

VYSOKOTEPLTNÍ DEFORMACE KERAMICKÝCH KORUNDOVÝCH MATERIÁLŮ S ŘÍZENOU MIKROSTRUKTUROU

Materiály s řízenou velikostí zrn

VLADIMÍR HANYKÝŘ, ZDENĚK TRÁVNÍČEK, STANISLAV CHÝLEK*

Katedra technologie silikátů, Vysoká škola chemicko-technologická, Suchbátarova 5, 166 28 Praha 6

**) Výzkumný ústav elektrotechnické keramiky k. ú. o., 500 64 Hradec Králové*

Došlo 19. 9. 1984

Z měření rychlosti deformace metodou třibodového ohybu vzorků slinuté keramiky z oxidu hlinitého (cca 99,75 % Al_2O_3) s odstupňovanou střední velikostí krystalů $\bar{d} = 0,2\text{--}30 \mu\text{m}$ byly vypočteny konstanty rovnice creepu, která popisuje rychlost deformace v rozmezí teplot $T = 1448$ až 1723 K a napětí $\sigma < 60 \text{ MPa}$. Uvažována je i korekce na pórovitost skutečnou.

Vysokoteplotní deformace hutné korundové keramiky bez sekundární tmelící fáze je řízena hraničním mechanismem, tzv. plně akomodovaným skluzem po hranicích zrn s plastickým tokem. Aktivační energie tohoto procesu je $Q_c = 260,6 \text{ kJ mol}^{-1}$.

ÚVOD

Cílem této práce bylo studium vysokoteplotní deformace čisté jednofázové keramiky z oxidu hlinitého. Tato keramika nabyla v posledních letech značného praktického významu. Je pozoruhodné, že se s ní lze setkat ve velmi rozdílných a náročných aplikacích. Jsou to např. vysoce pevné a ořezuvzdorné břitové destičky pro rychlobrábění kovů a vedle toho průsvitné trubice, které slouží jako transparentní plynotěsné obaly, tzv. hořáky vysokotlakých sodíkových výbojek. Široká škála aplikací, navazující na dosti rozdílné a předem volitelné vlastnosti takových materiálů, souvisí s tím, že dnes jsou možnosti řídit v širokém rozmezí jejich mikrostrukturu i v průmyslovém měřítku [1]. Proto i při studiu vysokoteplotní deformace byla snaha postihnout co nejširší škálu mikrostruktur charakterizovaných střední velikostí zrn od desetin do několika desítek mikrometrů.

Postup při studiu vysokoteplotní deformace korundové keramiky s řízenou velikostí krystalů (zrn) lze shrnout do následujících kroků:

a) Příprava zkušebních materiálů a vzorků s řízenou mikrostrukturou a ověření základních fyzikálních a strukturních parametrů připravených vzorků;

b) měření deformačního chování připravených vzorků, stanovení charakteristických veličin popisujících kinetiku deformace;

c) porovnání naměřených veličin s údaji odvozenými z teoretických modelů a stanovení určujících mechanismů deformačního chování. Celkový popis procesu včetně matematického vyjádření.

Pro rychlost deformace $\dot{\epsilon}$ obecně platí [2]

$$\dot{\epsilon} = A(DGb/kT)(b/\bar{d})^{m_s}(\sigma/G)^n, \quad (1)$$

kde A je bezrozměrná konstanta, D je difúzní koeficient, G je modul pružnosti ve smyku, b je velikost Burgersova vektoru, k je Boltzmannova konstanta, T je teplota,

\bar{d} je střední velikost krystalů, σ je napětí, m_g je koeficient inverzní velikosti krystalů, definovaný poměrem $m_g = -(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \bar{d})_{\sigma, T}$ a n je napěťový koeficient, definovaný poměrem $n = (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma)_{\bar{d}, T}$.

Experimenty je třeba realizovat tak, aby poskytl údaje pro výpočet parametrů n , m_g a D v rovnici (1). Porovnáním těchto parametrů s teoreticky odvozenými údaji uvedenými v [3] je možné určit řídicí mechanismus deformace materiálu s danou velikostí krystalů.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Příprava a charakterizování korundových materiálů

Příprava čistých dobře slinutých korundových materiálů s předem určenou velikostí krystalů je obtížným úkolem. Příprava takových materiálů s krystalami o velikosti desítek mikrometrů ve formě transparentního korundu je známa již delší dobu a je snadnější než příprava slinutých materiálů se zrny o velikosti mikrometru a menších, aniž se použilo přístrojově náročné technologie žárového lisování. Základní přístup k řešení uvedeného úkolu vychází z práce Brucha [4] a je popsán v [5, 6]. Jeho podstatou je zpracování jemnozrnného výchozího oxidu hlinitého zvláště intenzivním suchým mletím a vytváření vysoce hutných výlisků, které slinují při relativně nízkých teplotách, kdy dochází jen k omezenému nárůstu korundových zrn. Touto technikou byla připravena první série vzorků označených H 101 až H 106. Výchozí oxid hlinitý (cca 99,93 % Al_2O_3) s měrným povrchem asi $7,5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ a s přísadou 0,25 % MgO byl intenzivně mlet za sucha v kulovém mlýnu po dobu 45 h. Po následující plastifikaci organickými plastifikátory byla vzniklá směs vytvářena na vakuovém šnekovém lisu. Po vysušení a rozřezání na příslušnou délku byly výlisky vypalovány v elektrické peci s běžnou atmosférou na určené teploty v rozmezí 1310 až 1520 °C s výdrží 2 h na maximální teplotě. Výsledkem bylo získání slinutých válcových vzorků o rozměrech přibližně $\varnothing 3,5 \times 60 \text{ mm}$.

Druhá série vzorků označených H 201 až H 203 byla připravena z prakticky identického oxidu hlinitého s přísadou 0,15 % MgO šestihodinovým suchým mletím. Další postup přípravy vzorků byl shodný s přípravou vzorků H 101–106. Organická pojiva byla ze vzorků odstraněna při výpalu na teplotu 800 °C v oxidační atmosféře. Následoval výpal v čisté vodíkové atmosféře na teploty 1780–1920 °C.

K vyhodnocení mikrostruktury byly z vypálených vzorků zhotoveny nábrusy. Hranice zrn byly zviditelněny žárovým leptáním. U první série vzorků to bylo při teplotách alespoň o 25 °C nižších, než byla jejich teplota výpalu s výdrží 20 min. Výjimku tvoří vzorek H 101, kde s ohledem na nízkou teplotu výpalu byla zvolena teplota pouze o 10 °C nižší. Vzorky ze druhé série (H 201–203) byly žárově leptány při teplotě 1600 °C po dobu asi 5 min. Z nábrusů byly zhotoveny na rastrovacím elektronovém a optickém mikroskopu snímky. Vyhodnocení mikrosnímek bylo provedeno na analyzátoru rozdělení velikosti částic Opton TGZ 3. Byla stanovena rozdělovačí křivka četností zrn. Četnost byla přepočtena, v závislosti na velikosti a zvětšení, na hmotnostní množství podle vztahu

$$m = n_a V \rho, \quad (2)$$

kde m je hmotnost zrna o rozměru l_a , n_a je četnost zrn o rozměru l_a , V je objem aproximovaného zrna (zvolen objem tetrakaidralu $V = 8 \sqrt{2} l_a^3$ [7], ρ je hustota, l_a je základní délka hrany zrna určená z podílu průměru analyzátoru ke zvětšení foto-

grafie. Ze závislosti sumační propadové křivky hmotnostní na velikosti zrn byl odečten medián.

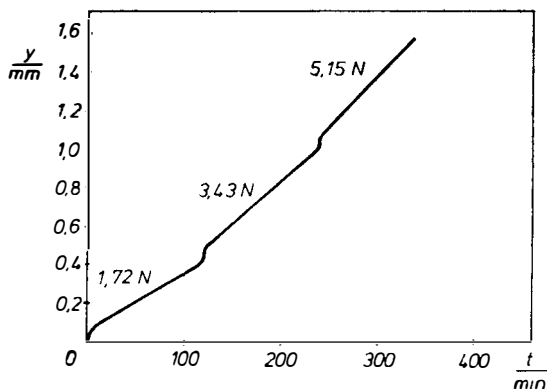
Dále byla u vzorků stanovena objemová hmotnost dvojným vážením na vzduchu a ve vodě a vypočtena pórovitost skutečná porovnáním s teoretickou hustotou $\rho = 3985 \text{ kg m}^{-3}$. Výsledky jsou shrnuty v tabulce I. Příklady mikrostruktury připravených vzorků jsou na obr. 1–4.

Tabulka I

Charakteristika připravených vzorků z korundových směsí

Označení vzorků	Podmínky výpalu		Objemová hmotnost $\frac{\rho_0}{\text{kg m}^{-3}}$	Pórovitost skutečná $\frac{PS}{\%}$	Střední velikost zrn $\frac{\bar{d}}{\mu\text{m}}$
	teplota $\frac{t_v}{^\circ\text{C}}$	doba výdrže $\frac{\tau}{\text{min}}$			
H 101	1310	120	3810	4,3	0,2
H 102	1340	120	3930	1,3	0,3
H 103	1360	120	3930	1,3	0,5
H 104	1410	120	3950	0,8	1,0
H 105	1460	120	3955	0,6	1,5
H 106	1520	120	3965	0,4	2,0
H 201	1780	120	3970	0,3	10,0
H 202	1860	120	3970	0,3	20,0
H 203	1920	120	3975	0,1	30,0

Ke sledování deformačního chování vzorků za vysokých teplot bylo použito metody tříbodového ohybu. Průhyb vzorků byl měřen v elektrické silitové peci s automatickým regulátorem teploty [8, 9] metodou postupného zvyšování napětí vzorku. Při konstantní teplotě a napětí vzorku byl odečítán jeho průhyb y v závislosti na čase t . Po odečtení ustálené rychlosti průhybu vzorku bylo zvýšeno napětí vzorku a znova odečítán průhyb. Tímto způsobem bylo možno získat rychlost průhybu při



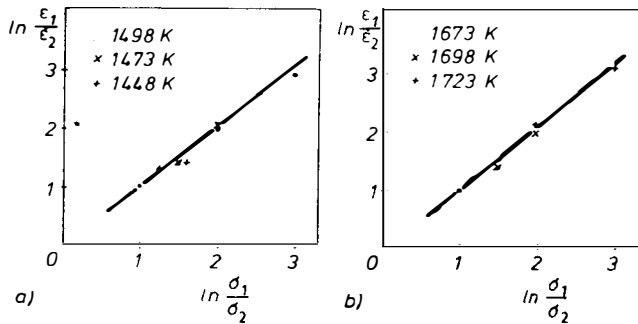
Obr. 5. Závislost průhybu na čase pro vzorek H 101 při teplotě 1478 K.

konstantní teplotě pro tři až čtyři napětí na jednom vzorku, (obr. 5.). Rychlosti průhybu $\dot{\gamma}$ je úměrná rychlost deformace $\dot{\epsilon}$ podle vztahu

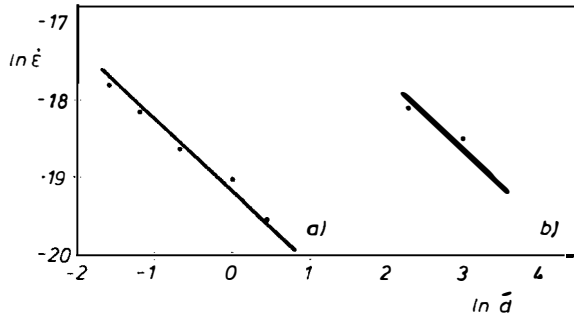
$$\dot{\epsilon} = 6d_v\dot{\gamma}/l^2, \quad (3)$$

kde d_v je průměr vzorku, l je vzdálenost podpěr vzorku.

Na obr. 6 jsou uvedeny příklady naměřených a vyhodnocených závislostí ve tvaru $\ln(\dot{\epsilon}_j/\dot{\epsilon}_1) = f(\sigma_j/\sigma_1)$, kde $\dot{\epsilon}_j$ a $\dot{\epsilon}_1$ jsou ustálené rychlosti deformace vzorků pod napětím σ_j a σ_1 při konstantní teplotě. Ze směrnic přímkových závislostí se vypočítá napěťový koeficient n pro rovnici (1), viz tabulka II. Koeficient inverzní velikosti zrn m_g byl vypočten jako záporná hodnota směrnic závislosti $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \bar{d})$ vyhodnocené pro konstantní teplotu a napětí (obr. 7). Pro vzorky H 101 až 106 byla vypočtena hodnota $m_g = 0,96$ a pro H 201 až 203 $m_g = 1,13$, viz tabulka II. Oba parametry n i m_g jsou tedy blízké jedné.



Obr. 6. Závislost pro určení napěťového koeficientu (n);
a) pro vzorky H 101, b) pro vzorky H 201.



Obr. 7. Závislost $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \bar{d})$ pro určení koeficientu inverzní velikosti zrn (m_g);
a) pro vzorky H 101 až 106, $T = 1523$ K, $\sigma = 15$ MPa, b) pro vzorky H 201 až 203, $T = 1698$ K,
 $\sigma = 50$ MPa.

Rovnice (1) po dosazení $n = 1$ a $m_g = 1$ získá tvar

$$\dot{\epsilon} = 16\,350AD\sigma/T\bar{d}, \quad (4)$$

kde \bar{d} je střední velikost zrn.

Tabulka II

Zjištěné hodnoty napětových koeficientů n a koeficientů inverzní velikosti zrn m_g z rovnice (1) pro jednotlivé vzorky

Veličina rovnice (1)	Označení vzorků H								
	101	102	103	104	105	106	201	202	203
Napětový koeficient n	0,90	1,05	1,00	1,20	1,00	1,10	1,33	1,16	1,09
Koeficient inverzní velikosti zrn m_g	0,96						1,13		

Po dosazení hodnoty rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$ a jí odpovídajících veličin σ , T a \bar{d} do vztahu (4) se získá hodnota součinu AD pro uvedené podmínky. Za předpokladu, že veličina A není závislá na napětí je možné provést následující aproximaci:

$$AD = AD_0 \exp(-B/T) = K \exp(-B/T), \quad (5)$$

kde B je charakteristická teplota deformace, K je frekvenční faktor.

Dosazením vyčíslených hodnot K a B do (5) se získá rovnice

$$AD = 1,533 \cdot 10^{-2} \exp(-31\,347/T), \quad (6)$$

kteřá po dosazení do (4) poskytne rovnici

$$\dot{\epsilon} = 2,507 \cdot 10^{-8} (\sigma/T\bar{d}) \exp(-31\,347/T). \quad (7)$$

Při ověřování platnosti vztahu (7) byly zjištěny odchylky, které se zvětšovaly s klesající střední velikostí zrn. Bylo také zjištěno, že současně s poklesem střední velikosti zrn roste pórovitost vzorků. Proto byl zahrnut vliv pórovitosti na hodnotu smykového modulu použitím vztahu [10]

$$\dot{\epsilon} = AD \frac{bG}{kT} \left(\frac{b}{\bar{d}}\right)^{m_v} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \left\{ \frac{\left[1 + \frac{\omega^* V_p}{1 - (\omega^* + 1) V_p}\right]^{n-1}}{(1 - V_p^{2/3})^n} \right\}, \quad (8)$$

kde ω^* je konstanta, která má pro Al_2O_3 hodnotu $\omega^* = -4$ [11].

Po dosazení konstant a zjištěných veličin do (8) a úpravě členu zahrnujícího korekci na napětí pro třibodový ohyb na tvar $(1 - V_p)$ se získá rovnice pro výpočet součinu

$$AD = 6,116 \cdot 10^{-5} \frac{\dot{\epsilon} T \bar{d} (1 - V_p)}{\sigma}, \quad (9)$$

a pro jeho teplotní závislost vztah

$$AD = 1,822 \cdot 10^{-2} \exp(-31\,636/T), \quad (10)$$

s koeficientem korelace $k = 0,995$.

Po vyčíslení (10) a dosazení do (8) byla získána rovnice

$$\dot{\epsilon} = 2,989 \cdot 10^{-8} \exp(-31\,636/T) \frac{\sigma}{Td(1-V_p)}, \quad (11)$$

kteřá je pro popis rychlosti deformace při vyšších pórovitostech vzorků vhodnější než rovnice (7), viz tabulka III.

Tabulka III

Příklad porovnání rychlosti deformace experimentálně zjištěné $\dot{\epsilon}_{\text{exp}}$ a vypočtené podle vztahu (7) $\dot{\epsilon}_7$ a (11) $\dot{\epsilon}_{11}$ pro uvedenou teplotu a napětí

Označení vzorků	$\frac{\dot{\epsilon}_{\text{exp}}}{10^{-7} \text{ s}^{-1}}$	$\frac{\sigma}{\text{MPa}}$	$\frac{T}{\text{K}}$	$\frac{\dot{\epsilon}_7}{10^{-7} \text{ s}^{-1}}$	$\left(\frac{\dot{\epsilon}_{\text{exp}} - \dot{\epsilon}_7}{\dot{\epsilon}_{\text{exp}}} \right) \cdot 100$ %	$\frac{\dot{\epsilon}_{11}}{10^{-7} \text{ s}^{-1}}$	$\left(\frac{\dot{\epsilon}_{\text{exp}} - \dot{\epsilon}_{11}}{\dot{\epsilon}_{\text{exp}}} \right) \cdot 100$ %
H 101	13,637	23,218	1483	12,968	5,9	13,282	2,6
H 103	8,323	13,709	1559	8,065	3,1	8,093	2,8
H 106	3,852	38,242	1528	3,864	-0,3	3,828	0,6
H 202	3,376	40,628	1713	3,356	0,6	3,390	-0,4

ZHODNOCENÍ A DISKUSE VÝSLEDKŮ

Ke studiu deformačního chování korundové keramiky byly zvoleny vzorky, u kterých byla volbou teploty výpalu řízena velikost zrn. Při přípravě vzorků byl použit pouze Al_2O_3 s technologicky nezbytnou přísadou do 0,25 % MgO . Vzorky proto neobsahovaly sekundární fázi. To bylo potvrzeno jak analyticky [12], tak mikroskopicky vyšetřením tepelně leptaných nábrusů. Také pórovitost skutečná použitých vzorků byla potlačena na minimum ($PS = 0,1-4,3$ %). Vzorky tedy byly vhodným modelem pro studium vlivu velikosti zrn na rychlost deformace polykryсталické keramiky za vysokých teplot.

Při stanovení střední velikosti zrn byl použit přepočítání jejich objemu na objem tetraikahedralu. Tento útvar lze považovat za nejpodobnější zrnům korundu a jednoduše se u něj odečítá délka hrany. Tímto postupem byla částečně snížena chyba zanesená do stanovení velikosti zrn aproximací průměru zrn odpovídajícím průměrem kruhové stopy na přístroji Opton TGZ 3.

Důležitými faktory, které ovlivňuje deformační chování keramiky za vysokých teplot, jsou poruchy na povrchu měřených vzorků. Vzorky s poruchami na povrchu se deformují anomálně. Důležitá je proto důsledná kontrola povrchu každého vzorku před měřením deformace.

Hodnoty napětového koeficientu n (tab. II) byly získány z měření provedených metodou postupného zatěžování jednoho vzorku. Značně se tak snížil počet nezbytných vzorků a snížil se vliv lokálně rozdílné mikrostruktury vzorků na měřené hodnoty. Ve sledované sérii vzorků jsou hodnoty napětového koeficientu n , získané jako aritmetické průměry z velkého počtu měření při různých teplotách a zatíženích, nezávislé na velikosti zrn. Průměrná hodnota pro všechna měření $n = 1,09 \pm 0,13$ je velmi blízká jedné.

Koeficient inverzní velikosti zrn m_g byl vyhodnocen také z měření provedených pro stanovení napětového koeficientu n . Bylo proto nutné volit pro toto měření vhodné teploty a napětí. S ohledem na široký interval teplot výpalu vzorků (více než 600 °C) byla deformační měření rozdělena na dvě části. U vzorků s vysokou teplotou výpalu při teplotách pod 1648 K nedocházelo k deformaci, naopak u vzorků vypalovaných při nižších teplotách bylo nebezpečí, že při deformačním měření může docházet k růstu zrn a ovlivnit tak průběh měření. Průměrná hodnota pro všechna měření $m_g = 1,04 \pm 0,12$ je opět velmi blízká jedné.

Z porovnání hodnot obou parametrů n , m_g s tabelovanými daty [2, 3] vyplývá, že nevratná deformace měřená na uvedených vzorcích je řízena hraničním mechanismem nazývaným plně akomodovaný skluz po hranicích zrn s plastickým tokem.

Závislost součinu AD na napětí a velikosti zrn nebyla zjištěna. Proto je možné ze vztahu (5) vypočítat charakteristickou teplotu a z ní určit aktivační energii deformace sledovaných vzorků $Q_c = 260,6 \text{ kJ mol}^{-1}$, která je v dobré shodě s publikovanými údaji [14].

Na základě stanovených koeficientů rovnice (1) byla získána rovnice (7), která umožňuje vypočítat rychlost nevratné deformace, creepu, polykrystalické korundové keramiky v dobré shodě s experimentálními výsledky. U vzorků s poněkud vyšší úrovní pórovitosti skutečně lze rychlost creepu přesněji popsat rovnicí (11). Obě rovnice platí pro popis rychlosti creepu polykrystalické korundové keramiky v teplotním intervalu $T = 1448 - 1723 \text{ K}$, napětí $\sigma = 8 - 60 \text{ MPa}$, střední velikost částic $\bar{d} = 0,2 - 30 \mu\text{m}$ a pórovitost skutečnou vzorků $PS = 0,1 - 4,3 \%$.

ZÁVĚR

Bylo dokázáno, že vysokoteplotní nevratná deformace (creep) polykrystalické korundové keramiky, která neobsahuje sekundární fázi a má velmi nízkou skutečnou pórovitost, lze popsat v uvedeném teplotním a napětovém intervalu rovnicemi (7) a (11). Řídicím mechanismem creepu je hraniční mechanismus.

Poděkování: Autoři děkují F. Odehnalovi z VÚSH Brno za pořízení série snímků rastrovacím elektronovým mikroskopem. F. Odehnal je autorem snímků na obr. 1 a 2.

Literatura

- [1] Chýlek S., Vrbacký I.: Sklář a keramik 24, 79 (1974).
- [2] Langdon T. G.: *Deformation of Ceramics Materials*. Edited by Bradt R. C., Tressler R. E., Plenum, New York, 1975, s. 101—126.
- [3] Evans A. G., Langdon T. G.: *Structural Ceramics*, Plenum, New York 1976 (Ruský překlad: Konstrukcionnaja keramika, Metallurgija Moskva, 1980).
- [4] Bruch C. A.: Amer. Ceram. Soc. Bull. 41, 799 (1962).
- [5] Chýlek S., Vrbacký I.: Sklář a keramik 25, 369 (1975).
- [6] Chýlek S., Vrbacký I.: Čs. A 0 193 669.
- [7] Mendelson M. I.: J. Amer. Ceram. Soc. 52, 443 (1969).
- [8] Hanykýř V., Kačírek J.: Čs. A 0 213 895.
- [9] Hanykýř V., Kačírek J.: Sborník VŠCHT v Praze L 9, 1982.
- [10] Langdon T. G.: J. Amer. Ceram. Soc. 55, 630 (1972).
- [11] Hasselman D. P. H.: J. Amer. Ceram. Soc. 45, 542 (1962).
- [12] Rambousek V.: Studium slinování a tvorby střepeu korundového porcelánu. Kandidátská disertační práce, VŠCHT, FCHT Praha 1979, s. 50.
- [13] Hanykýř V., Trávníček Z., Markl O.: Sklář a keramik (v tisku).
- [14] Cannon W. R., Langdon T. G.: Review: J. of Mat. Sci. 18, 1 (1983).

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ
КЕРАМИЧЕСКИХ КОРУНДОВЫХ МАТЕРИАЛОВ
С УПРАВЛЯЕМОЙ СТРУКТУРОЙ.
МАТЕРИАЛЫ С УПРАВЛЯЕМЫМ РАЗМЕРОМ КРИСТАЛЛОВ

Владимир Ганыкириш, Зденек Травничек, Станислав Хилек*

кафедра технологии силикатов, Химико-технологический институт
166 28 Прага 6

*Научно-исследовательский институт электротехнической керамики
500 64 Градец Кралов

Для исследования скорости высокотемпературной деформации ($\dot{\epsilon}$) приготовили шкалу спекшихся керамических материалов из оксида алюминия (около 99,75 % Al_2O_3) без вторичной цементирующей фазы и с разделенным по степеням средним размером кристаллов (\bar{d}) от 0,2 до 30 μm . Скорость деформации приводимых материалов, измеряемая с помощью метода трехточечного изгиба, описывает в интервале температур $T = 1448\text{--}1223\text{ K}$ и напряжения $\sigma < 60\text{ МПа}$ уравнение в виде

$$\dot{\epsilon} = 2,507 \cdot 10^{-8}(\sigma/T\bar{d}) \exp(-3,13 \cdot 10^4/T).$$

При предполагаемой коррекции на действительную пористость уравнение имеет вид

$$\dot{\epsilon} = 2,989 \cdot 10^{-8} \exp(-31636/T) \frac{\sigma}{T\bar{d}(1 - V_p)},$$

где V_p — доля действительной пористости исследуемых образцов.

Из установленной величины коэффициента напряжения $\eta = (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma)_{\sigma, T} \approx 1$ и величины коэффициента обратимого размера зерен $m_g = (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \bar{d})_{\sigma, T} = 1$ видно, что высокотемпературная необратимая деформация исследуемой уплотненной корундовой керамики без вторичной цементирующей фазы управляется предельным механизмом, так наз. совершенно акомодированным скольжением по границам зерен с пластическим течением. Для энергии активации необратимой деформации, управляемой приводимым механизмом, установили величину $Q_c = 260,6\text{ кдж} \cdot \text{мол}^{-1}$.

Рис. 1. Образец Н 101. Термически травленный, полированный анилиф, РЕМ.

Рис. 2. Образец Н 106. Термически травленный, полированный анилиф, РЕМ.

Рис. 3. Образец Н 201. Термически травленный, полированный анилиф, ОМ.

Рис. 4. Образец Н 203. Термически травленный, полированный анилиф, ОМ.

Рис. 5. Зависимость изгиба от времени для образца Н 101 при температуре 1478 К.

Рис. 6. Зависимость для определения коэффициента напряжения (n): а) для образцов Н 101, б) для образцов Н 201.

Рис. 7. Зависимость $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \bar{d})$ для определения коэффициента обратимого размера зерен (m_g): а) для образцов Н 101—106, $T = 1523\text{ K}$, $\sigma \approx 15\text{ МПа}$, б) для образцов Н 201—203, $T = 1698\text{ K}$, $\sigma \approx 50\text{ МПа}$.

HIGH-TEMPERATURE DEFORMATION OF CERAMIC CORUNDUM
MATERIALS WITH A CONTROLLED MICROSTRUCTURE
MATERIALS WITH CONTROLLED CRYSTAL SIZE

Vladimír Hanykŕ, Zdeněk Trávníček, Stanislav Chýlek*)

Department of the Technology of Silicates, Institute of Chemical Technology, 166 28 Prague 6

*) Research Institute of Electrotechnical Ceramics, 500 64 Hradec Králové

To study the rate of high-temperature deformation ($\dot{\epsilon}$), a series of sintered ceramic alumina materials (about 99.75 % Al_2O_3) was prepared so as to be free of any secondary binding phase and to have a stepped-up mean crystal size (\bar{d}) from 0.2 to 30 μm . The rate of creep of these materials, measured by the three-point bending method, is described by the following equation for the temperature interval $T = 1448$ to 1723 K and the stress $\sigma < 60\text{ MPa}$:

$$\dot{\epsilon} = 2.507 \times 10^{-8}(\sigma/T\bar{d}) \exp(-3.13 \times 10^4/T);$$

including correction for actual porosity, the equation has the form

$$\dot{\epsilon} = 2.989 \times 10^{-8} \exp(-31\,636/T) \frac{\sigma}{Td(1 - V_p)},$$

where V_p is the share of porosity in the actual samples measured.

Using the stress coefficient $n = (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma)_{d, T} \approx 1$ established, and the inverse grain size coefficient $m_g = -(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln d)_{\sigma, T} \approx 1$ it appears that the high-temperature irreversible deformation of the dense corundum ceramics free of any secondary binding phase is controlled by the boundary mechanism, i.e. by fully accommodated sliding along the grain boundaries involving plastic flow. The activation energy of this irreversible deformation controlled by the mechanism described above was found to be $Q_c = 260.6 \text{ kJ mol}^{-1}$.

Fig. 1. Specimen H 101. Thermally etched, polished section, SEM.

Fig. 2. Specimen H 106. Thermally etched, polished section, SEM.

Fig. 3. Specimen H 201. Thermally etched, polished section, OM.

Fig. 4. Specimen H 203. Thermally etched, polished section, OM.

Fig. 5. Deflection vs. time of specimen H 101 at 1478 K.

Fig. 6. Relationship for the determination of the stress coefficient (n);

a) for specimens H 101,

b) for specimens H 201.

Fig. 7. Relationship $\ln \dot{\epsilon} = j(\ln d)$ for the determination of the inverse grain size coefficient (m_g);

a) for specimens H 101 through 106, $T = 1523 \text{ K}$, $\sigma = 15 \text{ MPa}$.

b) for specimens H 201 through 203, $T = 1698 \text{ K}$, $\sigma = 50 \text{ MPa}$.

PROGRESS IN NITROGEN CERAMICS (Pokroky v nitridovej keramike). NATO ASI Series, Series E, Applied Sciences, č. 65. Editor F. L. Riley. Martinus Nijhoff Publishers' The Hague 1983. 814 str., cena 230 Dfl, asi 100 US dol.

Kniha obsahuje všetky plenárne referáty a ďalšie vybrané príspevky, ktoré boli prednesené v rámci 2. seminára o pokrokoch vo výskume nitridovej keramiky za obdobie 1976—1981 usporiadaného Univerzitou v Sussexe za podpory NATO Scientific Affairs Division.

Dosiahnuté pokroky za uvedené obdobie a názny budúceho zamerania v oblasti nitridovej keramiky sú výstižne zhrnuté v úvodnom referáte R. N. Katza. V nasledujúcich deviatich kapitolách sa predkladá odbornej verejnosti súčasný stav poznatkov v oblastiach kryštálovej štruktúry, fázových rovnováh, prípravy, spekania, skelného stavu a kryštalizácie skla najmä na hraniciach zrn, mikroštruktúry, chemickej odolnosti, mechanických vlastností a aplikačných možností nitridovej a oxynitridovej keramiky, pričom prevládajúca časť je venovaná samotnému nitridu kremíka ako konštrukčnému materiálu. Posledná, desiatka kapitola prináša zaujímavé poznatky o súčasných a budúcich zameraniach štátnych programov výskumu nitridovej keramiky v USA, Japonsku a NSR.

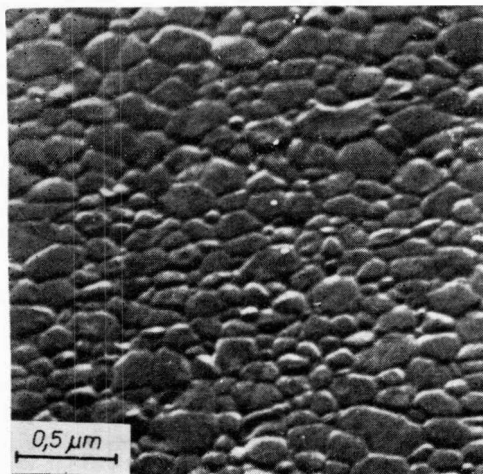
Knihu nepochybne ocenia všetci odborníci, ktorí pracujú vo výskume nitridovej keramiky, nakoľko prináša v kondenzovanej forme najdôležitejšie nové poznatky a je istotne veľmi cennou pomôckou i pre tých, ktorí sa mienia do výskumu nitridovej keramiky zapojiť.

Z. Pánek

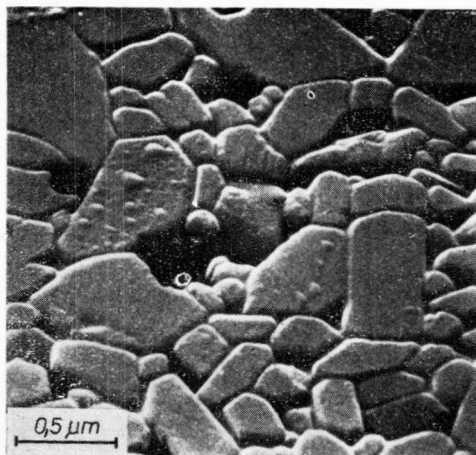
E. SLAVÍČEK: VÝPOČETNÍ TECHNIKA PRO CHEMIKY. SNTL, Praha 1983, 444 str., 148 obr., cena 53 Kčs.

Jestliže byl u nás někdo plně kvalifikovaným a povoláním odborníkem pro napsání knihy na uvedené téma, pak to byl nesporně nedávno zesnulý Prof. E. Slavíček z VŠChT v Praze. Od mládí zanícený matematik, vysokoškolským vzděláním však inženýr chemie, již od r. 1953 přednášel chemické inženýrství; později působil jako profesor na katedře fyziky a dále na katedře automatizovaných systémů řízení na VŠChT. Ocenil hned v začátcích význam nastupující výpočetní techniky a učil ji správně používat.

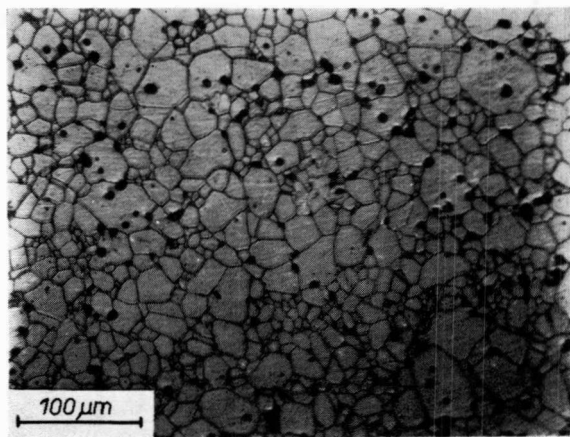
Odborné znalosti a bohaté pedagogické zkušenosti se projevují ve výběru látky i v jasné stylizaci textu vydané knihy. Na rozdíl od jiných publikací tohoto zaměření autor věnuje velkou pozornost zejména matematické formulaci problémů a vytváření matematických modelů, jakožto nejobtížnějším krokům ve výpočetní technice. Řečeno slovy autora: „Ne-



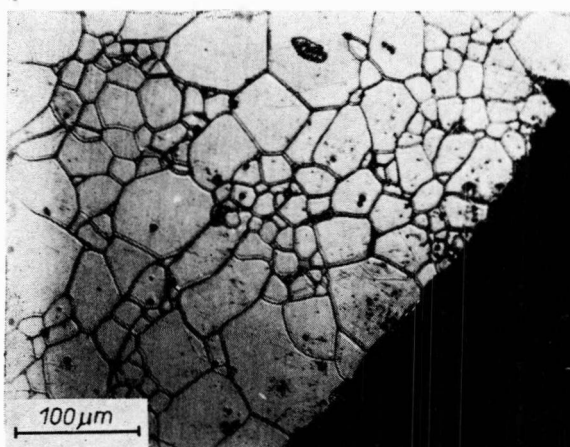
Obr. 1. Vzorek H 101. Termicky leptaný, leštěný nábrus, REM.



Obr. 2. Vzorek H 106. Termicky leptaný, leštěný nábrus, REM.



Obr. 3. Vzorek H 201. Termicky leptaný, leštěný nábrus, OM.



Obr. 4. Vzorek H 203. Termicky leptaný, leštěný nábrus, OM.