0,2 mm tarczą o szerokości 0,025 mm (Rys. 1).



Rys. 1. Sposób nacinania próbek przeznaczonych do pomiaru  $K_{Ic}$ .

Fig. 1. Method of cutting samples for  $K_{Ic}$  measurements.

### 2.2. Badania właściwości mechanicznych

Przeprowadzono następujące pomiary:

- modułu Younga  $E$  metodą zginania trójpunktowego belek o wymiarach  $1 \times 4 \times 50$  mm przy odległości podpór  $L = 40$  mm poprzez rejestrację wielkości ugięcia próbki  $y$  (za pomocą czujnika indukcyjnego umieszczonego w strzałce ugięcia belki) w funkcji przyłożonego obciążenia  $P$ . Obciążenie przykładano ze stałą prędkością 0,5 mm/min do  $P_k < P_c$  (gdzie  $P_c$  – obciążenie niszczące). Test przeprowadzono na 6 próbkach.  $E$  liczono ze wzoru (1) z [10]:

$$E = \frac{L^2}{bw^2C} \left[ \frac{L}{4w} + \frac{(1+\nu)w}{2L} \right], \quad (1)$$

gdzie:  $b$  szerokość próbki = 4 mm,  $w$  grubość próbki = 1 mm,  $C = \Delta y / \Delta P$  (stosunek przyrostu ugięcia do przyrostu obciążenia), stała Poissona  $\nu = 0,26$  [11],

- twardość  $H$  za pomocą twardościomierza z wgłębnikiem Vickersa na wypolerowanych powierzchniach próbek. Wykonano po 5 odcisków przy obciążeniu  $P = 98,1$  N oraz 29,4 N. Wartości  $H$  liczono ze wzoru (2):

$$H = 1.8544 \times P / (2a)^2, \quad (2)$$

gdzie:  $a$  oznacza połowę długości przekątnej odcisku Vickersa, a  $P$  obciążenie,

- wytrzymałość na zginanie czteropunktowe  $\sigma_c$ . Pomiary wytrzymałości  $\sigma_c$  prowadzono na próbkach o wymiarach  $2,5 \times 4 \times 30$  mm w układzie zginania czteropunktowego przy odległości podpór dolnych  $L = 20$  mm, górnych rolek naciskających  $l = 10$  mm i szybkości przesuwu głowicy 1 mm/min dla 5 próbek. Wytrzymałość obliczano ze wzoru (3):

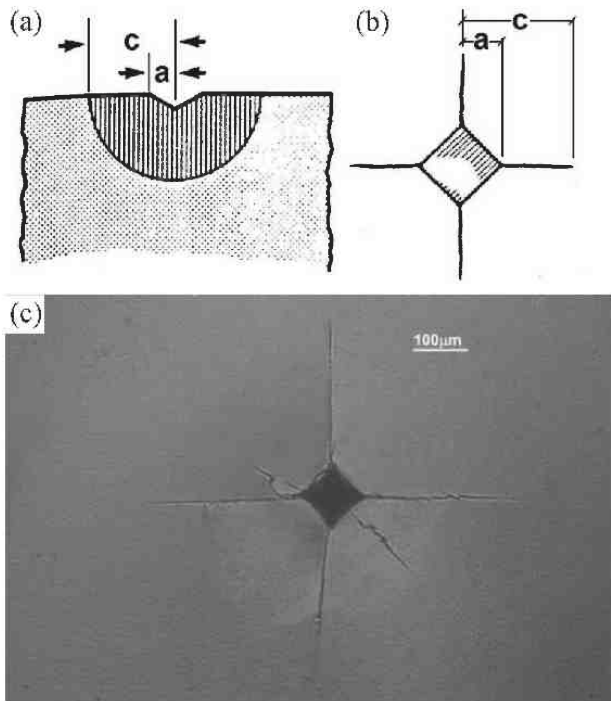
$$\sigma_c = \frac{1.5P_c(L-l)}{bw^2}, \quad (3)$$

gdzie:  $P_c$  – obciążenie niszczące,  $b = 4$  mm,  $w = 2,5$  mm.

Badania wytrzymałościowe oraz modułu Younga prowadzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 1446, a badania twardości za pomocą twardościomierza Zwick - odporności na pękanie  $K_{Ic}$ . Ten parametr materiałowy był mierzony 5 metodami:

1. pomiar długości pęknięć biegnących z naroży odcisku Vickersa.

Na wypolerowanej powierzchni próbki (belki o wymiarach  $2,5 \times 4 \times 30$  mm) wykonywano wgłębnikiem Vickersa dwie serie po 5 odcisków przy sile  $P = 98,1$  i 29,4 N. W trakcie nagniatania powierzchni kruchej próbki ceramicznej powstają wokół odcisku pęknięcia (Rys. 2). W literaturze można znaleźć wiele wzorów na podstawie których z długości pęknięć Vickersa wyliczana jest wartość  $K_{Ic}$  [12]. Wybór odpowiedniego wzoru zależy od charakteru tych pęknięć. W [7] stwierdzono, że w przypadku ceramiki spinelowej pękanie ma charakter centralny. Zgodnie z sugestiami w [7] wybrano zależności zaproponowane przez Anstisa [13], Lankforda [14], Niiharę [15] i dodatkowo Blendella [16]. Zależności te zostały zamieszczone w Tab. 1.



**Rys. 2.** Geometria pęknięć centralnych dla wglębniaka Vickersa: (a) schemat przekroju odcisku (prostopadle do powierzchni próbki), (b) schemat odcisku na powierzchni, (c) zdjęcie odcisku na wypolerowanej powierzchni próbki spinelowej dla  $P = 98,1$  N.

**Fig. 2.** Crack system developed for the Vickers indenter: (a) cross-sectional scheme of the indent (perpendicular to the sample surface), (b) scheme of the indent on the surface of the sample, (c) photo of the indent on the polished surface of the spinel sample for  $P = 98.1$  N.

Autor metody	Wzory	Nr wzoru
Anstis [13]	$0,016(E/H)^{0,5} (P/c^{1,5})$	(4)
Lankford [14]	$(0,142H\sqrt{a/\phi}) (E\phi/H)^{0,4} (c/a)^{-1,56}$	(5)
Niihara [15]	$(0,129H\sqrt{a/\phi}) (E\phi/H)^{0,4} (c/a)^{-1,5}$	(6)
Blendell [16]	$(0,055H\sqrt{a/\phi}) (E\phi/H)^{0,4} \log(8,4a/c)$	(7)

**Tab. 1.** Zastosowane zależności na obliczanie  $\bar{K}_{Ic}$  na podstawie pęknięć Vickersa.  $c$  oznacza długość pęknięcia (Rys. 2),  $\phi = 3$  [14,15],  $a$ ,  $P$ ,  $E$  i  $H$  zdefiniowano wcześniej.

**Tab. 1.** Formulas used for  $K_{Ic}$  calculations based on indentation fractures.  $c$  means the crack length (Fig. 2),  $\phi = 3$  [14,15],  $a$ ,  $P$ ,  $E$  and  $H$  were defined earlier.

2. pomiar wytrzymałości próbek z wprowadzonymi uprzednio pęknięciami Vickersa pod obciążeniem  $P = 98,1$  N.

Pośrodku wypolerowanych powierzchni 5 belek wykonywano odcisk Vickersa tak, żeby jedna para

biegnących z naroży odcisku pęknięć była prostopadła do krawędzi próbki. Następnie wykonywano test wytrzymałości na zginanie czteropunktowe (opisany powyżej) w ten sposób, żeby wprowadzone pęknięcia znajdowały na rozciąganej powierzchni belki pomiędzy górnymi rolkami naciskającymi. Wartość  $K_{Ic}$  liczono ze wzoru (8) z [17]:

$$K_{Ic} = 0.59(E/H)^{1/8}(\sigma_c P^{1/3})^{3/4}, \quad (8)$$

gdzie:  $\sigma_c$  – wytrzymałość na zginanie czteropunktowe liczona ze wzoru (3), reszta oznaczeń została zdefiniowana wcześniej.

3. pomiar wytrzymałości próbek z wprowadzonymi uprzednio pęknięciami Vickersa pod obciążeniem  $P = 98,1$  N po wygrzewaniu w temperaturze ok.  $1200$  °C przez 2 godz.

Wygrzewanie powoduje usunięcie pola naprężeń szczątkowych powstałych wokół odcisku Vickersa [13]. W wyniku tego  $K_{Ic}$  można policzyć ze wzoru (9) [17]:

$$K_{Ic} = \psi \sigma_c c^{1/2}, \quad (9)$$

gdzie:  $\psi$  – współczynnik geometryczny zależny od kształtu pęknięcia i sposobu obciążania próbki.

Wartość współczynnika  $\psi$  dla pęknięcia od odcisku Vickersa szacowano z wyrażenia (10) z [18]:

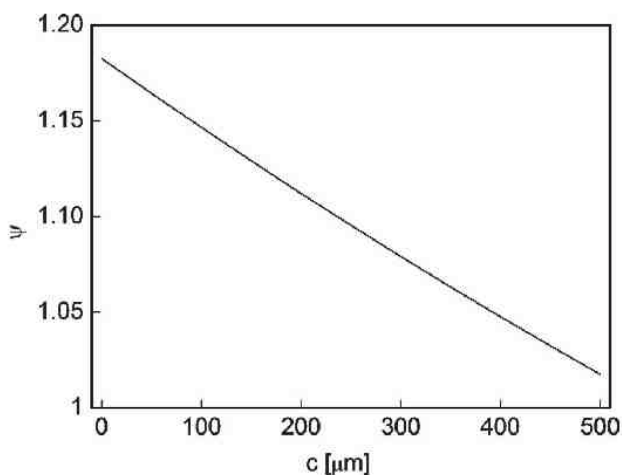
$$\psi = 1.29 \frac{1.71e - 0.138e^2}{\sqrt{1 + 1.464e^{1.65}}}, \quad (10)$$

gdzie:  $e = c_1/c$  ( $c_1$  – głębokość pęknięcia). Wartość  $e$  wyliczano z zależności (11) z [19]:

$$e = \frac{0.826w}{w + 1.486c}, \quad (11)$$

Na Rys. 3 zamieszczono wykres wartości parametru  $\psi$  w funkcji długości pęknięcia Vickersa  $c$  dla próbek o grubości  $w = 2,5$  mm. Długości pęknięć branych pod uwagę (do obliczeń  $K_{Ic}$  brano dłuższe pęknięcia z dwu prostopadłych do krawędzi próbki) mieściły się w zakresie od  $309$  do  $360$   $\mu\text{m}$  co odpowiadało wartościom  $\psi$  od  $1,08$  do  $1,06$ . Wytrzymałość  $\sigma_c$  wyznaczano jak w punkcie 2 (dla 5 próbek).





Rys. 3. Wykres współczynnika  $\psi$  (wzór(10)) w funkcji długości pęknięcia Vickersa  $c$ .

Fig. 3. Graph of  $\psi$  coefficient (formula (10)) as a function of Vickers crack length  $c$ .

#### 4. Pomiar propagacji pęknięć Vickersa.

Po wprowadzeniu pęknięcia Vickersa do próbki przykładano obciążenie stanowiące początkowo ok. połowy przewidywanego obciążenia zniszczenia z szybkością 1 mm/min (w układzie zginania czteropunktowego. Po odjęciu obciążenia z szybkością 10 mm/min próbkę przenoszono na mikroskop optyczny (Neophot 2) gdzie mierzono długości pęknięć prostopadłych do krawędzi belki. Po powtórnym umieszczeniu próbki w uchwycie na zginanie obciążano ją siłą większą o  $\sim 10$  N niż poprzednio i cały cykl pomiarowy powtarzano jak to opisano powyżej. Test prowadzono, aż do zniszczenia próbki.  $K_{Ic}$  wyznaczono na podstawie zależności (12) wyprowadzonej w [20 - 21].

$$\psi \sigma c^2 / P = K_{Ic} c^{1.5} / P - \chi, \quad (12)$$

gdzie:  $\chi$  – współczynnik charakteryzujący pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku Vickersa, pozostałe oznaczenia wprowadzono powyżej.

Wyrażenia  $A = \psi \sigma c^2 / P$  oraz  $B = c^{1.5} / P$  wyznacza się eksperymentalnie na podstawie opisanego powyżej testu. Przedstawienie wielkości  $A$  w funkcji  $B$  pozwala wyznaczyć  $K_{Ic}$  z nachylenia prostej prowadzonej przez

punkty doświadczalne, a  $\chi$  jako punkt przecięcia tej prostej z osią rzędną. Test przeprowadzono dla 4 próbek (jedną dla  $P = 49,1$  N, dwie dla  $P = 78,5$  N i jedną dla  $P = 98,1$  N).

5. pomiar metodą zginania trójpunktowego belek z karbem.

Pomiary  $K_{Ic}$  wykonano w układzie zginania trójpunktowego przy odległości podpór  $L = 20$  mm na belkach z naciętymi karbami (Rys. 1). Próbki obciążano z szybkością 1 mm/min  $K_{Ic}$  liczono ze wzoru (13):

$$K_{Ic} = Y \frac{1.5 P_c L}{b w^2} c_k^{0.5}, \quad (13)$$

gdzie:  $Y$  – stała geometryczna obliczana wg [10],  $b = 2,5$  mm,  $w = 4$  mm.

### 2.3. Badania mikroskopowe mikrostruktury materiału oraz przelamów

Mikrostrukturę próbek analizowano na wypolerowanych i wytrawionych powierzchniach próbek. Próbki spinelowe trawiono w powietrzu w temperaturze 1450 °C przez 1 godz. Zdjęcia mikrostruktur wykonano na mikroskopie optycznym typu Axiovert 40 Mat firmy Zeiss, a wielkości ziaren szacowano za pomocą programu do analizy obrazu firmy Clemex Techn. Inc. Przelamy belek z karbem po badaniu  $K_{Ic}$  (obszar w pobliżu czoła nacięcia) były analizowane na elektronowym mikroskopie skaningowym Opton DSM-950.

## 3. WYNIKI POMIARÓW

W Tab. 2 zebrano wyniki pomiarów twardości  $H$ , modułu Younga  $E$ , oraz wytrzymałości na zginanie czteropunktowe  $\sigma_c$  dla różnych stanów powierzchni zginanej belki.

W Tab. 3 zestawiono wartości odporności na pękanie  $K_{Ic}$  otrzymane różnymi metodami.

$H$ (GPa)		$E$ (GPa)	$\sigma_c$ (MPa)			
$P = 98,1$ N	$P = 29,4$ N		Szlifow.	Poler.	Vickers	Vickers+wygrz.
14,3 ± 0,4	14,8 ± 1,2	230 ± 10	131 ± 4	169 ± 18	73,2 ± 1,4	108 ± 6

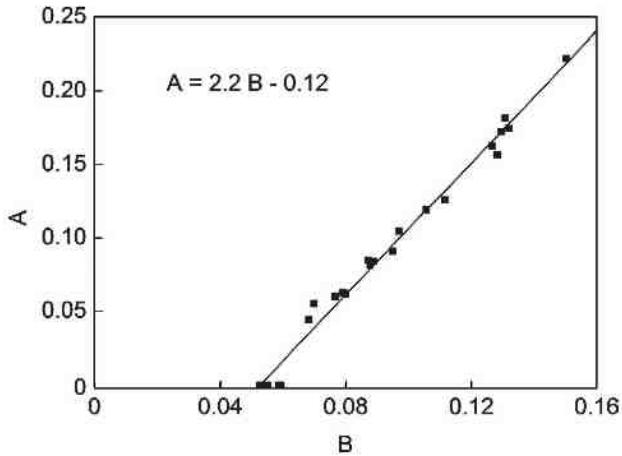
Tab. 2. Twardość  $H$ , moduł Younga  $E$  i wytrzymałość na zginanie czteropunktowe  $\sigma_c$  dla przypadku powierzchni rozciąganej: szlifowanej, polerowanej oraz z wgnieceniem Vickersa dla  $P = 98,1$  N przed i po wygrzewaniu.

Tab. 2. Hardness  $H$ , Young's modulus  $E$  and four-point bending strength  $\sigma_c$  for the surface in tension: after grinding, polishing and with Vickers cracks for  $P = 98,1$  N before and after annealing.

Wzór→	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(12)	(13)
$P = 98,1 N$	$1,2 \pm 0,1$	$1,7 \pm 0,2$	$1,7 \pm 0,2$	$1,8 \pm 0,3$	$2,1 \pm 0,03$	$2,1 \pm 0,1$	$2,2 \pm 0,1$	$1,9 \pm 0,1$
$P = 29,4 N$	$1,2 \pm 0,2$	$1,7 \pm 0,4$	$1,7 \pm 0,4$	$1,9 \pm 0,4$				

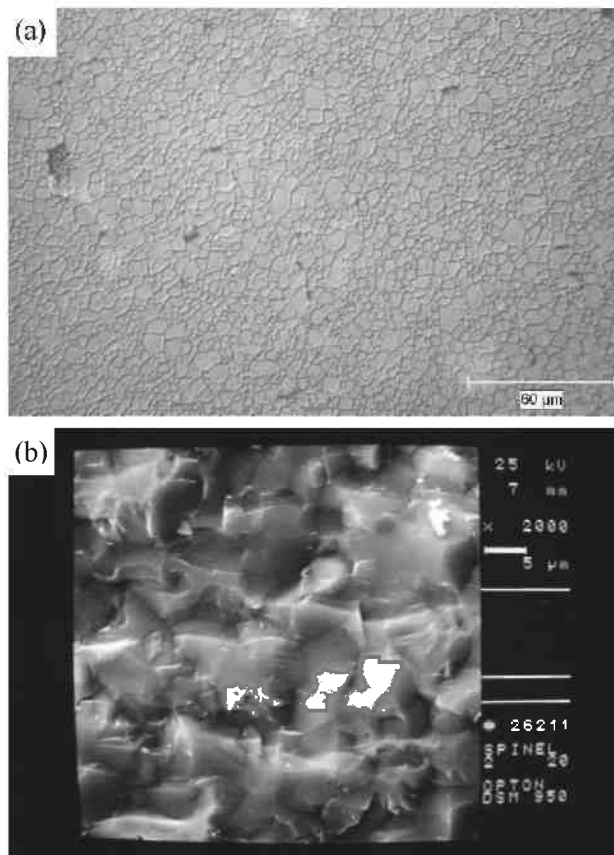
**Tab. 3.** Wartości odporności na pękanie  $K_{Ic}$  (MPam<sup>1/2</sup>) otrzymane różnymi metodami.

**Tab. 3.** Values of fracture toughness  $K_{Ic}$  (MPam<sup>1/2</sup>) obtained by various methods.



**Rys. 4.** Zależność (12) we współrzędnych  $A = \psi \sigma_c^2 / P$  oraz  $B = c^{1.5} / P$ .

**Fig. 4.** Relationship (12) between the coordinates  $A = \psi \sigma_c^2 / P$  and  $B = c^{1.5} / P$ .



**Rys. 5.** Zdjęcia (a) mikrostruktury i (b) przelamu ceramiki spinelowej.

**Fig. 5.** Photos of (a) the microstructure and (b) fracture surface of spinel ceramics.

Na Rys. 4 przedstawiono zależność (12) we współrzędnych  $A$  i  $B$  z której wyznaczono  $K_{Ic} = 2,2 \pm 0,1$  MPam<sup>1/2</sup> oraz  $\chi = 0,12 \pm 0,01$ .

Na Rys. 5 umieszczono zdjęcia wytrawionej mikrostruktury materiału oraz przelamu. Średnia wielkość ziaren  $d = 5,7 \pm 2,8$  μm.

#### 4. Dyskusja wyników

Zestawione w Tab. 2 wartości wytrzymałości na zginanie  $\sigma_c$  pokazują silny wpływ stanu rozciąganej podczas testu powierzchni próbki na otrzymane wyniki. Stan ten można opisać rozkładem wielkości wad oraz naprężeń szczątkowych na powierzchni próbki. Wytrzymałość  $\sigma_c$  można policzyć przekształcając wyrażenie (9) do postaci:

$$\sigma_c = K_{Ic} / (\psi c^{1/2}) \quad (14)$$

Z kolei w przypadku występowania naprężeń szczątkowych [17-19]:

$$\sigma_c = K_{Ic} / (\psi c^{1/2}) - \chi P / (\psi c^2) \quad (15)$$

Można oczekiwać, że najmniejsze wady wprowadzone w czasie procesu technologicznego występują na powierzchni wypolerowanej, zaś nieco większe na powierzchni szlifowanej. Z kolei na powierzchniach z odciskiem Vickersa ( $P = 98,1 N$ ) znajdują się sztucznie wprowadzone wady (pęknięcia), których długości mierzono za pomocą mikroskopu (dla próbek wygrzewanych średnia długość pęknięcia wynosiła  $330 \pm 20$  μm). Odpowiednio do tego dla powierzchni wypolerowanej  $\sigma_c$  równa się 169 MPa, dla szlifowanej 131 MPa, dla polerowanej z wadą Vickersa, gdzie naprężenie usunięto przez wygrzewanie 108 MPa, a dla polerowanej z wadą Vickersa z naprężeniami szczątkowymi 73,2 MPa. Wielkość wady krytycznej na powierzchni szlifowanej i wypolerowanej można oszacować na podstawie wzoru (9). Problemem jest jednak nieznaną z góry wartość współczynnika  $\psi$ , która zależy od wielkości wady (wzór (10), Rys. 3). Zależność  $\psi = f(c)$  wykreślona na Rys. 3 można aproksymować funkcją liniową (16):

$$\psi = a_1 + b_1 c \quad (16)$$

Wyznaczone metodą najmniejszych kwadratów współczynniki  $a_1$  i  $b_1$  wynoszą odpowiednio 1,18 i - 330 (gdy  $c$  w metrach). Po podstawieniu wyrażenia (16) do (9) otrzymujemy (17):

$$b_1\sigma_c c^{3/2} + a_1\sigma_c c^{1/2} - K_{Ic} = 0 \quad (17)$$

które po podstawieniu  $x = c^{1/2}$  przekształca się w równanie trzeciego stopnia. Równanie (17) rozwiązujemy po podstawieniu eksperymentalnie wyznaczonych wartości  $\sigma_c$  oraz  $K_{Ic} = 2,1 \text{ MPam}^{1/2}$  (Tab. 3 wzór (8 - 9) (przy założeniu, że wady technologiczne na powierzchni próbki dają się opisać funkcją (10)). Równanie to posiada trzy pierwiastki rzeczywiste  $c_k$ , ale tylko jeden z nich spełnia zależność (9), i tak odpowiednio dla próbki wypolerowanej  $c_k \approx 120 \mu\text{m}$ , a dla szlifowanej  $c_k \approx 210 \mu\text{m}$ . Dla porównania w [6] oceniono wielkość wad krytycznych na podstawie mikroskopowych zdjęć przełamów próbek spinelowych, na 200 - 230  $\mu\text{m}$ . Wyniki obliczeń potwierdzają wcześniejsze przypuszczenia, że najmniejsze wady występują na powierzchni polerowanej.

Z kolei wyniki pomiarów  $K_{Ic}$  w Tab. 3 uzyskane

Źródło	$d(\mu\text{m})$	$E(\text{GPa})$	$H(\text{GPa})$	$\sigma_c(\text{MPa})$
własne	$5,7 \pm 2,8$	$230 \pm 10$	$14,3 \pm 0,4$	$169 \pm 18$
[7]	$\sim 5$	$242 \pm 13$	$\sim 15,7$	$169 \pm 3$
[6]	$\sim 5$	$260 \pm 5$	16	$155 \pm 25$
[5]	2,1	-	15,2	364
[9]	$1,5 \pm 0,8$	$\sim 205$	-	$194 \pm 20$

**Tab. 4.** Porównanie wartości modułu Younga  $E$ , twardości Vickersa  $H$  oraz wytrzymałości na zginanie  $\sigma_c$  otrzymanych przez różnych autorów.

**Tab. 4.** Comparison of Young's modulus  $E$ , Vickers hardness  $H$  and bending strength  $\sigma_c$  values obtained by various authors.

Źródło/Metoda → ↓	belka z karbem (13)	Anstis (4)	Lankford (5)	Niihara (6)	(8)
własne	$1,9 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,1$	$1,7 \pm 0,2$	$1,7 \pm 0,2$	$2,1 \pm 0,03$
[7]	$1,8 \pm 0,2$	$1,3 \pm 0,05$	$2,0 \pm 0,1$	$1,9 \pm 0,1$	$1,9 \pm 0,2$
[6]	-	-	-	$1,8 \pm 0,1$	1,6
[5]	-	1,4	-	-	-
[9]	$3,0 \pm 0,1$	-	-	-	-

**Tab. 5.** Porównanie wartości  $K_{Ic}$  w  $\text{MPam}^{1/2}$  otrzymanych przez różnych autorów. W nawiasach () umieszczono numery wzorów z których liczone  $K_{Ic}$ . Wielkości ziaren cytowanych ceramiki podano w Tab. 4.

**Tab. 5.** Comparison of  $K_{Ic}$  values in  $\text{MPam}^{1/2}$  obtained by various authors. Numbers of formulas used for  $K_{Ic}$  calculations are placed in () brackets. Grain sizes of the cited ceramics are given in Tab. 4.

różnymi metodami i wyliczone różnymi wzorami wykazują dobrą zgodność poza wynikiem dla wzoru Anstisa (4) (układają się w zakresie wartości 1,7 - 2,2  $\text{MPam}^{1/2}$ ). Jeśli uznać wynik 1,9  $\text{MPam}^{1/2}$  dla belek z karbem jako wzorcowy to plasuje się on pośrodku tego zakresu i jest najbliższy wynikiom 1,8 i 1,9  $\text{MPam}^{1/2}$  uzyskanym z wzoru Blendella (7).

W Tab. 4 porównano wartości  $E$ ,  $H$  oraz  $\sigma_c$ , a w Tab. 5 wartości  $K_{Ic}$  otrzymane w temperaturze pokojowej przez różnych autorów dla próbek ze spinelu. Wybrano dane dla ceramiki o zbliżonych wielkościach ziaren oraz otrzymane tymi samymi metodami.

Na podstawie danych zaprezentowanych w Tab. 4 - 5 można stwierdzić, że w przypadku ceramiki o zbliżonych wielkościach ziaren wartości mierzone tymi samymi metodami parametrów mechanicznych są praktycznie takie same (uwzględniając rozrzut statystyczny wyników).

Na zdjęciu przełamu (Rys. 5b) widać, że pęknięcie idzie głównie poprzez ziarna. Podobnie wygląda zdjęcie przełamu próbki spinelowej zamieszczone w [7].

## 5. PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono wyniki pomiarów wybranych właściwości mechanicznych ceramiki spinelowej ( $MgAl_2O_4$ ) w temperaturze pokojowej. Szczególną uwagę poświęcono odporności na pękanie  $K_{Ic}$ , którą zmierzono pięcioma metodami: czterema opartymi na kontrolowanych pęknięciach wprowadzanych wgłębnikiem Vickersa i jedną z użyciem belek z karbem. Wartości  $K_{Ic}$  z wyjątkiem jednej (dla wzoru (4) z [13]) zawierają się w zakresie od 1,7 do 2,2  $\text{MPam}^{1/2}$ . Wartość środkowa tego zakresu (ok. 1,9  $\text{MPam}^{1/2}$ ) odpowiada wartości otrzymanej dla belki z karbem oraz takiej samej obliczonej ze wzoru Blendella (7) z [16], (gdzie  $K_{Ic}$  jest wyznaczane na podstawie pomiarów długości pęknięć powstałych wokół odcisku Vickersa). Praktycznie oznacza to, że wartość oporności na pękanie  $K_{Ic}$  dla ceramiki spinelowej można wyznaczać używając jednej płytki z wypolerowaną powierzchnią, na której wykonuje się np. od 5 do 10



odcisków Vickersa.

Śledząc publikacje w literaturze światowej [5 - 9] nie trudno zauważyć, że odporność na pękanie, tak istotna dla kruchych materiałów ceramicznych, jest wyznaczana w różny sposób. W niniejszej pracy pokazano, że zastosowane metody i wzory dają wyniki porównywalne oraz że są one zbliżone do wyników uzyskanych przez innych badaczy dla ceramiki o podobnych wielkościach ziaren.

## Podziękowanie

Autorzy pracy serdecznie dziękują pracownikom Zakładu Ceramiki Z-4 ITME za przygotowanie próbek do badań.

## LITERATURA

- [1] Wei G.C.: Transparent ceramic lamp envelope, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2005, 38, 3057-3065
- [2] Krell A., Hutzler T., Klimke J.: Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2009, 29, 207-221
- [3] Krell A., Blank P., Ma H., Hutzler T.: Transparent sintered corundum with high hardness and strength, *J. Am. Ceram. Soc.*, 2003, 86, 1, 12-18
- [4] Krell A., Klimke J., Hutzler T.: Advanced spinel and sub- $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  for transparent armour applications, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2009, 29, 275-281
- [5] Mroz T., Goldman L.M., Gledhill A.D., Li D., Padture N.P.: Nanostructured, infrared-transparent magnesium-aluminate spinel with superior mechanical properties, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2012, 9, 1, 83-90
- [6] Tokariev O., Steinbrech R.W., Schnetter L., Malzbender J.: Micro- and macro-mechanical testing of transparent  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel. *J. Mater. Sci.*, 2012, 47, 4821-4826
- [7] Tokariev O., Schnetter L., Beck T., Malzbender J.: Grain size effect on the mechanical properties of transparent spinel ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2013, 33, 749-757
- [8] Ghosh A., White K.W., Jenkins M.G., Kobayashi A.S., Bradt R.C.: Fracture resistance of a transparent magnesium aluminate spinel. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1991, 74, 7, 1624-1630
- [9] Baudin C., Martinez R., Pena P.: High-temperature mechanical behavior of stoichiometric magnesium spinel, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1995, 78, 7, 1857-1862
- [10] Fett T., Munz D.: Subcritical crack growth of macrocracks in alumina with R-curve behavior, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1992, 75, 4, 958-963
- [11] Harris D.C.: Durable 3 – 5  $\mu\text{m}$  transmitting infrared window materials, *Infrared Physics & Technology*, 1998, 39, 185-201
- [12] Matsumoto R. L. K.: Evaluation of fracture toughness determination methods as applied to ceria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1987, 70, 12, C-366 – C-368
- [13] Anstis G. R., Chantikul P., Lawn B. R., Marshall D. B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I. Direct crack measurements, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, 64, 9, 533- 538
- [14] Lankford J.: Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implication for fracture toughness evaluation by the indentation method, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1982 1, 493-495
- [15] Niihara K., Morena R., Hasselman D. P. H.: Evaluation of  $K_{Ic}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1982 1, 13-16
- [16] Blendell J. E.: The origin of internal stresses in polycrystalline alumina and their effects on mechanical properties. Ph.D. Thesis. Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, 1979
- [17] Chantikul P., Anstis G.R., Lawn B.R., Marshall D.B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: 2. Strength method, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, 64, 9, 539-543
- [18] Smith S.M. Scattergood R.O.: Crack shape effects for indentation fracture toughness measurements, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1992, 75, 305-315
- [19] Krause R.F.: Flat and rising R-curves for elliptical surface cracks from indentation and superposed flexure, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1994, 77, 172-178
- [20] Sglavo V. M., Melandri C., Guicciardi S., De Portu G., Dal Maschio R.: Determination of fracture toughness in fine-grained alumina with glassy phase by controlled indentation-induced cracks at room and high temperature, *Fourth Euro-Ceramic*, 1995, 3, 99-106
- [21] Boniecki M.: Badanie właściwości ceramiki metodą kontrolowanego rozwoju pęknięć Vickersa. *Materiały Elektroniczne*, 1996, 24, 1, 28-34