

Artur Oziębło¹, Katarzyna Konopka², Krzysztof J. Kurzydłowski³

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

Mikołaj Szafran⁴, Ewa Bobryk⁵

Politechnika Warszawska, Wydział Chemiczny, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa

ODPORNOŚĆ NA PĘKANIE KOMPOZYTÓW $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ OTRZYMANÝCH METODĄ ODLEWANIA Z CERAMICZNYCH MAS LEJNYCH

W artykule opisano sposób wytworzenia kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ metodą odlewania z ceramicznych mas lejnych, opracowanych pod kątem poprawy odporności na pękanie. Wytworzony kompozyt badano metodą zginania trójpunktowego. Wyznaczono moduł Younga E , krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} oraz jego zależność od długości pęknięcia C (tzw. krzywe R). Kompozyt wykazał wartość współczynnika K_{Ic} istotnie wyższą od wartości dla czystego Al_2O_3 . Stwierdzono także wzrost wartości współczynnika K_{Ic} w miarę wzrostu długości pęknięcia C .

W celu opisu propagacji pęknięcia zbadano mikrostrukturę kompozytu z użyciem metod stereologicznych. Analizując drogę pęknięcia z użyciem mikroskopii świetlnej i skaningowej mikroskopii elektronowej stwierdzono, że najczęstszym typem oddziaływania pęknięcia z cząstkami metalicznymi jest ich omijanie po granicy międzyfazowej. Powoduje to wydłużenie drogi pęknięcia i wzrost współczynnika K_{Ic} .

Słowa kluczowe: kruche pękanie, kompozyty, krzywe R , opis mikrostruktury, ceramika, materiały gradientowe

THE FRACTURE TOUGHNESS OF $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ COMPOSITES OBTAINED BY CERAMIC SLIP CASTING

In this study a novel method for production of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ composite by the ceramic slip casting was investigated. These composite have been prepared to improve the fracture toughness of the ceramic. Three point bending was used to measure Young modulus E , critical stress intensity factor K_{Ic} and its dependence of cracks length C . The investigations showed that the composite have a higher values of K_{Ic} coefficient than alumina. Also it has been found that this coefficient grows was function of the crack length.

In order to analyze the geometry of cracks path, scanning electron microscope was used. It has been found that cracks are deflected by the Fe particles. As a result the crack length increases and the fracture toughness is higher.

Key words: fracture toughness, composites, R curves, microstructure description, ceramic, gradient materials

WPROWADZENIE

W celu poprawy odporności na kruche pękanie ceramiki korundowej wytworzono kompozyt $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ metodą odlewania z ceramicznych mas lejnych [1]. Metoda ta ma potencjalnie szerokie zastosowanie dzięki swej prostocie. Daje jednocześnie możliwość uzyskania elementów o dużych gabarytach oraz budowie gradientowej.

Właściwości mechaniczne kompozytów ceramika-metal zwykle są analizowane w kontekście modułu sprężystości i odporności na pękanie. W pracy wyznaczono moduł Younga, współczynnik K_{Ic} oraz jego zmiany w funkcji długości pęknięcia (tzw. krzywe R). Opisano także mikrostrukturę kompozytu i propagację pęknięcia ze szczególnym uwzględnieniem wpływu cząstek Fe.

Przeprowadzone badania stanowią podstawę do projektowania kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ otrzymywanych na drodze odlewania z ceramicznych mas lejnych.

CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

Do otrzymania kompozytów użyto tlenku glinu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ o symbolu A16SG firmy Alcoa o średniej wielkości ziarna $0,5 \mu\text{m}$ oraz proszku żelaza *Carbonyleisenpulver 6M* firmy BASF o średniej wielkości ziarna około $4 \mu\text{m}$. Dodatkowymi niezbędnymi składnikami masy lejnej były upłynniacze, środki powierzchniowo czynne oraz spoiwa. Rozpuszczalnikiem stosowanym w badaniach była woda destylowana. Masę odlewano do porowatej formy o wymiarach $70 \times 100 \times 8 \text{ mm}$.

Na podstawie wcześniej przeprowadzonych badań [2, 3] oraz w oparciu o dane literaturowe sporządzono mieszaninę o składzie: 60% wag. Al_2O_3 , 40% wag. Fe (co odpowiada 25% objętościowym Fe). Tak dobrana

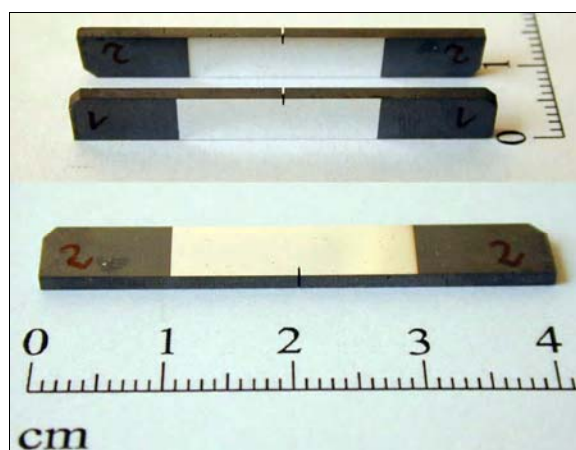
^{1,5} mgr inż., ² dr inż., ³ prof. dr hab. inż., ⁴ dr hab. inż.

proporcja składników miała zapewnić wysokie wskaźniki wytrzymałościowe, zwłaszcza odporność na kruche pękanie.

Następnie przygotowano masę lejną z zastosowaniem jako spoiwa polialkoholu winylowego w układzie z poliakrylanem amonowym. Spoiwo wprowadzano w postaci 10% roztworu wodnego. Przygotowana masa lejna była homogenizowana w małych młynkach kulowych wykonanych z teflonu. Składniki masy odważane z dokładnością do 0,01 g mieszano przez 0,5 h. Po dodaniu proszków masę mieszano jeszcze przez 1 h. Po wymieszaniu składników masę odlewano do formy gipsowej.

Spiekanie wstępne, mające na celu rozkład termiczny substancji organicznych zawartych w spiekanych kształtkach, przeprowadzono w piecu rurowym w temp. 1200°C w atmosferze ochronnej azotu. Spiekanie zasadnicze przeprowadzono w piecu komorowym przy próżni 10^{-4} MPa w czasie 1 godziny. W oparciu o dane literaturowe [4] i badania wstępne [5] spiekanie przeprowadzono w temp. 1470°C. Dobór tej temperatury wynikał z jednej strony z temp. topnienia żelaza (1536°C), a z drugiej z temp. spiekania korundu (1500÷1700°C).

Otrzymane spieki cięto za pomocą piły diamentowej na belki o wymiarach 41,5x6x1,5 mm, a następnie szlifowano i polerowano. Tak otrzymane próbki posłużyły do określenia modułu Younga metodą zginania trójpunktowego. Część próbek przeznaczonych do wyznaczenia krzywych R oraz K_{Ic} metalizowano w części centralnej aluminium w celu ułatwienia obserwacji propagacji pęknięcia, a później nacinano karb. Pierwsze nacięcie wykonano tarczą o grubości 0,2 mm na głębokość około 1 mm, a następnie dno karbu nacinano tarczą o grubości 0,025 mm na głębokość około 0,2 mm.



Rys. 1. Fotografia belek przygotowanych do wyznaczenia krzywych R oraz K_{Ic}

Fig. 1. Composites beams prepared for mesurment R curves and K_{Ic}

Moduł Younga wyznaczono metodą trójpunktowego zginania belek zgodnie z normą PN-89 E-6307 za pomocą maszyny wytrzymałościowej ZWICK 1446.

Próbki obciążano z szybkością 0,1 mm/min, rejestrując ugięcie w funkcji obciążenia do siły maksymalnej 10 N. Moduł Younga liczono wg następującego wzoru [6]:

$$E = \frac{4l^3}{bh^3} \cdot \frac{\Delta F}{\Delta f} \quad (1)$$

gdzie: l - rozstaw podpór, mm, b - szerokość próbki, mm, h - wysokość próbki, mm, $\Delta F/\Delta f$ - stosunek przyrostu siły do przyrostu ugięcia.

Współczynnik K_{Ic} zmierzono metodą trójpunktowego zginania belek z karbem za pomocą maszyny wytrzymałościowej ZWICK 1446 o rozstawie podpór 40 mm. Próbki obciążano z szybkością 0,1 mm/min do momentu całkowitego złamania [7]. Wartość krytycznego współczynnika intensywności naprężeń wyliczono zgodnie z równaniem podanym przez Evansa [8]:

$$K_{Ic} = 1,5 \frac{P \cdot L}{w^2 B} Y \cdot a^{0,5}, \text{ MPam}^{0,5} \quad (2)$$

$$Y = 1,93 - 3,07 \left(\frac{a}{w} \right) + 13,66 \left(\frac{a}{w} \right)^2 - 23,98 \left(\frac{a}{w} \right)^3 + 25,22 \left(\frac{a}{w} \right)^4 \quad (3)$$

gdzie: P - siła łamiąca, N, L - rozstaw podpór, mm, B - szerokość próbki, mm, w - grubość próbki, mm, a - głębokość karbu, Y - współczynnik geometryczny liczony zgodnie ze wzorem Evansa [8].

Wyznaczenie krzywych R przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej ZWICK 1446 z głowicą 1 kN. Długość pęknięć obserwowano na wypolerowanej i metalizowanej Al powierzchni bocznej próbek za pomocą zamontowanego na maszynie układu optycznego [9]. Próbki zginano trójpunktowo z szybkością 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ przy rozstawie podpór 36,5 mm. W momencie zaobserwowania wzrostu pęknięcia obciążenie zdejmowano, następnie mierzono długość pęknięcia oraz powtórnie obciążano próbkę. W ten sposób układ optyczny i komputer sterujący maszyną wytrzymałościową rejestrował każdorazowo długości pęknięcia C i wartość siły P , przy której zatrzymywano rozwój pęknięcia [10].

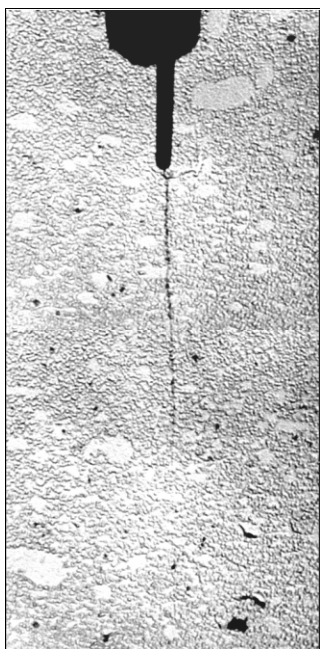
Na podstawie wartości siły i odpowiadającej jej długości pęknięcia wyliczano K_{Ic} korzystając ze wzoru Fetta i Munza [11]:

$$K_{Ic} = 1,5 \frac{PL}{w^2 B} Y \cdot C^{0,5}, \text{ MPam}^{0,5} \quad (4)$$

$$Y = \frac{\sqrt{\pi}}{(1-a)^{\frac{3}{2}}} \left[0,3738a + (1-a) \sum_{i,j=0}^4 A_{ij} a^i \left(\frac{w}{L} \right)^j \right] \quad (5)$$

gdzie: P - wartość siły, L - rozstaw podpór, w - grubość próbki, B - szerokość próbki, $a = \frac{c}{w}$, A_{ij} - współczynniki podane przez Fetta i Muntza [11].

Równania opisujące zmianę współczynnika K_{Ic} w funkcji długości pęknięcia C ($K_{Ic} = a \cdot C + b$) wyznaczono metodą regresji liniowej [10].



Rys. 2. Przykładowa fotografia pęknięcia zarejestrowana podczas próby kontrolowanego rozwoju pęknięcia (wyznaczenie krzywej R)

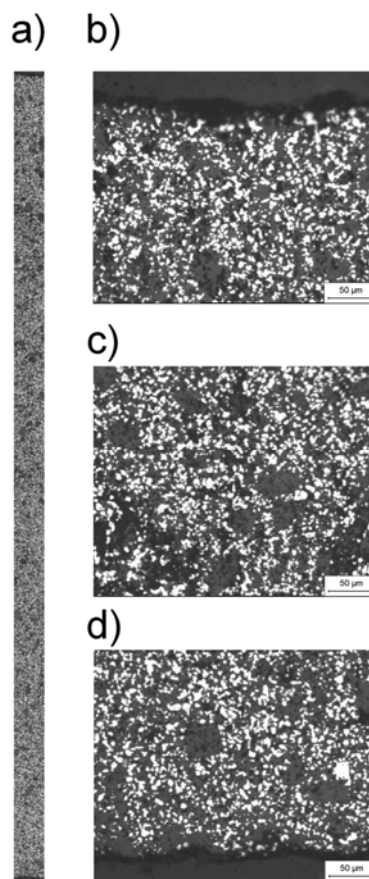
Fig. 2. Crack recorded during the controlled growth under three point bending test

Ocena mikrostruktury polegała na analizie przekroju poprzecznego próbki, uprzednio szlifowanego i polerowanego z użyciem ścierniwa diamentowego. Otrzymane w ten sposób zgłady obserwowano z użyciem mikroskopu optycznego firmy Nikon, stosując powiększenia z zakresu $50\div 500\times$. Następnie obrazy mikrostruktury zapisywano w formie elektronicznej w pamięci komputera z rozdzielczością 768×576 pixeli za pomocą kamery video i oprogramowania do akwizycji obrazu. Reprezentatywne fotografie zamieszczono na rysunku 3.

Zapisane obrazy mikrostruktury poddano obróbce graficznej, a następnie analizie ilościowej, wykorzystując program do analizy obrazu MicroMeter [12].

Obróbka graficzna obejmowała przekształcenia prowadzące do uzyskania obrazu binarnego poprawnie odwzorowującego zarysy cząstek żelaza w ceramicznej osnowie. Zastosowano między innymi takie przekształcenia, jak: mediana, negatyw oraz binaryzacja. W wyniku przeprowadzonej analizy uzyskano szereg parametrów opisujących: licznosc cząstek żelaza na jednostkę objętości N_V , udział objętościowy V_V . Zmierzono także udział powierzchni granic międzyfazowych w jednostce objętości S_V , średnią wielkość cząstek, $E(d_2)$ oraz

odchylenie standardowe tej wielkości $SD(d_2)$. Jak również wyznaczono współczynniki kształtu, określające wydłużenie ($\alpha = d_{\max}/d_2$) oraz rozwinięcie powierzchni ($\beta = P_c/P$).



Rys. 3. Mikrostruktura kompozytu $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$: a) cały przekrój, b) górny obszar, c) środek, d) dolny obszar

Fig. 3. Microstructure of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ composite: a) all cross section, b) top area, c) middle, d) bottom area

Z uwagi na widoczne różnice w rozmieszczeniu cząstek metalicznych na przekroju próbki wybrane obszary (górną, środkową i dolną) (rys. 3) poddano badaniom jednorodności rozmieszczenia cząstek Fe, wykorzystując metodę teselacji Voronoi [13]. W wyniku tej analizy wyznaczono: średnią średnicę równoważną strefy wpływu cząstek $E(d_2z)$ oraz jej odchylenie standardowe $SD(d_2z)$. Wartości wyznaczonych parametrów zamieszczono w tabeli 2.

Do analizy propagacji pęknięcia użyto skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) Hitachi model S-3500L.

WYNIKI I DISKUSJA

W tabeli 1 zebrano wyniki pomiarów wytrzymałościowych badanego kompozytu. Rejestrowano następujące parametry: moduł Younga (próbki nr 1÷5), współczynnik K_{Ic} (próbki nr 6÷11), współczynniki prostych

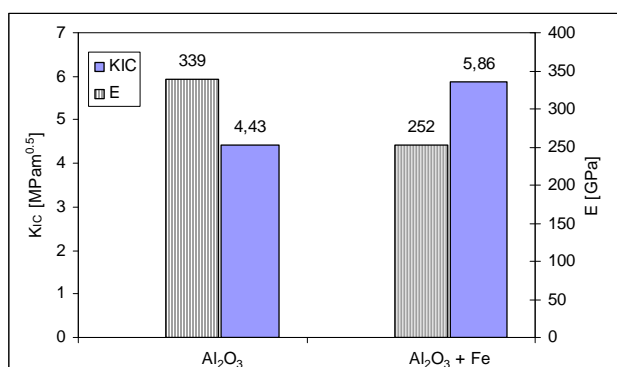
przybliżających krzywe R w poszczególnych próbkach (próbki nr 12÷17). Krzywa R wyznaczona na podstawie zebranych wyników ze wszystkich próbek zamieszczona została na wykresie (rys. 6). Na tym samym wykresie dla porównania zamieszczono krzywą R dla Al_2O_3 w oparciu o dane literaturowe [3]. Z uwagi na fakt, że zjawisko krzywej R silnie zależy od wielkości ziarna ceramiki do porównania wybrano wartości dla ceramiki korundowej o podobnej wielkości ziarna, kierując się wielkością wyjściową proszku i parametrami procesu spiekania.

TABELA 1. Właściwości mechaniczne kompozytu Al_2O_3 -Fe: moduł Younga E wyznaczony z próbek 1÷5, współczynnik K_{Ic} , wyznaczony z próbek 6÷11 oraz współczynniki kierunkowe prostych R , wyznaczone z próbek 12÷17

TABLE 1. Mechanical properties of Al_2O_3 -Fe composite: Young modulus determined for samples designed as 1÷5, coefficient K_{Ic} determined for samples 6÷11 and slope of a straight line R , determined for samples 12÷17

Nr próbki	E , GPa	Nr próbki	K_{Ic} MPam ^{1/2}	Nr próbki	$K_{Ic} = a \cdot C + b$	
					a	b
1	253,0	6	5,40	12	0,89	3,63
2	256,6	7	5,70	13	0,65	4,31
3	251,0	8	6,30	14	0,36	4,68
4	247,3	9	5,80	15	0,66	4,22
5	250,4	10	6,57	16	0,57	4,46
		11	5,38	17	0,41	5,17
Średnia	251,7 ±3,4	Średnia	5,86 ±3,4			

Na rysunkach 4 i 5 przedstawiono porównanie modułu Younga i współczynnika K_{Ic} badanego kompozytu i korundu.

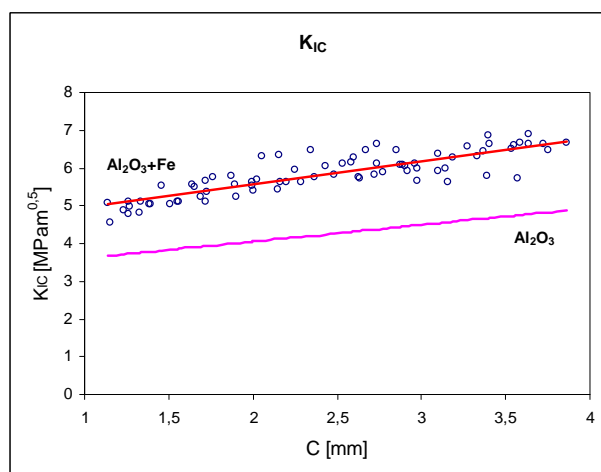


Rys. 4. Porównanie wartości współczynników K_{Ic} i modułów Younga korundu i kompozytu Al_2O_3 -Fe

Fig. 4. Comparison of the value of K_{Ic} coefficient and the Young modulus of alumina and Al_2O_3 -Fe composite

Średnia wartość modułu Younga E wynosiła: $E = 251,7 \pm 3,4$ MPa, co daje wynik pośredni pomiędzy wartościami E dla czystego korundu i czystego żelaza,

wynoszącymi odpowiednio 380 i 210 MPa [4]. Przy założeniu, że ułamek objętościowy Fe w kompozycie wynosi 0,25; wartość modułu Younga wyliczona z reguły mieszania wynosi 317 MPa, a więc jest wyższa od eksperymentalnej.



Rys. 5. Krzywa R kompozytu wyznaczone na podstawie zebranych wyników z próbek 12÷17 oraz krzywa R korundu na podstawie danych literaturowych [3]

Fig. 5. R curves for composite Al_2O_3 -Fe and Al_2O_3 , for Al_2O_3 taken from the literature [3]

Średnia wartość współczynnika K_{Ic} wyznaczona w trakcie zginania trójpunktowego wyniosła: $K_{Ic} = 5,86 \pm 0,48$ MPam^{0.5} i jest wyższa od danych literaturowych dla czystego Al_2O_3 , $K_{Ic} = 4,43$ MPam^{0.5} o 32% [14].

Z porównania właściwości mechanicznych kompozytu i korundu (rys. 4) widać wzrost wartości krytycznego współczynnika K_{Ic} przy jednoczesnym spadku wartości współczynnika sprężystości podłużnej E . Zmiany te świadczą o większej plastyczności kompozytu w stosunku do czystego Al_2O_3 .

Wyniki zamieszczone na rysunku 5 wskazują, iż w kompozycie obserwuje się wzrost wartości współczynnika K_{Ic} wraz ze wzrostem długości pęknięcia C . Uśredniony współczynnik a prostych przybliżających krzywe R , zamieszczony w tabeli 1, wynosi 0,619 i jest on miarą tangensa kąta nachylenia prostej do osi X. Kąt ten wynosi w przybliżeniu około 32°, zatem należy uznać, że wzrost współczynnika K_{Ic} w funkcji długości pęknięcia jest znaczny i mamy tu do czynienia z poprawą odporności materiału na kruche pęknięcie. Wyjaśnienie tego faktu oparto na obserwacjach propagacji pęknięcia w materiale z użyciem skaningowego mikroskopu elektronowego, opisanych w dalszej części pracy.

Obserwacje z użyciem mikroskopu optycznego ujawniły nierównomierny rozkład sferycznych cząstek Fe w osnowie ceramicznej (rys. 3). Dodatkowo analiza wyników ilościowego opisu mikrostruktury wybranych obszarów próbki ujawnia podwyższoną koncentrację cząstek Fe w środkowej części kompozytu (tab. 2), cze-

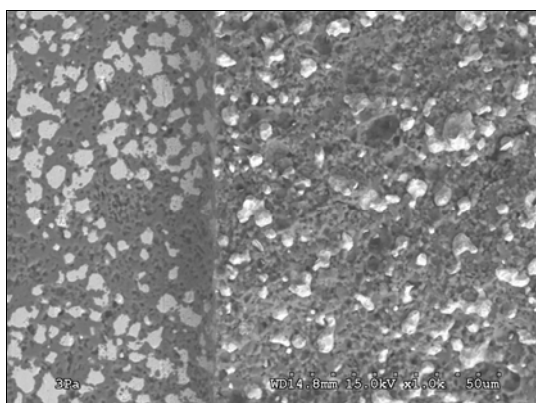
go nie można było stwierdzić podczas obserwacji mikroskopowych.

TABELA 2. Parametry cząstek Fe wyznaczone podczas analizy mikrostruktury kompozytu Al₂O₃-Fe: udział objętościowy V_V , powierzchnia swobodna granic ziarn S_V , liczność cząstek na jednostkę objętości N_V , średnia średnica równoważna $E(d_2)$ i odchylenie standardowe tej wartości $SD(d_2)$, współczynnik wydłużenia α , współczynnik rozwinięcia powierzchni β oraz średnia średnica równoważna stref wpływu cząstek $E(d_{2z})$ i odchylenie standardowe tej wartości $SD(d_{2z})$

TABLE 2. Main stereological parameters of the Al₂O₃-Fe composite: volume fraction V_V , phase boundary area in volume S_V , number of iron particles N_V , average particle size $E(d_2)$, standard size deviation $SD(d_2)$, coefficients describing the elongation α and surface development β , average particle influence zone $E(d_{2z})$, and standard deviation $SD(d_{2z})$

Parametr struktury	V_V	S_V	N_V	$E(d_2)$	$SD(d_2)$	α	β	$E(d_{2z})$	$SD(d_{2z})$
Jednostka		1/mm	1/mm ³ · 10 ⁵	μm				μm	
Górny obszar	0,22	325	66	3,25	2,51	1,47	1,50	8,83	3,61
Środek	0,28	429	89	3,20	2,65	1,46	1,56	8,20	3,07
Dolny obszar	0,22	351	85	2,96	2,30	1,46	1,49	8,49	3,40

Na uwagę zasługuje fakt, iż badany kompozyt charakteryzuje się stosunkowo jednorodną wielkością i kształtem cząstek Fe niezależnie od obszaru badania. Potwierdzają to niskie i zbliżone do siebie wartości odchylenia standardowego wyznaczonego dla cząstek w różnych obszarach (tab. 2). Średnia wartość średnicy równoważnej $E(d_2)$ wyniosła we wszystkich badanych obszarach około 3 μm (tab. 2). Współczynniki kształtu α i β wyznaczone dla poszczególnych obszarów są porównywalne (tab. 2) i wykazują nieznaczne wydłużenie i rozwinięcie powierzchni cząstek Fe. Analiza tych wielkości oraz obserwacje mikroskopowe (rys. 6) wskazują, że cząstki Fe mogą występować w kompozycie w postaci aglomeratów.



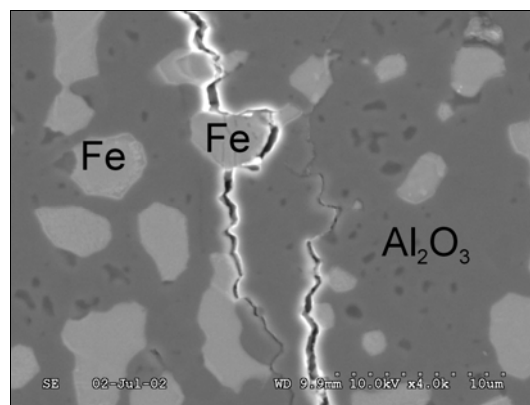
Rys. 6. Próbkę z karbem po badaniu K_{Ic} . Po lewej widoczna powierzchnia karbu, po prawej fraktografia przełomu (SEM)

Fig. 6. Sample with indentation after K_{Ic} test. On the left side indentation surface, on right side fracture (SEM)

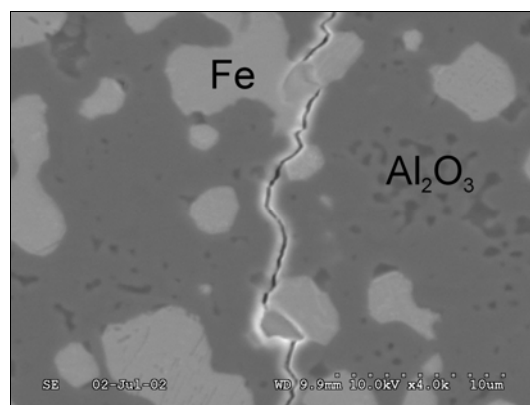
Zważywszy na fakt, że struktura w różnych obszarach różni się jedynie udziałem objętościowym, a wielkość i kształt cząstek pozostają niezmiennie, należy spodziewać się wzrostu liczności cząstek na jednostkę objętości oraz udziału powierzchni granic cząstek w obszarach o wyższym udziale objętościowym Fe, co potwierdzają wyniki zamieszczone w tabeli 2.

Średnia wielkość strefy wpływów cząstek Fe $E(d_z)$ oraz jej odchylenie standardowe $SD(d_z)$ (tab. 2) wyznaczone metodą teselacji Voronoi wykazała różnice w jednorodności rozmieszczenia cząstek Fe pomiędzy wybranymi obszarami próbki. Należy zauważyć, że środek próbki charakteryzuje się najmniejszym odchyleniem wielkości stref wpływu cząstek, a co za tym idzie największą jednorodnością.

a)



b)



Rys. 7. Droga pęknięcia w kompozycie Al₂O₃-Fe (SEM)

Fig. 7. Cracks path in composite Al₂O₃-Fe (SEM)

Analizując drogę pęknięcia w kompozycie skupiono się na jego oddziaływaniu z cząstkami metalicznymi. Jak widać na zdjęciach uzyskanych w SEM (rys. 7), typową sytuacją oddziaływania pęknięcia z cząstką

metaliczną jest jego odchylenie. Z mechanizmem tym związane jest wydłużenie drogi pęknięcia, a co za tym idzie wydatek energii pęknięcia. W wyniku tego procesu następuje obserwowany wzrost odporności na kruche pęknięcie.

WNIOSKI

Uzyskany metodą odlewania z ceramicznych mas lejnych kompozyt $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ charakteryzuje się wyższą odpornością na kruche pęknięcie w stosunku do ceramiki korundowej.

Badania kontrolowanego rozwoju pęknięcia wykazały, że kompozyt charakteryzuje się wzrostem odporności na kruche pęknięcie wraz ze wzrostem długości pęknięcia.

Za wzrost odporność na kruche pęknięcie odpowiedzialny jest mechanizm odchylenia drogi pęknięcia na cząstkach Fe.

Podziękowania

Autorzy pracy wyrażają podziękowania dla Pana dra inż. Marka Bonieckiego z Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych za wykonanie badań wytrzymałościowych kompozytu

Praca została wykonana w ramach projektu badawczego finansowanego przez Komitet Badań Naukowych (Projekt Nr 4 T08B 029 22).

LITERATURA

- [1] Cahn R.W., Haasen P., Kramer E.J., *Materials Science & Technology, Structure and Properties of Ceramic*, vol. 11, Weinmeim 1994.
- [2] Trusty P.A., Yeomans J.A., *The Toughening of Alumina with Iron: Effect of Iron Distribution on Fracture Toughness*, *Journal of the European Ceramic Society* 1997, 17.
- [3] Tomaszewski H., Boniecki M., Węglarz H., *Wpływ wielkości ziarna i naprężeń wewnętrznych na krzywe R w kompozytach na osnowie tlenku glinu*, *Inżynieria Materiałowa* 2001, 3, 137-140.
- [4] Ashby M.F., Jones D., *Materiały inżynierskie*, WNT, Warszawa 1996.
- [5] Oziębło A., Konopka K., Szafran M., Wejrzanowski T., Kurzydłowski K.J., *Microstructure of the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ Composites Obtained by Ceramic Slip Casting*, *Proceedings of Materials Week 2002, Monachium* 2002.
- [6] PN-89 E-06307 *Elektroizolacyjne materiały ceramiczne - Metody badań*.
- [7] Tomaszewski H., *Wpływ postaci fazy międzyziarnowej na właściwości termomechaniczne tworzywa korundowego*, *Inżynieria Materiałowa* 1987, 1, 25-30.
- [8] Evans A.G., *Fracture Mechanics Determinations in Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 1 Concept, Flaws and Fractography, ed. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, London 1973.
- [9] Tomaszewski H., Boniecki M., Węglarz H. *Krzywe R w kompozytach $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ i $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{+ZrO})\text{-SiC}$* , *Inżynieria Materiałowa* 1999, 6, 614-619.
- [10] Librant Z. i in., *Bulletin of the Polish Academy of Science* 1999, vol. 47, 4, 365-377.
- [11] Fett T., Muntz D., *Subcritical Crack of Macrocracks in Alumina with R-Curve Behavior*, *Journal of American Ceramic Society* 1992, 75, 4, 958-963.
- [12] Wejrzanowski T., *Special Computer Program for Image Analysis MicroMeter*. 2001.
- [13] Wejrzanowski T., Roźniatowski K., Kurzydłowski K.J., *Computer Aided Description of the Materials Microstructure, Analysis of the Spatial Distribution of Particles*, 8th Congress for Stereology and Image Analysis, Bordeaux 2001.
- [14] Oziębło A., Konopka K., *Fracture Toughness of the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ Composites*, *Proceedings of XXVIII School of Materials Science and Engineering, Kraków - Szczawnica* 2000.

Recenzent
Jan Chłopek