

Hubert Matysiak¹, Andrzej Olszyna²

Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej, ul. Wołoska 141, 02-505 Warszawa

Jan Strzeszewski³

Politechnika Warszawska, Wydział Fizyki, ul. Koszykowa 141, 00-662 Warszawa

WYBRANE WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNE KOMPOZYTÓW WARSTWOWYCH Al_2O_3/Mo

Badano kompozyty warstwowe typu $.../Al_2O_3/Al_2O_3+x\%obj.Mo/Al_2O_3/...$ wytworzone metodą „type casting” (odlewania folii ceramicznych). Udział objętościowy molibdenu w poszczególnych warstwach kompozytów wynosił (4, 9, 14, 21, 28)%. Przeprowadzono następujące badania: pomiar gęstości i porowatości (metodą Archimedesesa), wyznaczono moduł Younga (metodą ultradźwiękową), wytrzymałości na zginanie (trójpunktowe zginanie belek) i odporności na pękanie (trójpunktowe zginanie belek z karbem). Ponadto dokonano analizy stanu naprężeń resztkowych w warstwach kompozytu przy zastosowaniu spektroskopu Ramana. Jakościowa analiza rentgenowska ujawniła obecność w badanych kompozytach następujących faz: $\alpha-Al_2O_3$, Mo i Mo_2C . Uzyskane spieki badanych kompozytów warstwowych cechowały się stosunkowo dobrą gęstością względną (porowatość P_c nie przekraczała 10%). Wraz ze wzrostem udziału objętościowego molibdenu w kompozytach zwiększały się liniowo ich ciężary właściwe, malały natomiast ich moduły Younga E . Wytrzymałość na zginanie σ_b (819 MPa), współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} ($7,75 \text{ MPam}^{1/2}$) i energia pękania γ (102 J/m^2) osiągają wartość ekstremalną dla kompozytu mającego 14% obj. Mo w warstwie. Wytrzymałość σ_b i odporność na kruche pękanie tego kompozytu jest przeszło 2-krotnie, a energia pękania przeszło 6-krotnie wyższa w porównaniu z Al_2O_3 . Na podstawie dokonanych pomiarów naprężeń resztkowych przy zastosowaniu spektroskopu Ramana można stwierdzić, że w próbce z polikrystalicznego $\alpha-Al_2O_3$ zostały wygenerowane naprężenia ściskające o wartości $\sigma_H = -46 \text{ MPa}$. W kompozytach, w warstwie Al_2O_3 ziarna Al_2O_3 są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru). Ziarna Al_2O_3 w warstwach kompozytowych $Al_2O_3+x\% obj.Mo$ również są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru), jednak ich wartość jest wyższa w porównaniu do wartości naprężeń, pod wpływem których znajdują się ziarna w warstwie Al_2O_3 . Wartość naprężeń rośnie wraz ze wzrostem udziału Mo w kompozycie.

Słowa kluczowe: kompozyty warstwowe, odporność na kruche pękanie, naprężenia resztkowe

MECHANICAL PROPERTIES OF MULTILAYERED COMPOSITES Al_2O_3/Mo

The study was concerned with the multi-layered composites of the $.../Al_2O_3/Al_2O_3+xvol.\%Mo/Al_2O_3/...$ type produced by the type casting method. The volumetric contents of molybdenum in the individual layers of the composites were: (4, 9, 14, 21, 28) vol. %. The parameters examined included: density and porosity (by the Archimedes method), Young modulus (by the ultrasonic method), bending strength (three-points bending) and fracture toughness (three-points bending of notched beams). The phases identified in the multi-layered composites by the X-ray analysis were: $\alpha-Al_2O_3$, Mo and Mo_2C . The sintered composites have a relatively high relative density (the porosity does not exceed 10%) (Table 1, Fig. 3). As the volumetric share of Mo increases, their weight densities increase, whereas the Young moduli E decrease (Table 1, Figs. 3 and 4). The bending strength, the stress intensity factor K_{Ic} and the cracking energy are at a maximum in the composite with 14 vol.% of Mo in the layer. The strength and the fracture toughness of this composite are more than twice as great as that of Al_2O_3 , and the fracture energy more than 6 times as great (Table 1, Figs. 4 and 5). The magnitudes of the residual stresses measured during the experiments show that (Table 2 and Fig. 6). The measured magnitude of the stresses depends on two effects. One is associated with the crystallographic anisotropy of the coefficient in corundum, and the other - with the interaction between the components of the composite. Taking these two effects into account, we can state that, with the Mo content between 9 and 21 vol.%, the Al_2O_3 grains in the Al_2O_3 layers of the composite are under slight tension, whereas in the composites that contain 4 and 28 vol.% Mo, they are compressed. The Al_2O_3 grains in the composite $Al_2O_3+xvol.\%Mo$ layers are under compression in all the composites. The analysis of the residual stress magnitude in the composites examined is in addition complicated by the appearance of the third phase Mo_2C . Its thermal and mechanical properties differ from those of Al_2O_3 and Mo, and it was probably this phase which is responsible for the disagreement between the expected and measured stress distributions in the composite layers. Moreover, in the composites containing above 14 vol.% of Mo, cracks appear in the Al_2O_3 layers (Figs. 1 and 2). They result from the tensile strength of the layer material being exceeded. The presence of the cracks also affects the magnitudes and distribution of stresses in the layers (relaxation processes) and in addition reduces the strength and fracture toughness of the composites.

Key words: multilayered composites, fracture toughness, residual stresses

¹ mgr inż., ² prof. dr hab. inż., ³ dr inż.

WPROWADZENIE

W kompozytach warstwowych uzyskano wzrost wytrzymałości i odkształcenia przy zniszczeniu oraz wzrost odporności na kruche pękanie. Jest to wynikiem oddziaływania pęknięcia z obecnymi w strukturze tych materiałów: granicami międzywarstwowymi, warstwami pośrednimi o niskiej sztywności i wytrzymałości, plastycznymi i metastabilnymi fazami oraz polami naprężeń resztkowych [1-24].

W kompozytach tych na skutek występowania różnic w wartościach współczynników rozszerzalności cieplnej poszczególnych warstw kompozytu wygenerowane zostaje pole naprężeń resztkowych. Dobierając odpowiednie komponenty, ułożenie warstw oraz parametry technologiczne procesu wytwarzania można wygenerować takie pole naprężeń, które, oddziałując z polem naprężeń wytworzonym na wierzchołku pęknięcia, przyczyni się do znacznego wzrostu odporności na kruche pękanie. Wzrost odporności na pękanie spowodowany jest głównie występowaniem zjawiska „odchylania pęknięcia” (crack deflection). Propagujące pęknięcia na skutek występowania pól naprężeń ściskających w mikrostrukturze odchylają się od początkowego kierunku propagacji, „szukając” obszarów będących pod wpływem naprężeń rozciągających. Przyczynia się do wzrostu efektywnej energii pęknięcia, a więc wzrostu odporności na kruche pękanie kompozytu [4-21].

Znajomość stanu naprężeń resztkowych w badanych kompozytach ceramicznych jest niezbędna do interpretacji uzyskiwanych właściwości mechanicznych. Jedną z metod pomiaru jest metoda spektroskopowa, w której wykorzystuje się efekt piezospektroskopowy, czyli istnieje ścisła zależność pomiędzy liniami widma fluorescencyjnego a naprężeniami, pod wpływem których znajduje się materiał [15, 24]. W przypadku ceramiki Al_2O_3 obserwuje się wystąpienie przesunięcia (pod wpływem naprężeń) dubletu linii fluorescencyjnych R_1 i R_2 jonów Cr^{3+} , będących naturalną domieszką kolidu.

W pracy badano wybrane właściwości mechaniczne i stan naprężeń wewnętrznych w wielowarstwowych kompozytach $Al_2O_3/Al_2O_3+xobj.\%Mo/Al_2O_3/...$. Molibden jest metalem wysokotopliwym ($T_T = 2890$ K), charakteryzującym się wysokim modułem Younga ($E = 322$ GPa), znaczną wytrzymałością na rozciąganie ($R_m = 690$ MPa) i nieznacznie niższym od Al_2O_3 współczynnikiem liniowej rozszerzalności cieplnej ($\alpha = 5,4 \cdot 10^{-6}$ 1/K). Z uwagi na to wydaje się być dobrym kandydatem na komponent do wytworzenia kompozytu z materiałem ceramicznym, który nie obniży wysokich początkowych właściwości mechanicznych ceramiki (wytrzymałość na ściskanie, odporność na ścieranie itp.),

a korzystnie wpłynie na wzrost plastyczności i odporności na kruche pękanie.

TECHNIKA WYTWARZANIA KOMPOZYTÓW

Do wykonania kompozytów użyto proszku $\alpha-Al_2O_3$ AKP-50 firmy Sumitomo Chemical Co. Ltd. oraz proszku Mo MO006020 wytworzonego przez Goodfellow Advanced Materials. Próbkę z badanych kompozytów wykonano, stosując technikę „type casting”, składającą się z następujących etapów:

- Przygotowanie mas lejnych - skład mas lejnych: proszek (Al_2O_3 lub $Al_2O_3+obj.x\%Mo$) + spoiwo (żywica PVB) + plastyfikator (ftalan dibutyłu) + rozpuszczalnik (etanol i TRI) + upłynniacz (olej lniany); mieszane w młynku agatowym RETSCH w czasie $t = 4$ h.
- Odlewanie folii, suszenie i wykrawanie - folie odlewano metodą „tape casting” w układzie „doctor - blade” tak, aby grubość folii po odlaniu wynosiła $g = 1$ mm, szybkość odlewania $V = 0,5$ m/min, suszenie folii w temperaturze otoczenia. Folie wykrawano wykrojnikiem o wymiarach 40x50x6 mm.
- Laminowanie folii - wycięte folie układano w pakiety w formie i ogrzewano do temperatury $T = 80^\circ C$ (czas przetrzymania 30 min), a następnie laminowano na drodze prasowania jednoosiowego na prasie hydraulicznej TM4 pod ciśnieniem $p = 10$ MPa.
- Dogęszczanie izostatyczne - w autoklawie ciśnieniowym $p = 120$ MPa.
- Spiekanie: a) w piecu LENTON-THERMAL w temperaturze $T = 1200^\circ C$, w czasie $t = 1$ h, w atmosferze N_2 , b) w piecu BALTZERS w temperaturze $T = 1700^\circ C$, w czasie $t = 1,5$ h, w próżni ($p = 10^{-4}$ Pa).

METODYKA BADAŃ

Gęstość i porowatość próbek z badanych materiałów wyznaczono metodą ważenia hydrostatycznego (metoda Archimedesesa) z użyciem wagi RADWAG WPS. Uzyskane wyniki, uśrednione z trzech pomiarów dla każdego ze składów, przedstawiono w tabeli 1 i na rysunku 3.

Obserwacje mikroskopowe przeprowadzono na zglądach wypolerowanych z użyciem mikroskopu metalograficznego NIKON (rys. rys. 1 i 2).

Określenie składu fazowego przeprowadzono na dyfraktometrze PHILIPS 1830 przy użyciu lampy kobaltowej. Jakościową analizę fazową przeprowadzono na podstawie zapisów wykonanych w zakresie kątowym $2\theta \div 20 \div 120^\circ$ z krokiem $2\theta \div 0,05^\circ$, czas zliczania 3 s.

Moduł Younga wyznaczono metodą ultradźwiękową w refraktometrze typu UR10A. Uzyskane wyniki, uśred-

nione z 5 pomiarów dla każdego ze składów, przedstawiono w tabeli 1 i na rysunku 4.

Pomiar wytrzymałości na zginanie badanych kompozytów wykonano na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 1114 w układzie trójpunktowego zginania

belek o wymiarach 6x4x50 mm (po 10 sztuk dla każdej grupy materiałów). Rozstaw podpór wynosił $L = 40$ mm. Próbkę obciążano z szybkością równą 1 mm/min aż do złamania, rejestrując wartość siły niszczącej F . Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 1 i na rysunku 4.

Współczynnik intensywności naprężeń wyznaczono metodą trójpunktowego zginania belki z karbem na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 1114. Próbkę (po 8 sztuk dla każdej grupy materiałów) przeznaczone do badań wyszlifowano na wymiar 6x4x50 mm oraz nacięto karb, w połowie ich długości, o głębokości $a = 1,1$ mm (0,9 mm piłką diamentową o szerokości 0,2 mm oraz 0,2 mm piłką diamentową o szerokości 0,025 mm). Rozstaw podpór $L = 15$ mm, szybkość przesuwu trawersy 1 mm/min. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 1 i na rysunku 5.

Energię pęknięcia wyznaczono, korzystając z zależności $\gamma = K_{Ic}^2 / 2E$. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 1 i na rysunku 5.

Wartość naprężeń resztkowych w badanych kompozytach mierzono metodą piezospektroskopową za pomocą spektrometru Ramana typu DILOR X 4800. W przypadku tworzyw zawierających Al₂O₃ obserwuje się wystąpienie przesunięcia (pod wpływem naprężeń) dubletu linii fluorescencyjnych R_1 i R_2 jonów Cr³⁺, będących naturalną domieszką korundu. W celu uzyskania widma fluorescencyjnego jonów Cr³⁺ warstwy Al₂O₃ i warstwy kompozytowe w poszczególnych próbkach kompozytów wzbudzano wiązką promieniowania laserowego o długości fali 488 nm lub 514,5 nm i mocy 40 mW. Średnica wiązki wynosiła ok. 200 μm, a czas rejestracji linii fluorescencyjnych od 10 do 100 s. Próbkę odniesienia stanowił monokryształ szafiru. Wykonano również pomiar naprężeń wewnętrznych dla polikrystalicznej próbki Al₂O₃ (korund) otrzymanej w takich samych warunkach technologicznych jak badane kompozyty. Uzyskane widma analizowano za pomocą programu komputerowego Nice-Fit w celu wyznaczenia dokładnego położenia maksimum linii R_1 i R_2 . Zarówno w próbce z Al₂O₃, jak również w warstwach Al₂O₃ i warstwach Al₂O₃+x%obj.Mo kompozytów warstwowych zaobserwowano przesunięcia linii w kierunku niższych częstotliwości. Wielkość naprężeń odpowiadających zmianom $\Delta\nu$ dla linii R_2 wyliczano z zależności [15, 24]

$$\sigma_H = \Pi \cdot \Delta\nu$$

gdzie: $\Pi = 7,61 \text{ cm}^{-1}/\text{GPa}$ jest współczynnikiem spektroskopowym wyznaczonym przez D.R. Clarke [24],

$\sigma_H = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})$ - średnia wartość naprężenia hydrostatycznego.

Wykonano po pięć pomiarów dla każdego materiału, a uzyskane wyniki uśredniono i zamieszczono w tabeli 2 i na rysunku 6.

W przypadku kompozytów warstwowych założono, że poszczególne warstwy znajdują się pod wpływem płaskiego, dwuosiowego stanu naprężenia, gdzie $\sigma_{33} = 0$. Stąd wartość naprężenia, pod wpływem którego znajdują się ziarna Al₂O₃ w warstwach kompozytów, opisana jest wzorem [15, 24]

$$\sigma_B = \frac{1}{2}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) = \frac{3}{2}\sigma_H$$

Zmierzenie wartości średniego naprężenia hydrostatycznego, pod wpływem którego znajdują się ziarna Al₂O₃ w próbce Al₂O₃ (korundowej), otrzymanej w takich samych warunkach technologicznych jak badane kompozyty, pozwoliło na wyliczenie wartości średniego naprężenia, pod wpływem którego znajdują się ziarna Al₂O₃ w warstwach kompozytów w odniesieniu do korundu $\sigma_{B\text{sr}}^K$.

WYNIKI

W tabeli 1 i na rysunkach 1-5 przedstawiono uzyskane wyniki wybranych właściwości mechanicznych kompozytów warstwowych .../Al₂O₃/Al₂O₃+xobj.%Mo/Al₂O₃/...

TABELA 1. Właściwości mechaniczne kompozytów warstwowych (gęstość d , porowatość P_c , moduł Younga E , wytrzymałość na zginanie σ_b , odporność na kruche pęknięcie K_{Ic} , energia pęknięcia γ)
.../Al₂O₃/Al₂O₃+xobj.%Mo/Al₂O₃/...

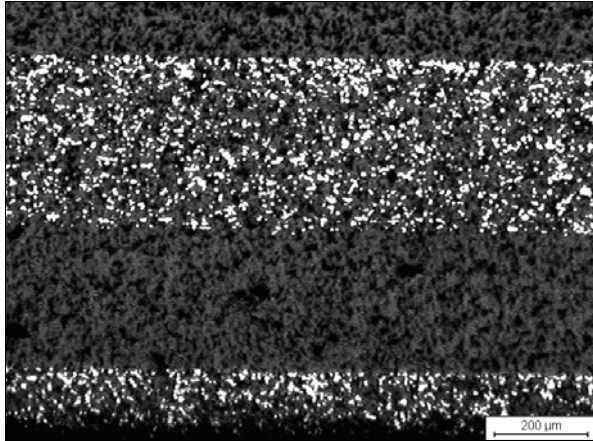
TABLE 1. Mechanical properties of .../Al₂O₃/Al₂O₃+xvol.%Mo/Al₂O₃/... composites (density d , porosity P_c , Young modulus E , bending strength σ_b , fracture toughness K_{Ic} , fracture energy γ)

% Mo	d g/cm ³	P_c %	E GPa	σ_b MPa	K_{Ic} MPam ^{1/2}	γ J/m ²
0	3,98	0	400	380	3,5	15
4	3,86	6	336±14	418±76	4,73±0,39	33,49±5,39
9	3,85	10	313±4	586±74	5,99±0,67	59,20±13,56
14	4,22	4	297±4	819±28	7,75±0,56	101,70±14,50
21	4,39	4	287±8	559±54	6,48±0,86	74,40±19,22
28	4,59	3	276±7	346±26	6,02±0,73	66,64±16,45

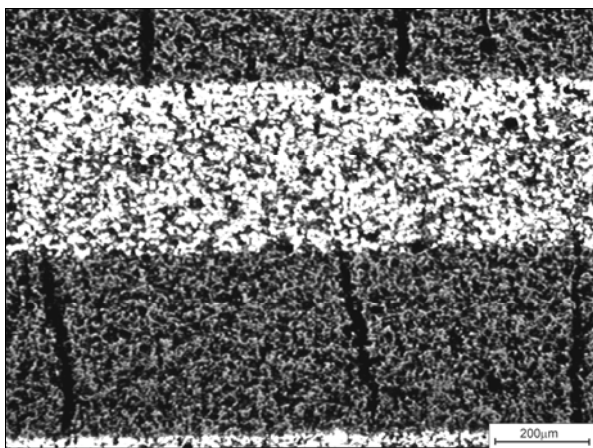
Kompozyt zawierający 14% obj. Mo w warstwie charakteryzuje się najwyższymi wartościami: wytrzyma-

łości na zginanie (819 MPa) i współczynnika intensywności naprężeń $K_{Ic} = 7,75 \text{ MPam}^{1/2}$ oraz energii pęknięcia 101 J/m^2 .

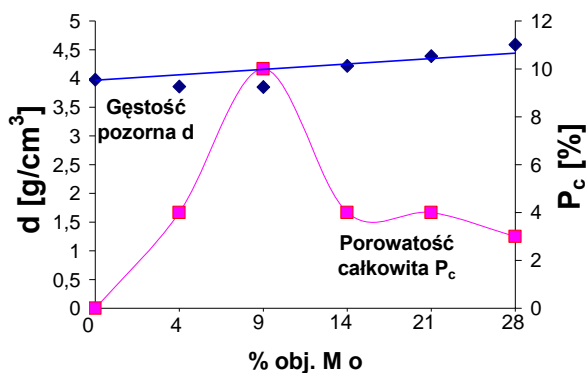
W tabeli 2 i na wykresie 6 przedstawiono wartości naprężeń resztkowych generowanych w ziarnach korundu w materiale warstw korundowych i kompozytowych.



Rys. 1. Mikrostruktura kompozytu .../Al₂O₃/Al₂O₃+14obj.%Mo/Al₂O₃/...
Fig. 1. Microstructure of .../Al₂O₃/Al₂O₃+14vol.%Mo/Al₂O₃/... composites

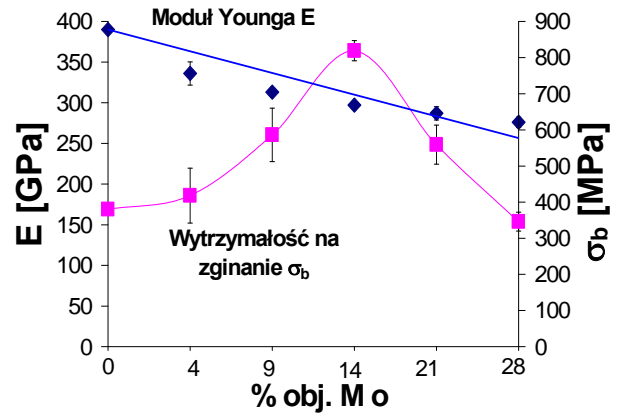


Rys. 2. Mikrostruktura kompozytu .../Al₂O₃/Al₂O₃+28obj.%Mo/Al₂O₃/...
Fig. 2. Microstructure of the .../Al₂O₃/Al₂O₃+28vol%Mo/Al₂O₃/... composite

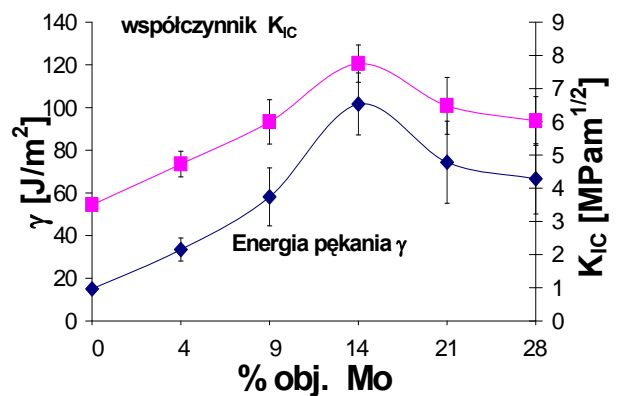


Rys. 3. Gęstość i porowatość kompozytów
Fig. 3. Density and porosity of the composites

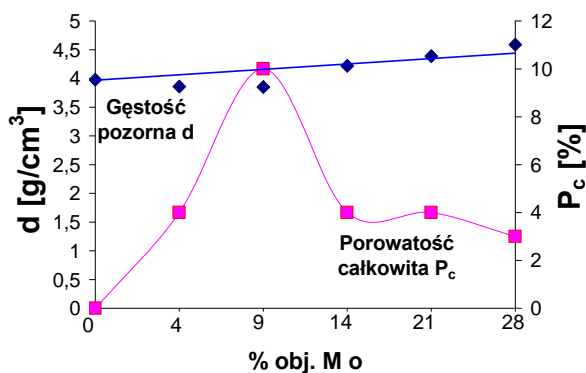
Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że w próbce z polikrystalicznego α-Al₂O₃ zostały wygenerowane naprężenia ściskające o wartości $\sigma_H = -46 \text{ MPa}$. W kompozytach w warstwie Al₂O₃ ziarna Al₂O₃ są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru). Ziarna Al₂O₃ w warstwach kom-



Rys. 4. Moduł Younga i wytrzymałość na zginanie kompozytów
Fig. 4. Young modulus and bending strength of the composites



Rys. 5. Współczynnik intensywności naprężeń i energia pęknięcia kompozytów
Fig. 5. Fracture toughness and fracture energy of the composites



Rys. 6. Naprężenia wewnętrzne w warstwach kompozytów
Fig. 6. Residual stresses within the composite layers

pozytowych Al₂O₃+x%obj.Mo również są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru), jednak ich wartość jest wyższa w porównaniu do wartości naprężeń, pod wpływem których znajdują się ziarna w warstwie Al₂O₃. Wartość naprężeń rośnie wraz ze wzrostem udziału molibdenu w kompozycie.

TABELA 2. Naprężenia resztkowe w badanych materiałach (średnie przesunięcie linii $R_2 - \Delta v_{sr}$, średnie naprężenie hydrostatyczne $\sigma_{h sr}$, średnie naprężenie w dwuosiowym stanie naprężenia $\sigma_{B sr}$, średnie naprężenie w dwuosiowym stanie naprężenia w odniesieniu do korundu $\sigma_{B sr}^K$)

TABLE 2. Residual stress in investigated materials (average shifts for the line $R_2 - \Delta v_{sr}$, average value of the hydrostatic stress $\sigma_{h sr}$, average magnitude of the stress in biaxial stress state $\sigma_{B sr}$, average magnitude of the stress in biaxial stress state referred to that in corundum $\sigma_{B sr}^K$)

Próbka	Δv_{sr} cm ⁻¹	$\sigma_{h sr}$ MPa	$\sigma_{B sr}$ MPa	$\sigma_{B sr}^K$ MPa
Al ₂ O ₃	-0,35	-46 ±23	-	-
4% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃	-0,44	-57 ±23	-86 ±50	-40 ±39
4% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃ +Mo	-0,98	-128 ±53	-192 ±80	-146 ±77
9% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃	-0,35	-45 ±23	-68 ±36	-22 ±37
9% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃ +Mo	-0,45	-58 ±15	-85 ±23	-42 ±28
14% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃	-0,31	-41 ±19	-62 ±29	-15 ±28
14% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃ +Mo	-1,20	-158 ±90	-237 ±136	-191 ±136
21% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃	-0,32	-41 ±21	-62 ±32	-16 ±32
21% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃ +Mo	-1,54	-202 ±21	-303 ±33	-258 ±33
28% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃	-0,99	-130 ±17	-195 ±26	-149 ±25
28% obj. Mo-warstwa Al ₂ O ₃ +Mo	-2,54	-334 ±77	-501 ±116	-454 ±115

Na rysunkach 1 i 2 przedstawiono obrazy mikrostruktur kompozytów warstwowych zawierających 14 i 28% obj. Mo w warstwie.

Na podstawie dokonanych obserwacji mikroskopowych stwierdzono obecność pęknięć poprzecznych i rozwarstwiających kompozyt w kompozytach zawierających 21 i 28% obj. Mo w warstwie.

DYSKUSJA WYNIKÓW I WNIOSKI

Jakościowa analiza rentgenowska ujawniła obecność w badanych kompozytach następujących faz: α -Al₂O₃, Mo i Mo₂C. Uzyskane spieki badanych kom-

pozytów warstwowych cechowały się stosunkowo dobrą gęstością względną (porowatość P_c nie przekraczała 10%). Wraz ze wzrostem udziału objętościowego molibdenu w kompozytach wzrastały liniowo ich gęstości, malały natomiast ich moduły Younga E . Wytrzymałość na zginanie σ_b (819 MPa), współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} (7,75 MPam^{1/2}) i energia pęknięcia γ (102 J/m²) osiągają wartość ekstremalną dla kompozytu mającego 14% obj. Mo w warstwie. Wytrzymałość σ_b i odporność na kruche pęknięcie tego kompozytu jest przeszło 2-krotnie, a energia pęknięcia przeszło 6-krotnie wyższa w porównaniu z Al₂O₃.

Molibden ma niższy współczynnik rozszerzalności liniowej ($\alpha = 5,4 \cdot 10^{-6}$ 1/K) w stosunku do α -Al₂O₃ ($8,8 \cdot 10^{-6}$ 1/K). Dlatego też należy oczekiwać, że podczas procesu chłodzenia od temperatury spiekania do temperatury otoczenia „kurczy” się on wolniej niż otaczająca go osnowa. Efektem tego jest wygenerowanie w osnowie naprężeń rozciągających, a w cząstkach molibdenu naprężeń ściskających.

W przypadku badanych kompozytów warstwowych oczekiwano, że kompozytowa warstwa typu Al₂O₃+x%obj.Mo będzie „kurczyć” się wolniej niż warstwa Al₂O₃ wywołując jej rozciąganie, podczas gdy ona sama będzie znajdować się pod działaniem naprężeń ściskających. Skutkiem tego powinno być to, że wraz ze wzrastającym udziałem molibdenu w warstwach ziarna Al₂O₃, warstwa Al₂O₃ powinna znajdować się pod wpływem wzrastających naprężeń rozciągających. Natomiast ziarna Al₂O₃ w warstwach Al₂O₃+x%obj. Mo powinny znajdować się także pod wpływem wypadkowej wartości naprężenia, na którego wartość składać się będą: naprężenia rozciągające (wpływ molibdenu na ziarna Al₂O₃ w obrębie warstwy) i naprężenia ściskające (wpływ warstwy Al₂O₃ - jest ona rozciągana więc ścisła warstwę kompozytową).

Na podstawie uzyskanych wartości naprężeń wewnętrznych w badanych materiałach można stwierdzić, że:

- Na skutek występowania krystalograficznej anizotropii współczynnika rozszerzalności cieplnej w α -Al₂O₃ podczas studzenia z temperatury procesu spiekania do temperatury otoczenia w ziarnach Al₂O₃ w próbce z polikrystalicznego α -Al₂O₃ zostały wygenerowane naprężenia ściskające o wartości $\sigma_H = -46$ MPa.
- W kompozytach w warstwie Al₂O₃ ziarna Al₂O₃ są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru).
- Ziarna Al₂O₃ w warstwach kompozytowych Al₂O₃+x%obj.Mo również są pod wpływem naprężeń ściskających (w odniesieniu do szafiru), jednak ich wartość jest wyższa w porównaniu do wartości naprężeń, pod wpływem których znajdują się ziarna w warstwie Al₂O₃.

Wartość naprężeń wzrasta wraz ze wzrostem udziału Mo w kompozycie.

Na zmierzoną wartość naprężeń składają się dwa czynniki. Jeden związany z krystalograficzną anizotropią współczynnika α w korundzie, a drugi z wzajemnym oddziaływaniem komponentów kompozytu. Uwzględniając ten fakt, można stwierdzić, że ziarna Al_2O_3 w warstwach Al_2O_3 w kompozytach o zawartości molibdenu od 9÷21% obj. Mo są nieznacznie „rozciągane”, natomiast w kompozycie zawierającym 4 i 28% Mo są pod wpływem naprężeń ściskających. Ziarna Al_2O_3 w warstwach kompozytowych $Al_2O_3+x\%Mo$ są pod wpływem naprężeń ściskających we wszystkich kompozytach.

W badanych kompozytach analizę uzyskanych wartości naprężeń resztkowych komplikuje pojawienie się (po procesie spiekania, na skutek reakcji molibdenu z węglem powstającym podczas termicznego rozpadu związków organicznych wchodzących w skład mas lejnych) w strukturze trzeciej fazy Mo_2C . Charakteryzuje się ona różnymi właściwościami cieplnymi i mechanicznymi w stosunku do Al_2O_3 oraz molibdenu i to ona najprawdopodobniej przyczyniła się do otrzymania odmiennych od oczekiwanych wartości, a także rozkładów naprężeń w warstwach kompozytów.

Dodatkowo w kompozytach zawierających powyżej 14% obj. Mo w warstwie pojawiają się pęknięcia w warstwach Al_2O_3 . Są one efektem przekroczenia wytrzymałości na rozciąganie materiału warstwy. Pojawienie się pęknięć również wpływa na wartości i rozkład naprężeń w warstwach (procesy relaksacyjne), a także wywołuje obniżenie wytrzymałości i odporności na pękanie tych kompozytów.

LITERATURA

- [1] Cahn R.W., Haasen P., Kramer E.J., *Materials Science and Technology. Structure and Properties of Ceramics*, vol. 11, Weinheim - New York - Basel - Cambridge - Tokyo 1994, 10-11, 341-404, 410-458, 557-563.
- [2] Pampuch R., *Budowa i właściwości materiałów ceramicznych*, Wydawnictwo AGH, Kraków 1995, 85-138, 231-265.
- [3] Oczóś K.E., *Kształtowanie ceramicznych materiałów technicznych*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 1996, 56-76.
- [4] Kovar D., Thouless M.D., Halloran J.W., *Crack Deflection and Propagation in Layered Silicon Nitride/Boron Nitride Ceramics*, *Journal of the American Ceramic Society* 1998, 81(4), 1004-12.
- [5] Huang Y., Cai S., Guo H., Wang C., Xie Z., *The Biometric Structure Design and Preparation of Si_3N_4 Matrix Composites with High Toughness*, 9th Cimtec-World Ceramics Congress 2000, 881-888.
- [6] Tomaszewski H., Węglarz H., Boniecki M., Rećko W.M., *Mikrowarstwowe kompozyty ceramiczne*, *Inżynieria Materiałowa* 1998, 5, 1288-1296.
- [7] Zeng Y., Jiang D., *Fabrication and properties of laminated Al_2O_3/TiC composites*, *Ceramics International* 2002, 27, 597-602,
- [8] Ming L.Y., Wei P., Shugin L., Jian Ch., Ruigang W., Jianqing Li., *Mechanical Properties and Microstructure of a Si_3N_4/Ti_3SiC_2 Multilayer Composite*, *Ceramics International* 2002, 28, 223-226.
- [9] Drewny E.N., Moon R.J., Bowman K.J., Trumble K.P., Bremm J., *Fracture Behavior of Centrifugally Cast Multilayer Alumina/Alumina Composites*, *Scripta Materialia* 1999, 41, 7, 749-754.
- [10] Cai P.Z., Green D.J., Messing G.L., *Constrained Densification of Alumina/Zirconia Hybrid Laminates, I: Experimental observations of processing defects*, *Journal of the American Ceramic Society* 1997, 80(8), 1929-39.
- [11] Cai P.Z., Green D.J., Messing G.L., *Constrained Desification of Alumina/Zirconia Hybrid Laminates, II: Viscoelastic Stress Computation*, *Journal of the American Ceramic Society* 1997, 80(8), 1940-48.
- [12] Green D.J., Cai P.Z., Messing G.L., *Residual Stresses in Alumina-Zirconia Laminates*, *Journal of the European Ceramic Society* 1999, 19, 2511-2517.
- [13] Folsom C.A., Zok F.W., Lange F.F., *Flexural Properties of Brittle Multilayer Materials I - Modeling*, *Journal of the American Ceramic Society* 1994, 77(3), 689-96.
- [14] Oechsner M., Hillman C., Lange F.F., *Crack Bifurcation in Laminar Ceramic Composites*, *Journal of the American Ceramic Society* 1996, 79(7), 1834-38.
- [15] Sergio V., Lipkin D.M., De Portu G., Clarke D.R., *Edge Stresses in Alumina/Zirconia Laminates*, *Journal of the American Ceramic Society* 1997, 80(7), 1633-386.
- [16] Lakshminarayanan R., Shetty D.K., Cutler R.A., *Toughening of Layered Ceramic Composites with Residual Surface Compression*, *Journal of the American Ceramic Society* 1996, 79(1), 79-87.
- [17] Marshall D.B. Morgan P.E.D., Housley R.M., *Debonding in Multilayered Composites of Zirconia and $LaPO_4$* , *Journal of American Ceramic Society* 1997, 80(7), 1677-83.
- [18] Cutler W.A., Zok F.W., Lange F.F., *Delamination Resistance of Two Hybrid Ceramic-Composite Laminates*, *Journal of American Ceramic Society* 1997, 80(12), 3029-37.
- [19] Moon R.J., Bowman K.J., Trumble K.P., Rodel J., *Fracture Resistance Curve Behaviour of Multilayered Alumina - Zirconia Composites Produced by Centrifugation*, *Acta Mater.* 2001, 49, 995-1003.
- [20] Lucchini E., Sbaizero O., *Alumina/Zirconia Multilayer Composites Obtained by Centrifugal Consolidation*, *Journal of European Ceramic Society* 1995, 15, 975-981.
- [21] Cai P.Z., Green D.J., Messing G.L., *Mechanical Characterization of Al_2O_3/ZrO_2 Hybrid Laminates*, *Journal of European Ceramic Society* 1998, 5, 2025-2034.
- [22] Hwu K.L., Derby B., *Fracture of Metal/Ceramic Laminates - II. Crack Growth Resistance and Toughness*, *Acta Mater.* 1999, 47, 2, 545-563.
- [23] Cheng Z., Mecholsky J.J., *Toughening by Metallic Lamina in Nickel/Alumina Composites*, *Journal of the American Ceramic Society* 1993, 76(5), 1258-64.
- [24] Niezgoda T., Szymczyk W., Boniecki M., *Wyznaczanie naprężeń własnych w ceramice Al_2O_3 metodą piezospektroskopową*, *Inżynieria Materiałowa* 1997, 5, 193-197.

Recenzent
Stefan Szczepanik

