

# WŁASNOŚCI NADPLASTYCZNE KOMPOZYTÓW KORUNDOWO-CYRKONOWYCH

Marek Boniecki, Zdzisław Librant, Henryk Tomaszewski,  
Władysław Wesołowski

Przedmiotem pracy były dwa zestawy kompozytów  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  w zakresie zawartości objętościowej od 10 – 86%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : jeden z  $\text{ZrO}_2$  stabilizowanym 3mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , a drugi z  $\text{ZrO}_2$  stabilizowanym 2mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Wielkości ziaren obu faz w zestawie 1 mieściły się w granicach od 0.18 – 0.37  $\mu\text{m}$ ., a w zestawie 2 od 0.36 – 1.14  $\mu\text{m}$ . Badano odkształcenie nadplastyczne kompozytów w zakresie temperatur 1451-1623 K w układzie ściskania i zginania w zakresie naprężeń od ok.20 – 130 MPa. Szybkości odkształcania analizowano w funkcji zawartości fazy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  stwierdzając większy, niż to wynika z reguły mieszanin, spadek wartości tej Szybkości. Z doniesień literaturowych wynika, że może być to spowodowane przez znaczne spowolnienie pełzania dyfuzyjnego Coble'a w ziarnach  $\text{Al}_2\text{O}_3$  do których dyfundowały jony  $\text{Zr}^{4+}$  oraz  $\text{Y}^{3+}$ . W ziarnach  $\text{ZrO}_2$  dominuje pełzanie dyfuzyjne Coble'a modyfikowane przez źródła i upływy defektów punktowych jakimi są dyslokacje granic międzyziarnowych; nie można też wykluczyć ruchu dyslokacji wewnątrzziarnowych szczególnie dla większych naprężeń i wyższych temperatur. Zjawiska te prowadzą do poślizgu po granicach ziaren powodującego makroskopowe odkształcenie materiału.

## 1. WSTĘP

Nadplastyczność można zdefiniować jako zdolność materiału do znacznego (przekraczającego nawet 100%) odkształcenia poprzedzającego ostateczne zniszczenie pod wpływem przyłożonego naprężenia. Proces ten zachodzący w podwyższonych temperaturach charakteryzuje się też znaczną szybkością odkształcania tzn. powyżej  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , poniżej tej wartości mówi się już o zjawisku pełzania [1]. Nadplastyczność w tworzywach ceramicznych występuje dla wielkości ziaren  $d < 1 \mu\text{m}$ . Optymalne szybkości odkształcania dla ceramiki, przy których obserwowano największe wydłużenia próbek wynosiły około  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , a maksymalne uzyskane szybkości nie przekraczały  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [2,3].

<sup>1)</sup> Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, 01-919 Warszawa, ul. Wólczyńska 133, e-mail: boniec\_m@sp.itme.edu.pl

Dla celów interpretacji procesów płynięcia nadplastycznego szybkość odkształcania  $d\varepsilon/dt$  można przedstawić w funkcji przyłożonego naprężenia  $s$ , temperatury bezwzględnej  $T$  (K), oraz wielkości ziarna  $d$  w formie [4]:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{A_0 D G b}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad 1)$$

gdzie:  $A_0$  - bezwymiarowa stała,  $D = D_0 \exp(-Q/RT)$  - współczynnik dyfuzji ( $D_0$  - stała dyfuzji,  $Q$  - energia aktywacji,  $R$  - stała gazowa),  $G$  - moduł ścinania,  $b$  - wektor Burgersa,  $d$  - wielkość ziarna  $k$  - stała Boltzmanna,  $p$ ,  $n$  - współczynniki zależne od mechanizmów towarzyszących odkształceniom nadplastycznym.

Wartości współczynników  $p$  i  $n$  wg [5-7] dla różnych mechanizmów pełzania w materiałach polikrystalicznych podaje Tabela 1.

**Tabela 1.** Wartości współczynników  $p$  i  $n$  dla różnych mechanizmów pełzania.

**Table 1.** Values of parameters  $p$  and  $n$  for various creep mechanisms.

Lp.	Mechanizm	$p$	$n$
I.	Mechanizmy dyfuzyjne kontrolowane przez dyfuzję defektów punktowych pomiędzy źródłami i wpływami tych defektów: 1) pełzanie Nabarro-Herringa 2) pełzanie Coble'a	2	1
		3	1
II.	Mechanizmy dyfuzyjne kontrolowane przez emisję/absorpcję defektów punktowych w źródłach i wpływach tych defektów	1	2
III.	Mechanizmy płynięcia w obecności fazy szklistej otaczającej ziarna	1	1
IV	Mechanizmy wspinania się dyslokacji w objętości ziaren	0	3-5

## 2. WŁASNOŚCI NADPLASTYCZNE TWORZYW Z OSNOWĄ $ZrO_2$ LUB $Al_2O_3$ NA PODSTAWIE DANYCH LITERATUROWYCH

Najwięcej opublikowanych prac dotyczących nadplastyczności ceramiki jest poświęconych ceramice cyrkonowej  $ZrO_2$  w fazie tetragonalnej stabilizowanej 3 mol%  $Y_2O_3$  oznaczanej jako 3Y-TZP, ceramice korundowej  $Al_2O_3$  oraz kompozytom korundowo-cyrkonowym.

W tabeli 2 podano wybrane z literatury wartości parametrów  $p$  i  $n$  dla ceramiki 3Y-TZP, a w tabeli 3 dla ceramiki korundowej.

**Tabela 2.** Wartości parametrów  $n$  i  $p$  dla ceramiki cyrkonowej 3Y-TZP na podstawie literatury.  
**Table 2.** Values of parameters  $p$  and  $n$  for zirconia (3Y-TZP) from literature.

Lp.	$n$	$p$	Zakres naprężeń (MPa)	Temperatura pomiaru (K)	wielkość ziaren ( $\mu m$ )	Typ testu	odnośnik literaturowy
1	1,5 – 3	1,5 – 4	1 – 500	1323-1923	0,3-2,3	Z,Ś,RO	[8]
2	3 2	1 3	3,1 – 50 50 – 240	1623-1723	0,41-1,2	Ś	[9]
3	1,3 5,0 2,7	1,8 0,4 2,2-3,0	0,8 – 9 9-16 16-80	1573-1673	0,35-1,0	RO	[10]
4	1,9 1,2 7,0	2,5 2,7 0	10-20 20-200 200-300	1673	0,37-1,2	Ś	[11]
5	2,5-3,0	-	5-150	1448-1623	0,47	Z,Ś,RO	[12]

gdzie: Z – zginanie, Ś – ściskanie, Ro – rozciąganie. Podane zakresy naprężeń odpowiadają najmniejszym podanym wielkościom ziaren z wyjątkiem próbki 4, gdzie odnoszą się one do wielkości ziaren  $d > 0.6 \mu m$ . Dla większych ziaren podane zakresy przesuwają się w kierunku wyższych wartości naprężeń.

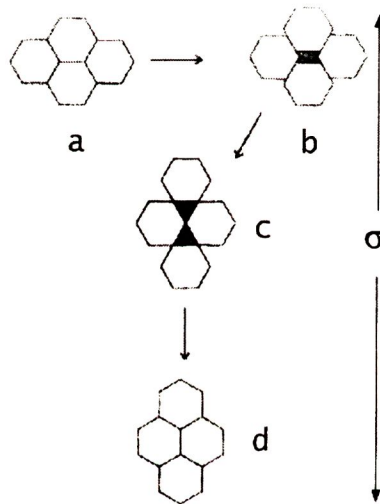
W przypadku kompozytów korundowo-cyrkonowych wartości parametrów  $n$  i  $p$  są w przedziale odpowiednio od 1 do 3,2 i 0,6 do 3 w zależności od zawartości obu faz oraz zakresu zastosowanych naprężeń [14,15]. Z reguły dla matryc  $ZrO_2$   $n \approx 3$  szczególnie dla mniejszych naprężeń ( $< 20$  MPa), a dla matryc  $Al_2O_3$   $n$  zbliżone jest do 1.

Jako główny mechanizm odpowiedzialny za płynięcie nadplastyczne uważa się obecnie [2-4, 9] poślizg po granicach ziaren w skrócie oznaczany jako GBS (*grain boundary sliding*). Ilustrację GBS przedstawiono modelowo na rys. 1 [16].



**Tabela 3.** Wartości parametrów  $n$  i  $p$  dla ceramiki korundowej na podstawie literatury.  
**Table 3.** Values of parameters  $p$  and  $n$  for alumina from literature.

Lp,	$n$	$p$	Zakres naprężenia (MPa)	Temperatur a pomiaru (K)	wiekos ziaren ( $\mu\text{m}$ )	Typ testu	Źródło literaturowy
1	1,2-1,4	2,8	7 – 152	1723-1823	2 – 5	ś,RO	[13] dane własne autorów
2	1 – 3,7	1,9 –3,6	3 – 150	1423-1923	0,4- 15	RO	[13] dane zebrane z wcześniejszej literatury



**Rys. 1.** Modelowa prezentacja mechanizmu GBS, (a) stan początkowy, (b) i (c) stany pośrednie, (d) stan końcowy.

**Fig. 1.** Model of grain boundary sliding (GBS): (a) initial state, (b) and (c) intermediate states, (d) final state.

Grupa czterech heksagonalnych ziaren poddana jest działaniu rozciągającego naprężenia. W wyniku tego w stanie końcowym (d) para ziaren stykających się ze sobą w stanie początkowym (a) zostaje rozdzielona a para ziaren rozdzielonych połączona. Cała struktura wydłuża się w kierunku działania naprężenia, ale kształt i wielkość ziaren się nie zmienia. W stanach pośrednich



(b) i (c) pomiędzy ziarnami powstają pustki, ale wskutek dyfuzyjnego przemieszczania się materii wewnątrz ziaren obracają się one i dopasowują do siebie tak, że osiągnany jest stan (d). Mechanizmowi GBS towarzyszy proces tzw. akomodacji przebiegający wewnątrz ziaren. Procesem akomodacji może być pełzanie dyfuzyjne lub ruch dyslokacji przez ziarna. Wśród badaczy nie ma zgodności, który z wymienionych mechanizmów akomodacji jest istotny. Owen i Chokshi [9] zaproponowali mechanizm sekwencyjny tzn. dla niższych naprężeń (tab.2 próbka 2) mechanizm II (tab.1), a dla wyższych naprężeń dyfuzyjne pełzanie, (mechanizm I w tab.1). Autorzy nie sprecyzowali czy chodzi o pełzanie Nabarro-Herringa (objętościowe) czy Coble'a (po granicach ziaren).

Analizy przeprowadzone w pracach [4 - 7] wykazują, że w polikrystalicznych tlenkach metali jak np.  $Al_2O_3$  czy  $ZrO_2$  szybkość pełzania dyfuzyjnego kontrolowana jest przez jon o najniższym w danym zakresie temperatur współczynniku dyfuzji, dyfundujący po najszybszej drodze dyfuzji. W temperaturach  $T < 1700$  K i przy średnicy ziaren  $d < 1$  mm dominujące jest pełzanie Coble'a (dyfuzja wzdłuż granic międzyziarnowych), a o szybkości pełzania decyduje dyfuzja kationów, a więc  $Al^{3+}$  i  $Zr^{4+}$ . Wychodząc z powyższych założeń Berbon i Langdon w [4] opisali przebieg zależności  $de/dt = f(s)$  dla danych Owen'a i Chokshi z [9] (dotyczących  $ZrO_2$ ) równaniem Coble'a zmodyfikowanym przez czynnik  $g(s,d)$ , który dla dużych naprężeń  $s$  i dużych ziaren jest bliski 1, a dla małych ziaren i naprężeń jest dużo mniejszy od 1. Czynnik ten uwzględnia mechanizm II z tab.1. Przyjęto założenie, że źródłami i upływami defektów punktowych są dyslokacje granic międzyziarnowych. Jeżeli gęstość i ruchliwość tych dyslokacji jest niewielka to i szybkość pełzania jest mała. Zależność  $de/dt = f(s)$  ma postać:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{33.4\delta_x D_x}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \sigma g(\sigma, d) \quad 2)$$

gdzie:

$$g(\sigma, d) = \frac{N^2}{N^2 + 0.5} \quad 3)$$

$\delta_x$  - grubość granicy międzyziarnowej,  $D_x$  - współczynnik dyfuzji jonu  $x$ ,  $N$  - jest liczbą dyslokacji na granicy międzyziarnowej pojedynczego ziarna i opisywana jest wzorem [4]:

$$N = \frac{\sigma d}{Gb} \quad 4)$$

gdzie:  $d$ ,  $G$  i  $b$  zdefiniowano wcześniej.

Wyniki uzyskane w pracy [12] dla  $ZrO_2$  i  $Al_2O_3$  również spełniały zależność (2).

Z kolei Morita i Hiraga [10] twierdzą na przykładzie ceramiki 3Y-TZP badanej w 1673 K, że dla niskich naprężeń  $< 9$  MPa (patrz tab.2) podstawowym mechanizmem akomodacji jest pełzanie Nabarro-Herringa, w zakresie naprężeń  $9 < \sigma < 16$  MPa rozpoczyna się proces generacji dyslokacji wewnątrzziarnowych dyslokacji, a powyżej 16 MPa płynięcie tych dyslokacji jest głównym mechanizmem akomodacji poślizgu po granicach ziaren. Twierdzenia powyższe opierają na wynikach obserwacji odkształconych nadplastycznie próbek za pomocą elektronowego mikroskopu transmisyjnego.

Rozważane powyżej mechanizmy dotyczące płynięcia nadplastycznego w materiałach jednofazowych można odnieść do kompozytów korundowo-cyrkonowych z uwzględnieniem oddziaływań dwóch lub więcej faz podczas procesu deformacji. W pracach [14,15] stwierdzono, że w miarę wzrostu zawartości  $Al_2O_3$  maleje szybkość deformacji kompozytu w porównywalnych warunkach (tzn. przy tym samym naprężeniu i w tej samej temperaturze) oraz że energia aktywacji  $Q$ , która dla 3Y-TZP przyjmuje wartości od 480 do 580 kJ/mol [9-12] dla kompozytu wzrasta do ok. 700 kJ/mol. W pracy [17] stwierdzono, że w domieszkowanym ( $Y_2O_3$ , lub  $La_2O_3$ , lub  $Lu_2O_3$  na poziomie 0.045 mol%)  $Al_2O_3$  szybkość płynięcia maleje ponad 100 razy w porównaniu z niedomieszkowanym, a energia aktywacji rośnie od 410 kJ/mol dla czystego korundu do ok. 800 kJ/mol dla domieszkowanego. Podobny efekt wywołuje domieszkowanie korundu tlenkiem cyrkonu na poziomie 1000 ppm [18]. Efekt ten autorzy [17-18] tłumaczą wydzielaniem się jonów Y, La, Lu i Zr na granicach ziaren  $Al_2O_3$  co redukuje znacznie szybkość dyfuzji jonów Al po tych granicach. Badania mikrosondą rentgenowską (EDS) składu chemicznego na granicach ziaren w kompozycie korundowo-cyrkonowym w [15] po odkształceniu nadplastycznym ujawniły dyfuzję jonów Zr i Y do ziaren  $Al_2O_3$  co może prowadzić do efektu ograniczenia dyfuzji jonów Al po granicach ziaren, a tym samym do zmniejszenia prędkości płynięcia nadplastycznego kompozytu.

### 3. CEL PRACY

W pracy niniejszej prezentowane są wyniki badań płynięcia nadplastycznego kompozytu korundowo-cyrkonowego o zawartości objętościowej od 10 do 86%  $Al_2O_3$ . Jest to kontynuacja wcześniejszych badań zjawiska nadplastyczności prowadzonych w ramach realizacji projektu badawczego [19] dla ceramiki 3Y-TZP ( $ZrO_2$  stabilizowanego 3 mol%  $Y_2O_3$ ) oraz  $Al_2O_3$  (wyniki opublikowano w [12]). Celem tej pracy jest ustalenie czy w zakresie stosowanych w [19]



temperatur (1450-1623 K) mamy do czynienia ze zjawiskiem nadplastyczności oraz jakie mechanizmy odkształcania tu występują.

## 4. METODYKA BADAŃ

### 4.1. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Przygotowano dwa rodzaje kompozytów: zestaw 1 z ceramiką 3Y-TZP i drugi z 2Y-TZP ( $ZrO_2$  stabilizowany 2mol%  $Y_2O_3$ ). Zestaw 1 przygotowywano w następujący sposób:

Proszek  $Al_2O_3$  (AKP-53, Sumitomo Chemicals Co.) i  $ZrO_2$  (3Y-TZP - stabilizowany 3mol%  $Y_2O_3$ , Tosoh Co.) – oba o zawartości składnika głównego ok. 99,99% i wielkości ziaren ok. 0,3mm. - były mieszane ze sobą w odpowiednich proporcjach tak aby otrzymać kompozyty o składach odpowiednio 20, 40, 60, 80 wag.%  $ZrO_2$  (oznaczonych odpowiednio Al20, Al40, Al60 i Al80). Przygotowano również próbki z czystej ceramiki korundowej i cyrkonowej. Sprasowane jednoosiowo (pod ciśnieniem 20 MPa), a następnie izostaticznie (pod ciśnieniem 120 MPa) płytki spiekano w powietrzu w temperaturze 1773 K przez 2 godziny, a następnie cięto i szlifowano na odpowiedni wymiar. W tabeli 4 przedstawiono otrzymane próbki.

**Tabela 4.** Zestaw 1 kompozytów  $Al_2O_3$ - $ZrO_2$  oraz ceramiki jednoskładnikowe.

**Table 4.** The batch 1 of alumina-zirconia components and the end-constituents.

Oznaczenie	$V_1$	$d_{Al_2O_3}$ ( $\mu m$ )	$d_{ZrO_2}$ ( $\mu m$ .)	$\rho$ ( $g/cm^3$ )	% gęstości teoretycznej
Al00	1	0,87 (0,49)	-	3,91	98,2
Al20	0,86	0,37 (0,19)	0,33 (0,19)	4,21	98,4
Al40	0,70	0,35 (0,09)	0,27 (0,17)	4,56	98,8
Al60	0,50	0,30 (0,08)	0,22 (0,19)	4,88	96,8
Al80	0,28	0,31 (0,06)	0,18 (0,04)	5,35	97,2
3Y-TZP	0	-	0,47 (0,13)	6,05	99,2

gdzie:  $V_1$  oznacza zawartość obj.  $Al_2O_3$ ,  $d_{Al_2O_3}$  i  $d_{ZrO_2}$  wielkość ziaren (liczby w nawiasach odchylenia standardowe), a  $\rho$  - gęstość. Wartości  $d$  szacowano za pomocą analizatora obrazu na wypolerowanych i wytrawionych powierzchniach próbek.

Zestaw 2 (tab. 5) przygotowywano w podobny sposób co zestaw 1 z tym, że składy dobierano objętościowo i spiekano w temperaturze 1873 K przez 2 h w powietrzu (ceramikę 2Y-TZP spiekano w 1773K przez 2h).



**Tabela 5.** Zestaw 2 kompozytów  $Al_2O_3$ - $ZrO_2$  i 2Y-TZP.**Table 5.** The batch 2 of alumina zirconia composites and 2Y-TZP.

Oznaczenie	$V_1$	$d_{Al_2O_3}$ ( $\mu m$ )	$d_{ZrO_2}$ ( $\mu m$ )	$\rho$ ( $g/cm^3$ )	% gęstości teoretycznej
2Y-TZP	0	-	0,48 (0,23)	6,09	1,0
A	0,1	0,39 (0,12)	0,51 (0,33)	5,82	0,99
B	0,2	0,46 (0,19)	0,57 (0,36)	5,62	0,99
C	0,4	0,55 (0,22)	0,42 (0,19)	5,20	0,99
D	0,6	0,83 (0,28)	0,40 (0,16)	4,80	0,99
E	0,8	1,14 (0,41)	0,36 (0,12)	4,38	0,99

Wyniki pomiarów własności mechanicznych kompozytów w temperaturze pokojowej kompozytów z zestawu 1 opublikowano w [20], a z zestawu 2 w [21].

#### 4.2. POMIARY SZYBKOŚCI ODKSZTAŁCANIA PRÓBEK W FUNKCJI OBCIĄŻENIA I TEMPERATURY

Pomiary płynięcia nadplastycznego prowadzono stosując dwa rodzaje obciążeń: zginanie czteropunktowe i ściskanie w funkcji obciążenia i temperatury. Próby przeprowadzono w powietrzu w zakresie temperatur od 1451 do 1623 K na maszynie wytrzymałościowej ZWICK 1446 z zamontowanym piecem z crucylnym elementem grzewczym i sterowaniem pozwalającym na utrzymaniu żądanej temperatury w zakresie  $\pm 1$  K. Pomiary w temperaturze 1623 K przeprowadzono jedynie na próbkach na ściskanie stosując wstawioną do pieca osobno zasilaną grzałkę z  $ZrO_2$ . Obciążenie do próbek przykładano za pomocą popychaczy wykonanych z technicznej ceramiki korundowej; elementy uchwytów bezpośrednio stykające się z próbkami (podpory górne i dolne przy zginaniu oraz przekładki przy ścisaniu zostały wykonane z SiC). Pomiar realizowano przy stałym zadanym obciążeniu rejestrując zmianę odkształcenia w czasie. Z braku ekstensometru rejestrowano przesuw głowicy maszyny, a następnie na podstawie pomiarów długości próbek przed i po teście na ściskanie obliczano poprawkę. W przypadku zginania popełniany błąd był do pominięcia (na poziomie 1%) gdyż odkształcenie całego układu przykładania obciążenia w wyniku pełzania było o ok.100 razy mniejsze niż ugięcie próbki (ze względu na stosowanie niewielkich sił - maksymalna stosowana siła nie przekraczała 30 N).

Zginanie czteropunktowe wykonywano na próbkach o wymiarach  $l = 30$  mm,  $H = 1$  mm,  $B = 4$  mm przy rozstępie podpór: górnej  $a = 10$  mm, a dolnej

$L = 20$  mm. Według [22] naprężenie  $\sigma$  na rozciąganej powierzchni próbki (w strzałce ugięcia) wynosi:

$$\sigma = C_1 \sigma_0 \quad (5)$$

gdzie:

$$C_1 = \frac{2n+1}{3n} \quad (6)$$

$n$  jest współczynnikiem równania (1)

$$\sigma_0 = \frac{3(L-a)P}{2BH^2} \quad (7)$$

Z kolei odkształcenie  $\varepsilon$  w powyższym miejscu wynosi [22]:

$$\varepsilon = C_2 \delta \quad (8)$$

gdzie:  $\delta$  - ugięcie próbki (w strzałce ugięcia)

$$C_2 = \frac{2H(n+2)}{(L-a)[L+a(n+1)]} \quad (9)$$

Dla  $L/a = 2$   $C_2$  w niewielkim stopniu zależy od  $n$  [18].

Szybkość odkształcania wynosi więc:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = C_2 \frac{d\delta}{dt} \quad (10)$$

W celu wykreślenia zależności  $d\varepsilon/dt = f(\sigma)$  należy przyjąć z góry pewną wartość  $n$ , aby policzyć konkretne wartości  $\sigma$  i  $d\varepsilon/dt$  ze wzorów (5) oraz (10). Jeśli otrzymana z tej zależności wartość  $n$  różni się znacznie od wcześniej przyjętej to obliczenia należy powtórzyć. Odkształcenia dla próbek zginanych są niewielkie; przykładowo dla ugięcia  $\delta = 1$  mm i  $n = 3$   $\varepsilon = 0,017$ .

W przypadku ściskania odkształcenia są znacznie większe co powoduje, że w trakcie próby zwiększa się przekrój badanej próbki. Ponieważ test przeprowadza się pod stałym obciążeniem to w funkcji czasu naprężenie maleje. W związku z tym odpowiednio maleje szybkość odkształcania w funkcji czasu i

wielkości odkształcenia. Dla poprawnego wyznaczenia zależności  $d\varepsilon/dt = f(\sigma)$  trzeba zastosować procedurę zaproponowaną poniżej wg [23].

Odkształcenie  $\varepsilon$  definiuje się jako funkcję logarytmiczną:

$$\varepsilon(t) = \ln \frac{h(t)}{h_0} \quad (11)$$

gdzie:  $h(t)$  - zmieniająca się w trakcie odkształcania wysokość próbki,  $h_0$  - wysokość początkowa.

Naprężenie  $\sigma$  z kolei definiuje się jako funkcję wykładniczą:

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{\varepsilon(t)} \quad (12)$$

gdzie:  $\sigma_0 = P/S_0$  ( $S_0$  - przekrój początkowy próbki).

Na podstawie zarejestrowanych danych doświadczalnych wyznaczano funkcję  $\varepsilon = f(t)$  ze wzoru (11), a potem obliczano jej pochodne po czasie dla wybranych wielkości odkształceń. Następnie ze wzoru (12) wyznaczano odpowiadające im wielkości  $\sigma$ .

Próbki na ściskanie miały kształt prostopadłościanów o wymiarach:  $h_0 = 5$  mm i  $S_0 = 2,5 \times 2,5$  mm<sup>2</sup>.

## 5. WYNIKI POMIARÓW

Na rys. 2 pokazane są przykładowe przebiegi  $\varepsilon(t)$  oraz  $\sigma(t)$  wyznaczone ze wzorów (11 i 12) z danych zarejestrowanych z maszyny wytrzymałościowej dla ściskania w temperaturze 1623 K próbki z tworzywa Al80 i wyliczone z tego  $d\varepsilon/dt = f(\varepsilon)$ . Na rys. 3-6 przedstawiono uzyskane wyniki dla zestawu 1 w postaci wykresów  $d\varepsilon/dt = f(\sigma)$ ,  $d\varepsilon/dt = f(V_1)$  i  $d\varepsilon/dt = f(1/T)$ . W tabelach 6 i 7 zebrano wartości parametrów  $n$  oraz  $\log A$  gdzie (z równania (1) dla  $T = const$ ):

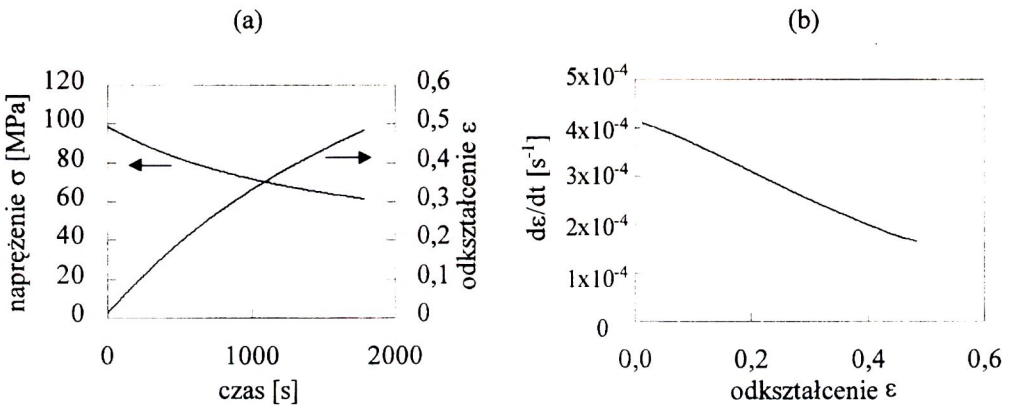
$$A = \frac{A_0 D G b}{k T} \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{1}{G} \right)^n \quad (13)$$

Pomiary w temperaturze 1451K dla ceramiki Al40, Al60 i Al80 oraz w 1553K dla Al100 i Al20 (rys. 4) prowadzono głównie w celu uzyskania trzeciego punktu doświadczalnego do wyznaczenia energii aktywacji  $Q$  (rys. 5). W



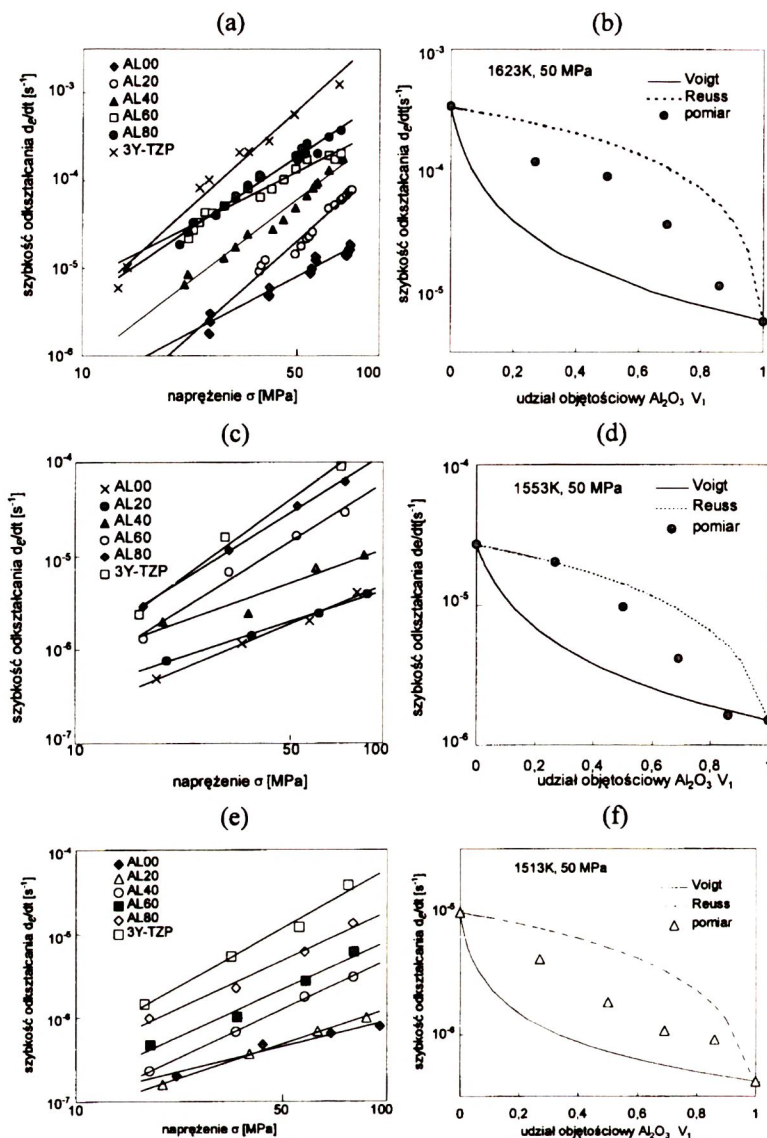
temperaturze 1451K dla ceramik Al00 i Al20 maksymalne prędkości płynięcia nie przekraczały  $1 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ .

Na rys. 6 porównano przebiegi zależności  $d\varepsilon/dt = f(\sigma)$  dla ściskania i zginania dla Al80. Szybkości płynięcia dla zginania są nieco wyższe niż dla ściskania. Uzyskuje się też wyższe wartości parametrów  $n$  (tab. 7). Niemniej różnice nie są aż tak istotne i dlatego przy badaniu innych składów kompozytów w temperaturach  $T < 1623\text{K}$  ograniczono się jedynie do prób zginania. Do analizy wyników pomiarów zastosowano regułę mieszanin [24-25] (szczegółowe omówienie w następnym rozdziale). Wyniki pomiarów dla zestawu 2 przedstawiono na rys. 7 i w tabeli 8.



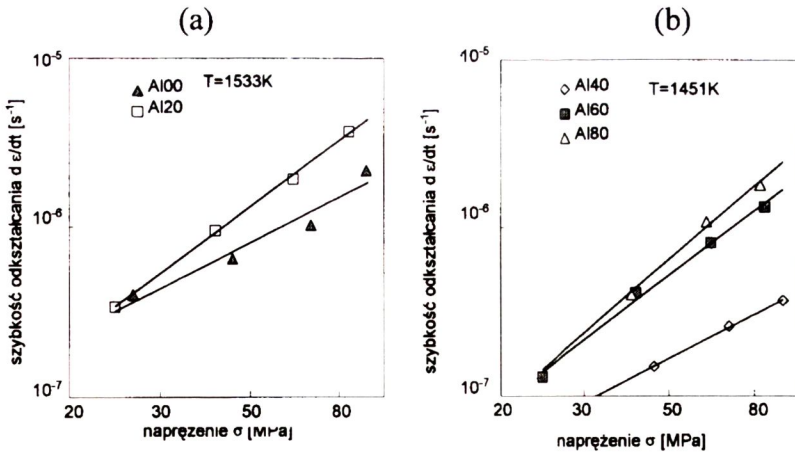
**Rys. 2.** Odkształcenie  $\varepsilon$  i napężenie  $\sigma$  w funkcji czasu (a) oraz wyliczona prędkość odkształcenia  $d\varepsilon/dt$  w funkcji odkształcenia  $\varepsilon$  (b) na przykładzie próbki ściskanej z tworzywa Al80 w temperaturze  $T= 1623$  K.

**Fig. 2.** Plot of strain  $\varepsilon$  and applied stress  $\sigma$  vs time (a) and calculated strain rate  $d\varepsilon/dt$  vs strain  $\varepsilon$  (b) for Al80 sample in compression test at  $T=1623$  K.



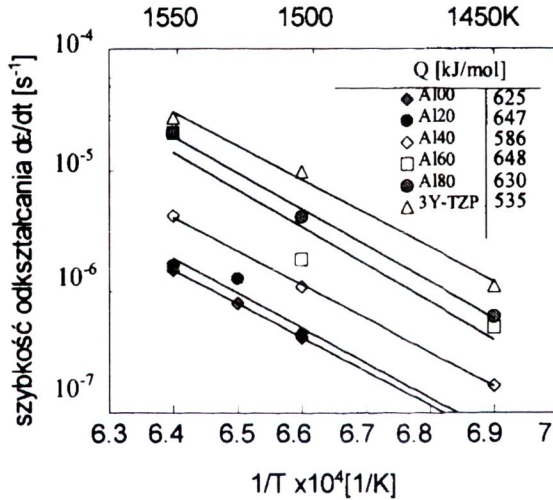
**Rys. 3.** Szybkość płynięcia nadplastycznego  $d\epsilon/dt$  kompozytów korundowo-cyrkonowych z zestawu 1 w funkcji naprężenia  $\sigma$  (a), (c) i (e) oraz udziału objętościowego  $Al_2O_3$  (b), (d) i (f) dla  $\sigma = 50$  MPa. Wykresy (a) i (b) wykonano dla  $T = 1623$  K dla ściskania, a (c), (d), (e) i (f) dla zginania odpowiednio dla  $T = 1553$  K i  $T = 1513$  K. Krzywe na rysunkach (b), (d) i (f) wyznaczono z reguły mieszanin dla modeli Reuss'a i Voigt'a (objaśnienia w tekście).

**Fig. 3.** Plot for alumina-zirconia composites (batch 1) of strain rate  $d\epsilon/dt$  vs stress  $\sigma$  (a), (c), and (e) and alumina volume fraction (b), (d) and (f) for  $\sigma = 50$  MPa. Plots (a) and (b) refer to  $T = 1623$  K and compression test, but the rest refer to  $T = 1553$  and  $1513$  K and bending test. Curves on plots (b), (d) and (f) were calculated from the rule of mixture (for Reuss and Voigt's models, see text).



**Rys. 4.** Szybkość płynięcia nadplastycznego  $d\epsilon/dt$  kompozytów korundowo-cyrykonowych (zestaw 1) w funkcji naprężenia  $\sigma$  w temperaturze 1533 K (a) i 1451 K (b) dla zginania.

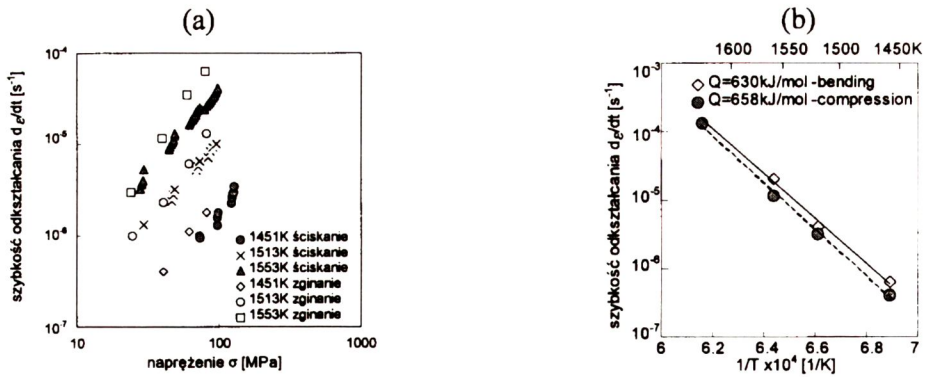
**Fig. 4.** Plot of strain rate  $d\epsilon/dt$  vs stress  $\sigma$  for alumina-zirconia composites (batch 1) at  $T= 1533$  K (a) and 1451 K (b) for bending test.



**Rys. 5.** Szybkość płynięcia nadplastycznego  $d\epsilon/dt$  kompozytów korundowo-cyrykonowych (zestaw 1) w funkcji odwrotności temperatury dla zginania dla  $\sigma = 50$  MPa i wyznaczone stąd wartości energii aktywacji  $Q$ .

**Fig. 5.** Plot of strain rate  $d\epsilon/dt$  vs inverse temperature for bending at  $\sigma = 50$  MPa and calculated hence the activation energies  $Q$  for alumina-zirconia composites (batch 1).





**Rys. 6.** Porównanie wartości  $d\epsilon/dt$  dla ściskania i zginania dla próbek z Al80: (a)  $d\epsilon/dt = f(\sigma)$ , (b)  $d\epsilon/dt = f(1/T)$ .

**Fig. 6.** Comparison compression and bending data for Al80: (a)  $d\epsilon/dt = f(\sigma)$ , (b)  $d\epsilon/dt = f(1/T)$ .

**Tabela 6.** Parametry płynięcia nadplastycznego zestawu 1 dla różnych temperatur.

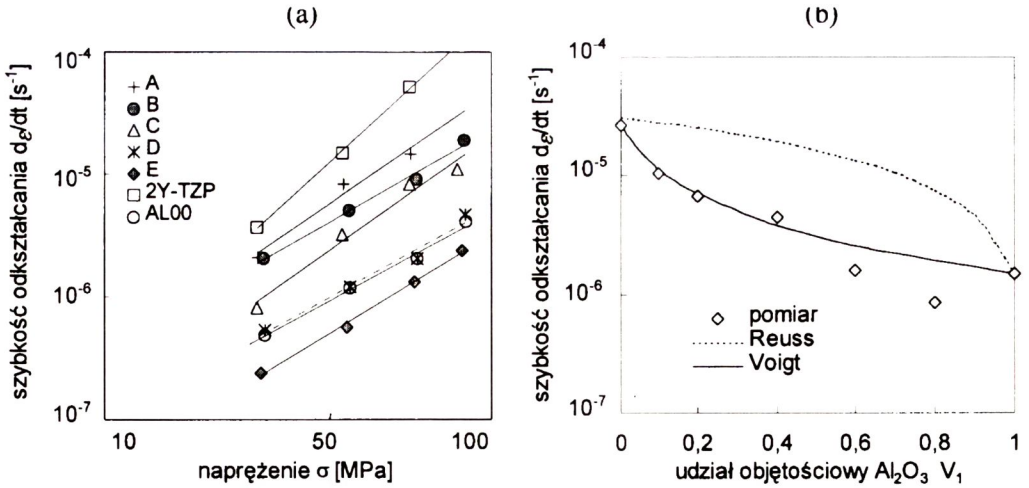
**Table 6.** Parameters of superplastic flow for batch 1 at different temperatures.

	Zginanie 1451K		Zginanie 1533K		Zginanie 1513K		Zginanie 1553K		ściskanie 1623K	
Material	<i>n</i>	log A	<i>n</i>	log A	<i>n</i>	log A	<i>n</i>	log A	<i>n</i>	log A
3Y-TZP	2,69	-10,52			2,60	-9,43	2,98	-9,63	2,79	-8,22
Al80	2,17	- 9,89			2,15	-9,04	2,56	-9,04	2,07	-7,45
Al60	1,92	- 9,55			2,12	-9,34	2,56	-9,36	1,57	-6,71
Al40	1,31	- 9,00			2,18	-9,67	1,46	-7,86	2,36	-8,46
Al20			1,94	-9,19	1,53	-8,96	1,35	-8,08	2,76	-9,64
Al00			1,33	-8,36	1,13	-8,30	1,71	-8,73	1,64	-8,03

**Tabela 7.** Porównanie parametrów płynięcia nadplastycznego dla tworzywa Al80 dla zginania i ściskania.

**Table 7.** Comparison of superplastic flow parameters for Al80 for bending and compression tests.

Rodzaj obciążenia	T (K)	n	logA
zginanie	1451	2,17	-9,89
	1513	2,15	-9,04
	1553	2,56	-9,04
Ściskanie	1451	2,09	-9,94
	1513	1,73	-8,46
	1553	1,86	-8,10



**Rys. 7.** Szybkość płynięcia nadplastycznego  $d\epsilon/dt$  dla zestawu 2 kompozytów korundowo-cykonowych w funkcji naprężenia  $\sigma$  (a) i udziału objętościowego  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) dla  $\sigma = 50$  MPa i  $T = 1553$  K w teście na zginanie. Jako punkt dla udziału objętościowego  $V_1 = 1$  przyjęto wartość dla AL00 z Rys. 3d.

**Fig. 7.** Plot for alumina-zirconia composites (batch 2) of strain rate  $d\epsilon/dt$  vs stress  $s$  and alumina volume fraction  $V_1$  (b) for  $\sigma = 50$  MPa at  $T = 1553$  K for bending test. For  $V_1 = 1$  the value of AL00 from Fig. 3d is given.

**Tabela 8.** Parametry płynięcia nadplastycznego dla zestawu 2 i 2Y-TZP dla  $T = 1553$  K dla zginania.

**Table 8.** Parameters of superplastic flow for batch 2, and 2Y-TZP at  $T = 1553$  K for bending.

Material	2Y-TZP	A	B	C	D	E
$n$	2,87	2,15	1,80	2,21	1,72	1,91
$\log A$	-9,38	-8,64	-8,22	-9,11	-8,73	-9,32

## 6. Dyskusja wyników

Najbardziej znaną a zarazem najprostszą metodą przewidywania własności kompozytów na podstawie własności składników wyjściowych jest reguła mieszanin w skrócie ROM od angielskiego *rule of mixtures*. W ROM istnieją dwa modele: zakładające, że każda faza kompozytu poddana jest takim samym naprężeniom (model Reuss'a) lub takim samym odkształceniom (model Voigt'a). Dla modelu Reuss'a szybkość płynięcia dwuskładnikowego kompozytu  $d\epsilon/dt$  wynosi [24-25]:

$$d\varepsilon/dt = V_1(d\varepsilon_1/dt) + V_2(d\varepsilon_2/dt) = V_1(A_1\sigma^{n_1}) + (1-V_1)(A_2\sigma^{n_2}) \quad (14)$$

gdzie: indeksy odnoszą się odpowiednio do składnika 1 i 2.

Dla modelu Voigt'a przyłożone do kompozytu naprężenie  $\sigma$  powodujące płynięcie można przedstawić jako:

$$\sigma = V_1\sigma_1 + V_2\sigma_2 = V_1(d\varepsilon/dt/A_1)^{1/n_1} + (1-V_1)(d\varepsilon/dt/A_2)^{1/n_2} \quad (15)$$

gdzie:  $\sigma_1$  i  $\sigma_2$  - naprężenia w składnikach 1 i 2.

Z zależności (15) nie da się w sposób analityczny wyznaczyć  $d\varepsilon/dt = f(V_1)$ . Można za to wyznaczyć zależność  $V_1 = f(d\varepsilon/dt)$  [24,25].

$$V_1 = \frac{\sigma - \left( \frac{d\varepsilon/dt}{A_2} \right)^{1/n_2}}{\left( \frac{d\varepsilon/dt}{A_1} \right)^{1/n_1} - \left( \frac{d\varepsilon/dt}{A_2} \right)^{1/n_2}} \quad (16)$$

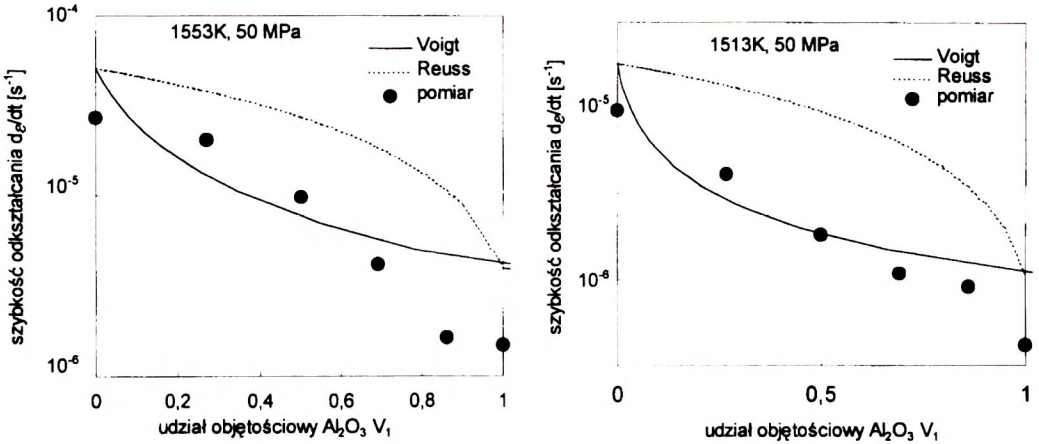
Podstawiając następnie w równaniu (16) wartości  $d\varepsilon/dt$  mieszczące się w przedziale  $d\varepsilon_1/dt$  i  $d\varepsilon_2/dt$  dla wybranego naprężenia  $\sigma$  otrzymujemy odpowiadające im wartości  $V_1$  i stąd można graficznie wyznaczyć poszukiwaną zależność  $d\varepsilon/dt = f(V_1)$ .

Przebiegi krzywych wg modeli Voigt'a i Reuss'a wyznaczono ze wzorów (14 i 16) na podstawie parametrów  $A$  i  $n$  równania (1) dla tworzyw obu zestawów dla  $\sigma = 50\text{MPa}$ . Jak widać z rys. 3 (b, d i f) w ten sposób wyliczone granice wartości szybkości odkształcenia nadplastycznego obejmują prawie wszystkie punkty doświadczalne dla kompozytów zestawu 1. Charakterystyczne też jest to, że odwrotnie jak to ma miejsce dla innych właściwości mechanicznych, dolną granicę wyznacza się tu z modelu Voigt'a a górną z Reuss'a co wynika z zależności (1) pomiędzy szybkością odkształcenia i przyłożonym naprężeniem. Wątpliwości co do zastosowanej procedury budzi fakt, że wielkości ziaren dla Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i 3Y-TZP są większe niż w kompozytach (tab. 4). Parametr  $A$  (wzór (13) jest funkcją wielkości ziarna  $d$  i jest zależny, podobnie jak wykładnik  $n$ , od mechanizmów towarzyszących płynięciu. Na rys. 8 położenie punktów dla czystych składników wyliczono przy założeniu że  $p = 1$  oraz, że wielkości ziaren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i ZrO<sub>2</sub> są takie jak dla kompozytu. Przyjęto następujące średnie wartości wielkości ziaren:  $d_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 0.33 \mu\text{m}$ ,  $d_{\text{ZrO}_2} = 0.25 \mu\text{m}$ . (Wartości te wyliczono biorąc pod uwagę średnie wielkości ziaren dla tworzyw Al20 do Al80 w tab. 4).

Okazuje się jednak, że wówczas poniżej dolnej granicy wyznaczonej z modelu Voigt'a znajdują się punkty doświadczalne dla  $V_1 > 0.5$ . Dla  $p = 2$  wszystkie punkty doświadczalne znajdują się poniżej tej granicy. Z kolei w przypadku zestawu 2 (rys. 7) wielkości ziaren czystych składników są zbliżone



do tych w kompozycie (tab. 5). Dodanie do  $ZrO_2$  10 obj.%  $Al_2O_3$  powoduje już znaczny spadek szybkości odkształcania nadplastycznego. Dla zawartości 60 obj.%  $Al_2O_3$  (próbka D) przebieg  $d\varepsilon/dt = f(\sigma)$  jest dokładnie taki sam jak dla czystego korundu (A100) zaś próbka E (80 obj.%  $Al_2O_3$ ) odkształca się już wolniej niż A100. Punkty doświadczalne dla  $V_1 < 0.5$  znajdują się w pobliżu dolnej granicy wyznaczonej regułą mieszanin.



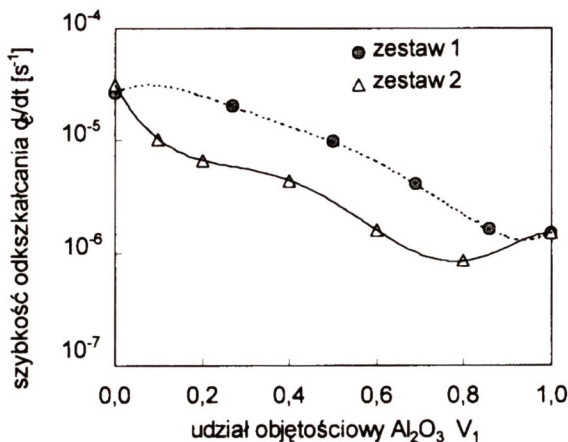
**Rys.8.** Szybkość płynięcia nadplastycznego  $d\varepsilon/dt$  zestawu 1 w funkcji udziału objętościowego  $Al_2O_3$   $V_1$ . Krzywe wykreślone przy uwzględnieniu rzeczywistej wielkości ziaren w kompozycie (objaśnienia w tekście).

**Fig.8.** Plot of strain rate  $d\varepsilon/dt$  vs  $V_1$ . The curves were derived using the grain size of the composite (batch 1).

Na rys. 9 porównano zależność  $d\varepsilon/dt = f(V_1)$  dla zestawów 1 i 2 dla  $T = 1553$  K w teście zginania (patrz rys. 3d i 7b). Krzywa dla zestawu 1 leży powyżej krzywej dla zestawu 2 co w oczywisty sposób wiąże się z wielkością ziaren obu zestawów. Ponieważ dla ceramiki 3Y-TZP i 2Y-TZP szybkość odkształcania w tych samych warunkach i dla tych samych wielkości ziaren jest prawie jednakowa można więc na podstawie rys. 9 wyznaczyć współczynnik  $p$  (równanie (1)) dla kompozytów korundowo-cyrykonowych. Na podstawie tab.4 i 5 wliczono średnie wielkości ziaren dla zestawu 1 i 2 (uwzględniając zawartość każdego składnika). Współczynnik  $p$  wyliczono ze wzoru (17) otrzymanego z przekształcenia (1):

$$p = \frac{\log(d\varepsilon_1 / dt) - \log(d\varepsilon_2 / dt)}{\log d_2 - \log d_1} \quad (17)$$

gdzie:  $de_1/dt$  i  $de_2/dt$  – odpowiednio prędkości odkształceń zestawu 1 i 2,  $d_1$  i  $d_2$  odpowiednio uśrednione wielkości ziaren zestawu 1 i 2. W tab. 9 zestawiono uśrednione wielkości ziaren oraz odpowiadające im wartości  $p$  wyliczone z (17) dla poszczególnych zawartości  $V_1$  zestawu 2.



**Rys.9.** Porównanie zależności  $d\epsilon/dt = f(V_1)$  dla obu badanych zestawów kompozytów dla temperatury 1553 K, naprężenia  $\sigma=50$  MPa (zginanie).

**Fig.9.** Comparison of  $d\epsilon/dt = f(V_1)$  for two studied batches of composites at  $T= 1553$  K and  $\sigma= 50$  MPa.

**Tabela 9.** Wyliczone wartości parametru  $p$ .

**Table 9.** Calculated values of the parameter  $p$ .

$V_1$	$d_1$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_2$ ( $\mu\text{m}$ )	$p$
0,1	0,22	0,50	1,1
0,2	0,22	0,55	1,3
0,4	0,26	0,47	1,9
0,6	0,33	0,66	2,0
0,8	0,36	0,98	0,76

Gdzie:  $d_x = V_{x1}d_{Al_2O_3} + (1-V_{x1})d_{ZrO_2}$  dla  $x = 1$  lub 2. Wartości  $d_1$  odpowiadają kompozytom z zestawu 1, odpowiednio zawartości  $V_1 = 0,27, 0,5, 0,69$  i  $0,86$  ( $d_1 = 0,22 \mu\text{m}$  powtórzono dwukrotnie).

Analiza rys. 3, rys. 7 i rys. 8 pokazuje, że możliwość zastosowania reguły mieszanin do przewidywania szybkości płynięcia nadplastycznego w kompozytach zestawu 1 wynikała z jednoczesnego wystąpienia dwóch działających przeciwnie zjawisk: mniejszego rozrostu ziaren w kompozycie niż w wyjściu-

wych składnikach, oraz znacznego wzrostu odporności kompozytu na płynięcie nadplastyczne wskutek obecności ziaren  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . W zestawie 2 uzyskano ziarna porównywalne i w tym wypadku reguła mieszanin nie nadaje się do przewidywania wartości prędkości odkształcania kompozytu, przynajmniej dla  $V_f > 0.5$ .

Otrzymane wyniki nie dają jednoznacznej odpowiedzi na pytanie jakie mechanizmy odpowiadają za płynięcie nadplastyczne w kompozytach korundowo-cyrkonowych. Zgodnie z tym co stwierdzono w rozdz.2 głównym mechanizmem płynięcia nadplastycznego w ceramice jest poślizg po granicach ziaren (GBS). Towarzyszy temu proces tzw. akomodacji przebiegający wewnątrz ziaren. Znane mechanizmy tej akomodacji przedstawiono w tab. 1 we Wstępie i charakteryzują się one różnymi wartościami współczynników  $n$  i  $p$ . Zebrane w tab. 6 i 8 wartości  $n$  zmieniają się w funkcji zawartości  $\text{Al}_2\text{O}_3$  od ok. 3 dla  $\text{ZrO}_2$  do mniej niż 2 dla korundu. Współczynnik  $p$  dla kompozytów (tab. 9) mieści się w przedziale od 1 do 2 (z wyjątkiem kompozytu E). Wartości energii aktywacji  $Q$  dla kompozytów są większe niż dla  $\text{ZrO}_2$  (rys. 5), oraz zwykle większe niż dla  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [13] (wartość dla Al100 należy uznać za zawyżoną). Wyniki w tej pracy uzyskano dla zakresu naprężeń 20 – 130 MPa, czyli wg przyjętej w niektórych pracach np. [10] skali odnoszą się do naprężeń wysokich. Na podstawie tab. 1, przeglądu literatury światowej zaprezentowanego w rozdz.2, oraz badań własnych, można zaproponować następujące mechanizmy akomodacji poślizgu po granicach ziaren:

- w ziarnach  $\text{ZrO}_2$  występuje pełzanie Coble'a modyfikowane przez źródła i upływ defektów punktowych jakimi są dyslokacje granic międzyziarnowych. W świetle ostatnich badań [10] nie można też wykluczyć udziału poślizgu dyslokacji wewnątrzziarnowych w procesie akomodacji. W ziarnach  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dominuje pełzanie Coble'a silnie osłabione przez jony Zr oraz Y dyfundujące do granic ziaren  $\text{Al}_2\text{O}_3$  w czasie procesu spiekania kompozytu, a także jego odkształcania w wysokich temperaturach. Powoduje to nieproporcjonalny do udziału objętościowego korundu spadek szybkości odkształcania nadplastycznego kompozytu.

## 7. WNIOSKI KOŃCOWE

W pracy przebadano dwa zestawy kompozytów korundowo-cyrkonowych: zestaw 1 z  $\text{ZrO}_2$  stabilizowanym 3 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  i zestaw 2 stabilizowany 2 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Zawartość objętościowa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zawierała się w granicach od 10-86%. Próbki odkształcano w zakresie temperatur 1451-1553K w teście na zginanie, w 1623 K w teście na ściskanie i na wybranym składzie kompozytu



z zestawu 1 w temperaturze 1553 K na ściskanie w zakresie naprężeń od ok. 20 do 130 MPa. Zestaw 2 badano w temperaturze 1553 K na zginanie.

Stwierdzono że:

- zawartość  $Y_2O_3$  (przynajmniej w badanym zakresie 2-3 mol%) nie ma wpływu na prędkość odkształcania nadplastycznego  $ZrO_2$ ,
- prędkości odkształcania dla próbek zginanych są nieznacznie większe niż dla odkształcanych w tych samych warunkach próbkach w teście na ściskanie,
- zgodnie z definicją podaną we Wstępie nadplastycznie (z prędkością większą niż  $1 \times 10^{-5}$ ) odkształcały się próbki zestawu 1 o zawartości  $Al_2O_3$  nie większej niż 70%, w temperaturze 1623 K. W temperaturze 1553 K, o płynięciu nadplastycznym można mówić jedynie w przypadku naprężeń większych od 50 MPa i zawartości  $Al_2O_3$  nie większej niż 50%. W temperaturach niższych mamy do czynienia z pełzaniem.
- podatność na odkształcenie nadplastyczne maleje nieproporcjonalnie dużo w funkcji zawartości  $Al_2O_3$  co poddaje w wątpliwość zastosowanie reguły mieszanin do przewidywania szybkości odkształcania w funkcji składu kompozytu,
- zgodnie z powszechnie przyjętym poglądem, jako główny mechanizm płynięcia nadplastycznego należy przyjąć poślizg po granicach ziaren. Akomodacja tego procesu wewnątrz ziaren  $ZrO_2$  przebiega przez pełzanie Coble'a modyfikowane przez źródła i upływy defektów punktowych jakimi są dyslokacje granic międzyziarnowych; nie można też wykluczyć udziału poślizgu dyslokacji wewnątrzziarnowych szczególnie dla większych naprężeń i wyższych temperatur. W ziarnach  $Al_2O_3$  dominuje pełzanie Coble'a silnie osłabione przez jony Zr oraz Y dyfundujące do granic ziaren  $Al_2O_3$  w czasie procesu spiekania kompozytu, a także jego odkształcania w wysokich temperaturach.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Jakowluk A.: Procesy pełzania i zmęczenia w materiałach, WNT Warszawa, (1993) 484 s.
- [2] Chokshi A. H., Mukherjee A. K. Langdon T. G.: Superplasticity in advanced materials. *Mater. Sci. Eng.*, R10 (1993) 237- 274
- [3] Chen I-Wei and Xue L.An: Development of superplastic structural ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [9] (1990) 2585 – 2609
- [4] Berbon M.Z., Langdon T.G.: An examination of the flow process in superplastic yttria-stabilized tetragonal zirconia. *Acta Mater.* 47, 8 (1999) 2485-2495
- [5] Pampuch R.: Materiały ceramiczne zarys nauki o materiałach nieorganiczno-niemetalicznych, PWN, Warszawa, 1988, 434 s.
- [6] Cannon R., Langdon T.G.: Review: Creep of ceramics, Part 2 An examination of flow mechanisms. *J. Mater. Sci.*, 23 (1988) 1 –20

- [7] Chokshi A. H., Langdon T.G.: Characteristic of creep deformation in ceramics. *Mater. Sci. Techn.*, 7 (1991) 577-584
- [8] Chokshi A.H.: Superplasticity in fine grained ceramics and ceramics composites: current understanding and future prospects. *Mater. Sci. Eng.*, A166 (1993) 119-133
- [9] Owen D.M., Chokshi A.H.: The high temperature mechanical characteristic of superplastic 3 mol % yttria stabilized zirconia. *Acta Mater.* 46, 2 (1998) 667 – 679
- [10] Morita K., Hiraga K.: Critical assessment of high-temperature deformation and deformed microstructure in high-purity tetragonal zirconia containing 3 mol% yttria. *Acta Mater.* 50 (2002) 1075-1085
- [11] Charit I., Chokshi A.H.: Experimental evidence for diffusion creep in the superplastic 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia. *Acta Mater.* 49 (2001) 2239-2249
- [12] Boniecki M., Librant Z., Gładki A., Tomaszewski H., Wesołowski W.: Płynięcie nadplastyczne w tworzywach ceramicznych na bazie  $ZrO_2$  i  $Al_2O_3$ . *Ceramika (Ceramics)* 65 (2001) *Polski Biuletyn Ceramiczny PAN*, 101-109
- [13] Kottada R.S., Chokshi A.H.: The high temperature tensile and compressive deformation characteristics of magnesia doped alumina. *Acta Mater.* 48 (2000) 3905-3915
- [14] Owen D.M.: Characteristics of superplastic deformation in dual phase alumina-zirconia composites. *Mater. Sci. Forum* 243-245 (1997) 405-410
- [15] Clarisse L., Baddi R., Bataille A., Crampon J., Duclos R., Vicens J.: Superplastic deformation mechanisms during creep of alumina-zirconia composites. *Acta Mater.*, 45, 9 (1997) 3843-3853
- [16] J.N. Wang: An investigation of the deformation mechanism in grain size-sensitive newtonian creep. *Acta Mater.* 48 (2000) 1517-1531
- [17] Yoshida H., Ikahura Y., Sakuma T.: High-temperature creep resistance in rare-earth-doped, fine-grained  $Al_2O_3$ . *J. Mater. Res.*, 13, 9 (1998) 2597-2601.
- [18] Wakai F., Nagano T., Iga T.: Hardening in creep of alumina by zirconium segregation at the grain boundary. *J. Am. Ceram. Soc.*, 80, [9] (1997) 2361-2366
- [19] Boniecki M., Librant Z., Gładki A., Węglarz H.: Badanie zjawisk deformacji i nadplastyczności w tworzywach ceramicznych w podwyższonych temperaturach przy różnych rodzajach obciążenia. Sprawozdanie z realizacji projektu badawczego KBN nr 7 T08D 031 14, Warszawa 2000 r.
- [20] Boniecki M., Librant Z., Tomaszewski H., Wesołowski W.: Fracture toughness and strength of  $Al_2O_3 - ZrO_2$  nanocomposites. *Key Engineering Materials* 223 (2002) 209-214 (dostępne na <http://www.scientific.net>).
- [21] Tomaszewski H.: Badanie stref przemiany fazowej i rozkładu naprężeń wewnętrznych w ceramice zawierającej dwutlenek cyrkonu metodami spektroskopowymi. Sprawozdanie z realizacji projektu badawczego KBN nr 7 T08D 005 15, Warszawa 2001 r.
- [22] Hollenberg G.W., Terwilliger G.R., Gordon R.S.: Calculation of stresses and strains in four-point bending creep tests. *J. Am. Ceram. Soc.*, 54 [4] (1971) 196-199
- [23] Venkatarah K.R., Raj R.: Superplastic flow in fine-grained alumina. *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 [2] (1986) 135-138

- [24] French J.D., Zhao J., Harmer M.P., Chan H.M., Miller G.: Creep of duplex microstructures. *J. Am. Ceram. Soc.*, 77 [11] (1994) 2857-2867
- [25] Boniecki M., Kaliński D., Librant Z., Wesołowski W.: Zastosowanie reguły mieszanin do przewidywania wybranych własności mechanicznych kompozytu korundowo-cyrykonowego. *Ceramika (Ceramics)* 66/2 [2001] *Polski Biuletyn Ceramiczny PAN*, 656-663

## **SUPERPLASTIC PROPERTIES OF ALUMINA-ZIRCONIA COMPOSITES**

Superplastic deformation of two alumina-zirconia composites batches: the first with tetragonal  $ZrO_2$  stabilised with 3 mol.%  $Y_2O_3$  and the second with  $ZrO_2$  stabilised with 2 mol.%  $Y_2O_3$  (containing alumina volume fraction 10 – 86%) was studied. Grain sizes of two constituents were about 0.18-0.37  $\mu m$  in the batch 1 and 0.36-1.14  $\mu m$  in the batch 2. The composites were studied as a function of stress (20 – 130 MPa) and temperature (1451 – 1623 K) in compressive and bending tests. The strain rate was analysed in function of alumina volume fraction. It appeared that, the bigger than predicted by the rule of mixture strain rate decrease in function of alumina volume fraction is caused by improved creep resistance due to zirconium and yttrium ions doping of alumina grains. In zirconia grains modified interface-controlled Coble creep and simultaneously the intragranular dislocations motions contribute to the accommodation of grain boundary sliding (which is now thought to be the main mechanism of superplastic behaviour).