



Radosław Lach, Krzysztof Haberko*, Barbara Trybalska

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, Katedra Ceramiki Specjalnej, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

* Corresponding author. E-mail: haberko@agh.edu.pl;

Otrzymano (Received) 15.03.2010

MATERIAŁ KOMPOZYTOWY W UKŁADZIE Al_2O_3 -YAG (20% OBJ.)

Do intensywnie mieszanej zawiesiny tlenku glinu wprowadzono azotan itru. Alkaliczacja układu węglanem amonu doprowadziła do wytrącenia prekursora Y_2O_3 wśród ziaren Al_2O_3 . Następnie zawiesinę tę wysuszono i wyprażono w temperaturze $600^\circ C$, uzyskując tym sposobem jednorodną mieszaninę ziaren Al_2O_3 i Y_2O_3 . Cząstki tlenku itru były znacznie mniejsze od ziaren Al_2O_3 . Opisaną mieszaninę poddano dodatkowej homogenizacji poprzez krótkie mielenie w młynie miazdowym w środowisku wody o wartości pH dobranej na podstawie pomiarów potencjału dzeta (ζ). Stwierdzono, że mieszanina przygotowana w kwaśnym środowisku (uzyskanym poprzez wprowadzanie do układu HNO_3) charakteryzuje się po wysuszeniu obecnością twardych, wytrzymałych mechanicznie aglomeratów. Proszek taki nie pozwala uzyskać gęstych spieków. Z tego punktu widzenia proszki homogenizowane w środowisku alkalicznym wykazują wyraźnie lepsze właściwości, również pod względem zagęszczenia przygotowanych z nich spieków. W mikrostrukturze tych spieków obok $\alpha-Al_2O_3$ występuje glinian itru (YAG), powstający wskutek reakcji Y_2O_3 z Al_2O_3 . Homogenizacja proszków w środowisku o pH = 8, co odpowiada warunkom heterokoagulacji, prowadzi do spieków o bardziej równomiernie rozłożonych wtrąceniach cząstek YAG w osnowie Al_2O_3 , niż ma to miejsce w przypadku homogenizacji proszku wyjściowego w warunkach pH = 10. Wtrącenia cząstek YAG w osnowie Al_2O_3 podnoszą twardość i odporność na pękanie materiału w porównaniu do spieków czystego tlenku glinu.

Słowa kluczowe: tlenek glinu, YAG, kompozyty ziarniste, preparatyka proszków

COMPOSITE MATERIAL IN THE Al_2O_3 -20 VOL. % YAG SYSTEM

YAG ($Y_3Al_5O_{12}$) is one of three phases existing in the Al_2O_3 - Y_2O_3 system. This compound contains the highest alumina content. So, it seems justified to assume that heat treatment of the alumina - yttria mixture, with alumina being dominating constituent should result in YAG inclusions within alumina matrix. Proportion of yttria in the present study corresponded to 20 vol. % YAG after this reaction.

Yttrium nitrate, prepared by dissolving yttria in nitric acid was introduced into $\alpha-Al_2O_3$ suspension of 50 vol. % concentration. The vigorously stirred suspension was treated with $(NH_4)_2CO_3$ until pH of the suspension reached value of 8.5. Under such conditions quantitative precipitation of yttria precursor occurs. Drying of the suspension and its calcination at $600^\circ C$ resulted in the homogenous mixture of alumina and yttria particles. Size of the latter were several times smaller than the former ones. In order to remove agglomerates this mixture was subjected to short attrition milling in aqueous suspension of pH selected on the basis of zeta (ζ) potential measurements. It was found that acidic conditions, pH = 3, (realized with HNO_3) resulted after drying in hard agglomerates. At elevated temperatures this powder showed emission of NO and NO_2 coming most probably from the decomposition of azeotropic nitric acid solution filling the inter-particle space and playing the role of "glue" responsible for the high strength of agglomerates. That is why compacts of the powder homogenized under acidic conditions show poor sintering ability. Much better properties showed powders homogenized under basic condition, i.e. at pH = 8 and 10. At sintering temperatures of 1500 and $1600^\circ C$ they give dense materials composed of YAG inclusions within alumina matrix. YAG particles resulted from the reaction of Y_2O_3 with Al_2O_3 during heat treatment. Microstructure of the material derived from the powder homogenized at pH = 8 is more uniform and shows smaller alumina and YAG grains than that prepared at pH = 10. As is indicated by the zeta (ζ) potential measurements, pH = 8 of the alumina/yttria suspension corresponds to the hetero-flocculation effect. Microscopic observations reveal that YAG inclusions limit grain-growth of alumina matrix compared to the pure alumina polycrystal. This effect is more visible in the material derived from the powder homogenized at pH = 8 than that at pH = 10. In both cases the materials are characterized by higher fracture toughness and hardness than that observed in pure alumina polycrystal sintered at the same temperature. It is worth to notice that K_{Ic} values approach those characteristic for yttria stabilized tetragonal zirconia (3Y-TZP), a material which is known from its high toughness.

Keywords: alumina, YAG, ceramic matrix composites (CMC), powder preparation

WSTĘP

Niewątpliwą zaletą ceramicznych materiałów tlenkowych, także w warunkach ich stosowania w podwyższonych temperaturach, jest ich odporność na utlenienie. Tlenkowe materiały jednofazowe wykazują nato-

miast pewną skłonność do pękania wysokotemperaturowego. Zjawisko to występuje w ograniczonym zakresie w przypadku materiałów kompozytowych składających się z osnowy i wtrąceń tlenkowych [1, 2].

Tlenek glinu jest jednym z najszerszej stosowanych materiałów ceramicznych o dobrych mechanicznych właściwościach. Właściwości te mogą być poprawione poprzez wprowadzenie do osnowy z tego materiału wtrąceń. Z tego punktu widzenia YAG (Y₃Al₅O₁₂) jako faza wtrąceniowa jest dobrym kandydatem. Wykazuje on współczynnik rozszerzalności cieplnej zbliżony do Al₂O₃, a ponadto jest fazą o najwyższej zawartości glinu wśród związków występujących w tym układzie. Są to YAIO₃ i Y₄Al₂O₉, a więc YAG w kontakcie z ziarnami tlenku glinu jest fazą trwałą termodynamicznie.

W kilku artykułach opisano kompozyty w omawianym układzie preparowane drogą kierunkowej krystalizacji stopu eutektycznego [3-7]. Jest to technika trudna technicznie i kosztowna ze względu na wysokie temperatury procesu. Jedynie w niezbyt licznych artykułach opisano preparatykę tych kompozytów drogą spiekania proszków [8-12].

Celem tej pracy są badania nad otrzymywaniem kompozytów Al₂O₃/YAG poprzez spiekanie mieszaniny proszków submikrometrycznego αAl₂O₃ i monometrycznego Y₂O₃. Założono, że reakcja pomiędzy tlenkami itru i glinu powinna dać w rezultacie wtrącenia YAG w osnowie Al₂O₃.

CZEŚĆ DOŚWIADCZALNA

Zastosowano tlenek glinu TM-DAR TAIMAY Chemicals (Japonia) i tlenek itru o czystości 99,99% (Aldrich). Tlenek itru rozpuszczono w kwasie azotowym (Polskie Odczynniki Chemiczne) o czystości analitycznej. Powstający tą drogą roztwór Y(NO₃)₃ wprowadzono do zawiesiny proszku Al₂O₃. Stężenie tej zawiesiny wynosiło 50% obj. Do zawiesiny tej wprowadzono roztwór węglanu amonu, (NH₄)₂CO₃, aż do uzyskania w zawieszynie odczynu pH = 8,5. W tych warunkach dochodzi do ilościowego wytrącenia prekursora tlenku itru. Następnie zawiesinę po zdekantowaniu klarownej cieczy z nad osadu wysuszono i poddano prażeniu w temperaturze 600°C przez 1 h. Szybkość wzrostu temperatury wynosiła 5°C/min. W wyniku prażenia prekursor tlenku itru zamienia się w Y₂O₃. Zawartość tego tlenku w mieszaninie odpowiadała zawartości wtrąceń YAG w spieku wynoszącej 20% obj. Proszek po prażeniu poddano mieleniu w młynie mieszadłowym przez 30 min. Zastosowano mielniki z tlenku cyrkonu (TOSOH) o średnicy 2 mm. Stosunek masy rozdrabnianego (homogenizowanego) materiału do masy mielników wynosił 1:20. Homogenizację prowadzono w środowisku wody o pH = 3, 8 i 10. Środowisko kwaśne uzyskano, dodając do zawiesiny odpowiedniej ilości HNO₃, zaś alkaliczne przez wprowadzenie (NH₄)₂CO₃ (pH = 8) lub NH₃·H₂O. Proszki po homogenizacji suszono w temperaturze 100°C przez 12 h i na sicie oddzielono od mielników. Z otrzymanych w ten sposób proszków wyprasowano próbki o średnicy 23 mm i grubości ok. 4 mm. Wstępne, jednoosiowe prasowanie wykonano w formie ceramicznej pod ciś-

nieniem 50 MPa, a następnie próbki doprasowano izostatycznie pod ciśnieniem 300 MPa. Do proszków nie wprowadzono żadnych środków poślizgowych. Materiały zostały spieczone w atmosferze powietrza w temperaturach 1400, 1500 i 1600°C. Szybkość wzrostu temperatury wynosiła 5°C/min, a czas przetrzymania w końcowej temperaturze spiekania - 2 h.

Wyjściowy proszek tlenku glinu oraz mieszaninę tlenku glinu i Y₂O₃ scharakteryzowano poprzez pomiar powierzchni właściwej metodą adsorpcji azotu (Quantachrome, Nova 1200). Warunki homogenizacji proszków wybrano na podstawie pomiaru potencjałów dzeta (ζ) (Malvern Zetaseizer Nano-Z) osobno Al₂O₃ i Y₂O₃. Gazy uwalniane podczas prażenia próbki homogenizowanej w warunkach pH = 3 analizowano, stosując spektrometr masowy (Mass Spectrometer QMD 300 ThermoStar, Balzers). Rozkład wielkości porów w próbkach surowych mierzono, posługując się porozymetrem rtęciowym (Quantachrome, PoreMaster). Gęstość pozorną próbek spieczonych określono poprzez ich hydrostatyczne ważenie. Nakłuwając wypolerowane powierzchnie próbek piramidką Vickersa (Future Tech Japan), określano ich twardość oraz krytyczną wartość współczynnika naprężeń (K_{1c}). W pierwszym przypadku obciążenie piramidki wynosiło 3 kG, w drugim 10 kG. Wartość K_{1c} obliczano, stosując formułę Niihary [13] dla przypadku pęknięć Palmkvista. Skład fazowy materiałów określono metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich (CuK_α, aparat X'pert Pro, Panalytical).

WYNIKI I DISKUSJA

W skład proszków prażonych w temperaturze 600°C wchodzi αAl₂O₃ i Y₂O₃. Jak wspomniano, udział tego ostatniego dobrano w taki sposób, aby udział objętościowy YAG po przereagowaniu składników w odpowiednio wysokiej temperaturze wynosił 20% obj.

W tabeli 1 zestawiono powierzchnie właściwe proszków Al₂O₃, mieszaniny Al₂O₃/Y₂O₃ oraz samego Y₂O₃.

TABELA 1. Powierzchnia właściwa (S_w), średni rozmiar cząstek (D_{BET}) dla proszku po prażeniu w 600°C przez 1 godzinę

TABLE 1. Specific surface area (S_w), average particle size (D_{BET}) of the powder calcined at 600°C for 1 h

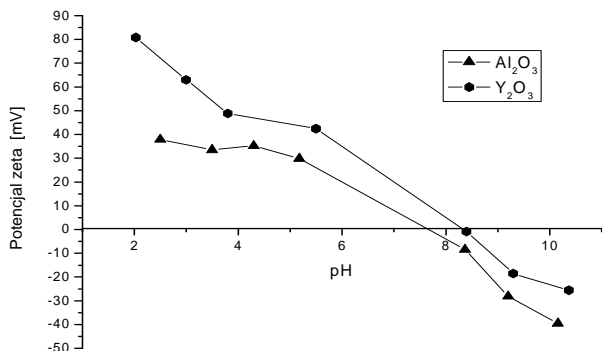
Proszek	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃ +20% obj. Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
S _w , m ² /g	12,4	17,5	52,3*
D _{BET} , nm	121,3	-	22,9

$D_{BET} = 6/S_w \cdot d$, d - gęstość, $d_{Al_2O_3} = 3,99 \text{ g/cm}^3$, $d_{Y_2O_3} = 5,01 \text{ g/cm}^3$, *) obliczone na podstawie znajomości powierzchni właściwej tlenku glinu i mieszaniny tlenku glinu/tlenku itru oraz udziału objętościowego fazy tlenku itru w mieszaninie z tlenkiem glinu. Udział objętościowy tlenku itru odpowiada 20% obj. YAG po reakcji Al₂O₃ i Y₂O₃

$D_{BET} = 6/S_w \cdot d$, d - density, $d_{Al_2O_3} = 3,99 \text{ g/cm}^3$, $d_{Y_2O_3} = 5,01 \text{ g/cm}^3$, *) calculated on the basis of the known alumina and alumina/yttria specific surface areas and applied volume fraction of yttria in the mixture with alumina. Yttria volume fraction corresponded to 20 vol. % of YAG after total reaction of Al₂O₃ and Y₂O₃

Wartość powierzchni właściwej Y_2O_3 oszacowano na podstawie pomiarów dwóch pierwszych oraz znajomości składu mieszaniny. Założono przy tym, że z uwagi na niską temperaturę prażenia mieszaniny tlenków powierzchnia kontaktów międzyfazowych i międzyziarnowych jest pomijalna. Jak łatwo zauważyć, oba proszki różnią się znacznie wielkością swoich cząstek. W przypadku tlenku glinu mamy do czynienia z proszkiem submikrometrycznym. Proszek tlenku itru można zakwalifikować do monometrycznego układu dyspersyjnego.

Rysunek 1 przedstawia zależność potencjału dzeta (ζ) tlenków glinu i itru od pH zawiesiny. Z zależności tych wynika, że cząstki tlenku glinu i itru powinny się odpychać, ponieważ obciążone są jednoimiennymi ładunkami. Podobna sytuacja występuje w środowisku o odczynie pH = 10, aczkolwiek oddziaływania w tym przypadku będą znacznie słabsze, gdyż wielkości potencjału dzeta (ζ) są tu mniejsze. W warunkach pH = 8 oba rodzaje cząstek będą się przyciągać. Wynika to z faktu, iż obdarzone są ładunkami przeciwnego znaku. Sytuacja taka, nosząca nazwę heterokoagulacji, sprzyja dobrej homogenizacji układów polifagowych [14]. Makroskopowo proszki homogenizowane w warunkach pH = 3 po wysuszeniu w temperaturze 100°C mają postać zwięzłą, z trudem poddają się rozdrabnianiu w moździerzu. Podobne zjawisko obserwowano [15] w przypadku proszków w układzie Al_2O_3 - ZrO_2 . W odróżnieniu od tego proszki homogenizowane w warunkach pH = 8 i 10 charakteryzują się małą zwięzłością, łatwo poddają się rozcieraniu w moździerzu.



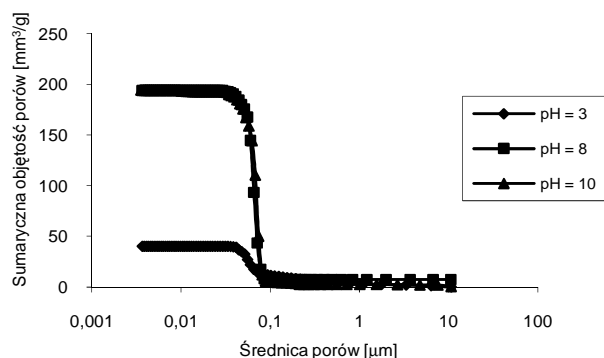
Rys. 1. Potencjał zeta w funkcji pH dla proszków tlenku glinu i tlenku itru

Fig. 1. Zeta potential vs. pH of the alumina and yttria powders

Na rysunku 2 przedstawiono rozkłady wielkości porów w wypraskach z proszków homogenizowanych w środowisku wody o zróżnicowanej wartości pH.

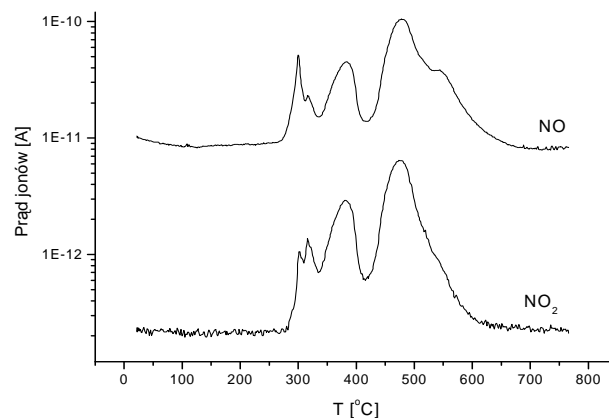
Wykresy w przypadku wyprasek proszków homogenizowanych przy pH = 8 i 10 praktycznie się nie różnią. Istotnie różny jest przypadek proszku homogenizowanego przy pH = 3: objętość porów jest tu wyraźnie mniejsza, a ich rozmiar przesunięty jest w obszar porów o mniejszych rozmiarach. Pewnym wyjaśnie-

niem przyczyny tego zjawiska jest analiza gazów uwalnianych podczas ogrzewania próbki (rys. 3).



Rys. 2. Rozkład wielkości porów w wypraskach. Proszki homogenizowane w środowisku o różnym pH

Fig. 2. Cumulative curves of pore size distribution in the powder compacts. Powders homogenized under indicated pH of the suspensions



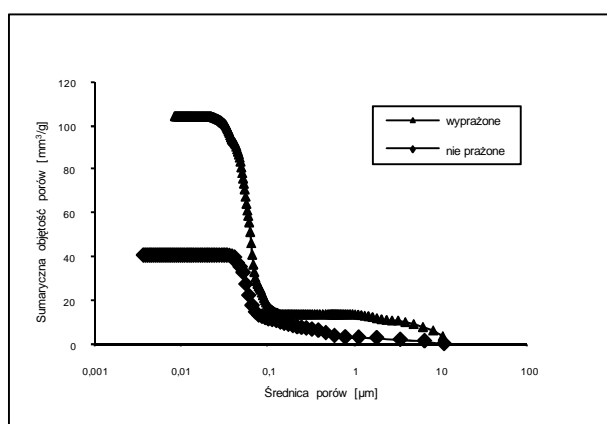
Rys. 3. Analiza gazów dla próbki przygotowanej z proszku homogenizowanego w środowisku o pH = 3. Atmosfera: powietrze, szybkość wygrzewania 10°C/min. Spektrometr masowy QMD 300 Thermostar, Balzers

Fig. 3. Nitrogen oxides emitted from the compact prepared from powder homogenized in the suspension of pH = 3. Air atmosphere, 10°C/min. rate of temperature increase. Mass Spectrometer QMD 300 Thermostar, Balzers

Uwidocznione przez ten pomiar tlenki azotu (NO i NO_2) mogą pochodzić z rozkładu azeotropowego roztworu kwasu azotowego, tworzącego się podczas suszenia zawiesiny proszków w temperaturze 100°C. Nie można wykluczyć, że z uwagi na mały rozmiar cząstek i wynikający z tego mały rozmiar porów nie dochodzi do całkowitego odparowania wspomnianego roztworu azeotropowego. Stężenie tego roztworu odpowiada zawartości HNO_3 69,2% mas. [16] (temperatura wrzenia pod normalnym ciśnieniem 122°C). Nie można również wykluczyć, że roztwór o tak wysokim stężeniu reaguje zarówno z Al_2O_3 , jak i Y_2O_3 . Rozkład w podwyższonej temperaturze produktów tej reakcji (tj. odpowiednie azotany) może być odpowiedzialny za przedstawioną na rysunku 3 emisję tlenków azotu. Obecności postulowanych azotanów nie udało się po-

twierdzić metodą dyfrakcji rentgenowskiej, być może z uwagi na ich niewielką zawartość.

Rysunek 2 wskazuje na ograniczoną objętość porów w próbkach z proszku homogenizowanego przy pH = 3. Sugeruje to, iż przestrzenie pomiędzy cząstkami proszku są wypełnione wspomnianym azeotropem i/lub produktami reakcji tlenków ze stężonym kwasem azotowym. Wniosek ten potwierdza znaczny przyrost powierzchni właściwej układu w wyniku poddania go prażeniu w temperaturze 400°C. Powierzchnia ta wzrasta z początkowej wartości 3,88 do 12,67 m²/g. Wskazuje to, że w wyniku tej obróbki cieplnej usunięta zostaje materia wypełniająca pory. W konsekwencji obserwuje się wyraźny wzrost objętości porów w wyprase poddanej wygrzewaniu w temperaturze 400°C w porównaniu do próbki wyjściowej (rys. 4).



Rys. 4. Rozkład wielkości porów w wypraskach przygotowanych z proszku homogenizowanego w środowisku o pH = 3, wyprażonych w temperaturze 400°C i nieprażonych

Fig. 4. Cumulative curves of pore size distribution in the compacts derived from powder homogenized under acidic condition (pH = 3) calcined at 400°C and uncalcined

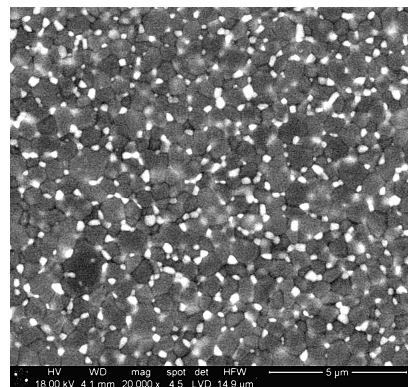
Ponadto w pierwszym z omawianych przypadków pojawia się dwumodalny rozkład wielkości porów, co jest typowe dla wyprasek z proszków składających się z wytrzymałych mechanicznie aglomeratów. Jak wiadomo, proszki takie nie pozwalają uzyskać spieków o wysokim zagęszczeniu, co faktycznie ma miejsce i w tym przypadku, jak na to wskazują dane zawarte w tabeli 2.

TABELA 2. Gęstość względna [% gęstości teoretycznej] próbek tlenku glinu i kompozytu Al₂O₃/YAG spiekanych w temperaturach 1500 i 1600°C

TABLE 2. Relative density [% theo.] of alumina and alumina/YAG composite sintered at indicated temperatures

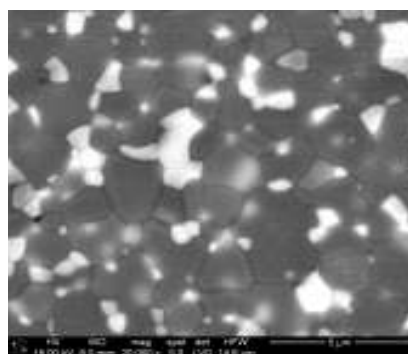
Materiał / pH homogenizacji	1500°C	1600°C
Al ₂ O ₃	99,38 ±0,04	99,05 ±0,11
Al ₂ O ₃ -YAG / pH = 3	93,13 ±0,07	94,02 ±0,05
Al ₂ O ₃ -YAG / pH = 8	100,00 ±0,08	100,00 ±0,08
Al ₂ O ₃ -YAG / pH = 10	99,58 ±0,06	100,00 ±0,10

Mikrofotografie (rys. rys. 5-7) wskazują na niewielkie, lecz zauważalne różnice w równomierności rozproszenia wtrąceń cząstek YAG w spiekach wywodzących się z proszków homogenizowanych w środowiskach o pH = 8 i 10. Lepsza homogenizacja wtrąceń obserwowana w przypadku pH = 8, w których to warunkach występuje zjawisko heterokoagulacji, jest prawdopodobnie odpowiedzialna za mniejszy rozmiar ziaren Al₂O₃ w tym spieku. Wspomniane różnice są jednak zbyt małe, aby mogły wpłynąć na twardość lub odporność na pękanie obu spieków (tab. 3).



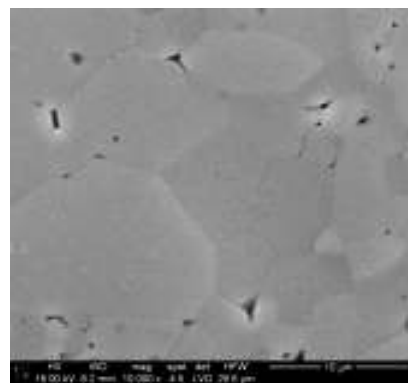
Rys. 5. Mikrofotografia SEM materiału uzyskanego z proszku homogenizowanego w środowisku o pH = 8, spiekane w 1600°C

Fig. 5. SEM micrographs of the material derived from the powder homogenized in suspension of pH = 8 sintered at 1600°C



Rys. 6. Mikrofotografia SEM materiału uzyskanego z proszku homogenizowanego w środowisku o pH = 10, spiekane w 1600°C

Fig. 6. SEM micrographs of the material derived from the powder homogenized in suspension of pH = 10 sintered at 1600°C



Rys. 7. Mikrofotografia SEM materiału uzyskanego z proszku Al₂O₃, spiekane w 1600°C

Fig. 7. SEM micrograph of pure alumina sintered at 1600°C

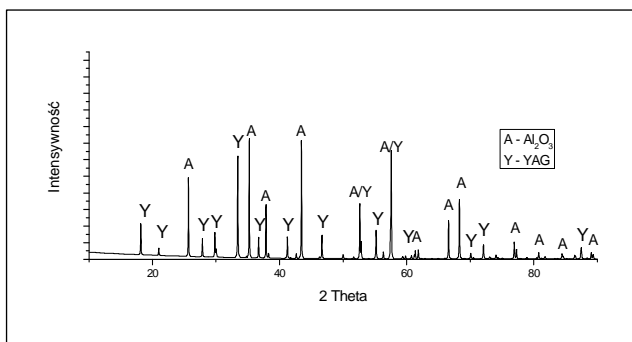
TABELA 3. Właściwości mechaniczne spieków Al_2O_3 i kompozytu $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$

TABLE 3. Properties of the sintered alumina-YAG composite

Materiał / pH homogenizacji	1500°C		1600°C	
	HV, GPa	K_{Ic} , MPa·m ^{1/2}	HV, GPa	K_{Ic} , MPa·m ^{1/2}
Al_2O_3	16,96±1,02	4,50±0,27	16,33±0,90	4,37±0,32
Al_2O_3 -YAG / pH = 8	20,43±1,72	5,97±0,28	20,83±1,51	6,19±0,44
Al_2O_3 -YAG / pH = 10	19,29±0,91	5,88±0,27	21,10±0,61	6,24±0,38

Rysunek 7 przedstawia mikrostrukturę spieku czystego tlenku glinu. Spiek ten otrzymano w warunkach takich samych jak omówione kompozyty. Porównując mikrofotografie na rysunkach 5 i 7 zauważamy, iż obecność wtrąceń wpływa hamująco na rozrost ziaren Al_2O_3 . W konsekwencji odcisk piramidką Vickersa podczas pomiaru twardości jest usytuowany w obrębie 1-2 spieku czystego ziaren Al_2O_3 , podczas gdy odcisk taki w kompozycie kontaktuje się z 10-20 ziarnami Al_2O_3 i YAG. Jest to prawdopodobna przyczyna wyraźnie wyższej twardości kompozytów w porównaniu do spieków Al_2O_3 bez żadnych wtrąceń.

Warunki spiekania wpływają na skład fazowy wtrąceń. W przypadku materiału spieczonego w temperaturze 1400°C analiza rentgenowska metodą Rietvelde wykazała obecność Y_2O_3 (0,7% mas.), YAG- $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (15,6% mas.), YAM- $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ (0,2% mas.) i YAP- YAlO_3 (0,6% mas.). Natomiast próbki spiekane w temperaturach 1500 i 1600°C wykazują wyłącznie obecność YAG obok, rzecz jasna, α - Al_2O_3 (rys. 8).



Rys. 8. Dyfraktogram dla próbki homogenizowanej w środowisku alkalicznym, spiekanej w temperaturze 1500°C

Fig. 8. X-ray diffraction pattern of the sample derived from the powder homogenized in the alkaline suspensions sintered at 1500°C

WNIOSKI

W temperaturze 600°C wytrącony za pomocą $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ prekursor tlenku itru przemienia się w Y_2O_3 . Jego reakcja z Al_2O_3 podczas spiekania prowadzi do utworzenia się wtrąceń YAG w osnowie tlenku glinu. Warunkiem pełnej reakcji jest temperatura spiekania 1500°C lub wyższa. W materiale spiekany w temperaturze 1400°C obok wtrąceń YAG obserwuje się obecność Y_2O_3 , YAM i YAP.

Odczyn środowiska homogenizacji mieszaniny proszków Al_2O_3 i Y_2O_3 wybrano na podstawie zależności potencjału dzeta (ζ) od pH każdego z tych proszków. W warunkach środowiska o odczynie kwaśnym (pH = 3) otrzymuje się proszek składający się z wytrzymałych mechanicznie aglomeratów. Ogranicza to wydajnie gęstość spieków uzyskiwanych z tego proszku. Zagęszczenie proszków homogenizacja, których zachodziła przy pH = 8 i 10, jest znacznie wyższa. Jednak w pierwszym przypadku równomierność rozproszenia cząstek wtrąceń jest lepsza, a wielkość ziaren Al_2O_3 jest mniejsza niż w przypadku drugiego. Różnice te nie wpływają jednak w stopniu znaczącym na właściwości spieków. Twardość tych spieków jest wyraźnie wyższa niż polikryształu czystego Al_2O_3 spiekanego w tych samych warunkach.

Podziękowania

Badania zostały wykonane w ramach projektu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego nr N N 507457737.

LITERATURA

- [1] Raj R., Fundamental research in structural ceramics for service near 2000°C, J. Am. Ceram. Soc. 1993, 76, 2147.
- [2] Hillig W.B., A methodology for estimating the mechanical properties of oxides at high temperatures, J. Am. Ceram. Soc. 1993, 76, 129.
- [3] Matson L.E., Hecht N., Microstructural stability and mechanical properties of directionally solidified alumina/YAG eutectic monofilaments, J. Eur. Ceram. Soc. 1999, 19, 2487-2501.
- [4] Yoshida H., Nakamura A., Sakuma T., Nakagawa N., Waku Y., Anisotropy in high-temperature deformation in unidirectionally solidified eutectic Al_2O_3 -YAG single crystals, Scripta Materialia 2001, 45, 957-963.
- [5] Isobe T., Omori M., Uchida S., Sato T., Hirai T., Consolidation of Al_2O_3 - $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG) eutectic powder prepared from induction - melted solid and strength at high temperature, J. Eur. Ceram. Soc. 2002, 22, 2621-2625.
- [6] Medraj M., Hammond R., Pervez M.A., Drew R.A.L., Thompson W.T., High temperature neutron diffraction study of the Al_2O_3 - Y_2O_3 system, J. Eur. Ceram. Soc. 2006, 26, 3515-3524.
- [7] Mah T., Parthasarathy T.A., Matson L.E., Processing and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG) eutectic composites, Ceram. Eng. Sci. Proc. 1990, 11, 1617.
- [8] Palmero P., Simone A., Esnout C., Fantozzi G., Montanaro L., Comparison among different sintering routes for preparing alumina-YAG nanocomposites, J. Eur. Ceram. Soc. 2006, 26, 941-947.
- [9] Li W.Q., Gao L., Processing, microstructure and mechanical properties of 25 vol. % YAG- Al_2O_3 nanocomposites, NanoStructured Materials 1999, 11, 8, 1073-1080.
- [10] Wang H., Gao L., Preparation and microstructure of polycrystalline Al_2O_3 -YAG composites, Ceramics International 2001, 27, 721-723.
- [11] Schehl M., Diaz L.A., Torrecillas R., Alumina nanocomposites from powder - alkoxide mixtures, Acta Materialia 2002, 50, 1125-1139.
- [12] Wang S., Akatsu T., Tanabe Y., Yasuda E., Phase compositions and microstructural characteristics of solidified Al_2O_3 -

- rich spinel solid solution/YAG composite, *J. Eur. Ceram. Soc.* 2000, 20, 39-43.
- [13] Niihara K., A fracture mechanics analysis of indentation indentation-induced Palmqvist crack in ceramics, *J. Mat. Sci. Letters* 1983, 2, 221-223.
- [14] Kozłowski K.J., Whiteway S.G., Processing contributions to microcrack formation in ZTA composites, *Ceram. Eng. Sci. Proc.* 1990, 11, 1405-1422.
- [15] Zych Ł., Lach R., Haberko K., Rutkowski P., Trybalska B., Piekarczyk J., The effect of nanometric zirconia particle additives on microstructure and mechanical properties of dense alumina, *Processing and Application of Ceramics* 2009, 3, 131-135.
- [16] Knacke O., Kubaschewski O., Hasselman K., (Eds.), *Thermomechanical properties of inorganic substances*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg 1991, vol. 1.