

## Přehledný referát

### APLIKACE RENTGENOVÉ TENZOMETRIE NA KERAMICKÉ MATERIÁLY

I VO KRAUS

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT,  
Břehová 7, 115 19 Praha 1

#### 1. ÚVOD

I když keramické látky patřily po celou historii lidstva k nejrozšířenějším funkčním i konstrukčním materiálům, nelze přehlédnout, že jejich význam, především jako alternativa kovů a slitin, v posledních dvou desetiletích značně vzrůstá. Důvodem je nejen rozšiřování četných již známých aplikací (např. řezné materiály), ale zejména perspektivní využití v těch oblastech výroby, kde se mohou uplatnit specifické vlastnosti keramiky při mechanickém, tepelném nebo korozním namáhání.

Obecným nedostatkem těchto látek je nepatrná pevnost v tahu a ohybu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  má pevnost v ohybu mezi 280–400 MPa, u  $\text{Si}_3\text{Ni}_4$  nabývá tato veličina hodnot 220–850 MPa), pevnost v tlaku je naproti tomu až o řád větší. Cílem technologického vývoje je proto dosáhnout vyšší pevnosti zlepšením odolnosti vůči lomu. Vedle materiálových parametrů, jako je způsob vazby keramických částic, stupeň heterogenity, velikost částic, tepelná a elastická anizotropie a hustota, mají pro pevnostní vlastnosti rozhodující význam také zbytková napětí vznikající během výroby keramických materiálů a jejich opracování. Zvláště důležité jsou stavy napjatosti tlakového charakteru na povrchu a v povrchových oblastech keramik; tomu ostatně odpovídá i tisíciletá zkušenost s glazurami na užitkové keramice.

Potřeba spolehlivých metod k určování zbytkových napětí v moderních keramických materiálech je tedy zcela pochopitelná. V současné době se pro tyto účely jeví jako prakticky bezkonkurenční rentgenová difrakční analýza.

#### 2. PRINCIP RENTGENOGRAFICKÉ TECHNIKY MĚŘENÍ MAKROSKOPICKÝCH NAPĚTÍ V POLYKRISTALICKÝCH MATERIÁLECH

##### 2.1. Definice zbytkových napětí

Napětí existující v tělesech při účinku vnějších sil nebo jiných (nemechanických) příčin nazýváme vložená. Zbytková napětí jsou přítomna v tuhých tělesech, na něž nepůsobí žádné vnější síly ani momenty

a v nichž neexistují žádné teplotní gradienty. V zásadě nejsou žádná reálná tuhá tělesa zcela bez zbytkových napětí; zpravidla se vyskytuje větší počet různých druhů zbytkové napjatosti zároveň. U polykrystalických látek se ukazuje rozumné rozlišovat zbytková napětí I., II. a III. druhu.

Napětí I. druhu jsou důsledkem inkompatibility deformací mezi makroskopickými oblastmi uvažovaného objektu. Předpokládáme je ve velkých oblastech přibližně homogenní, tj. konstantní co do směru i velikosti; v celém objemu objektu dosahují zbytková napětí I. druhu (nazývaná také makroskopická) rovnováhy.

Zbytková napětí II. druhu definujeme analogicky. Rozdíl je pouze v tom, že objemy, v nichž uvažujeme napětí homogenní, jsou dány velikostí jednotlivých krystalků. Ve vícefázových soustavách mohou být krystalky různých fází napjaty opačně.

Zbytková napětí III. druhu - napěťová pole doprovázející mřížkové poruchy v reálných krystalech - jsou nehomogenní i v rozsahu několika meziatomových vzdáleností.

Stav zbytkové napjatosti je v každém bodě tělesa superpozicí zbytkových napětí I., II. a III. druhu. Z hlediska účinků na chování konstrukčních dílů při namáhání jsou zbytková napětí ekvivalentní napětím vloženým. Nejrůznější mechanismy vzniku zbytkových napětí zahrnujeme do některé z těchto kategorií: procesy mechanické, tepelné, chemické a kombinované.

a) *Mechanické procesy.* Povrchové opracování jako kuličkování, válečkování, leštění a další deformují povrch materiálu více než vnitřek. V plasticky deformovaném (nataženém) povrchu je po odstranění vnější síly vyvolán stav zbytkové komprese. Vnitřek, ovlivněný opracováním mnohem méně (jeho deformace je převážně pouze elastická), bude naopak vystaven zbytkovým tahům.

b) *Tepelné procesy.* Účinek teplotních gradientů může vyvolat napětí při kalení, odlévání, sváření, výrobě kompozitních materiálů aj. Tepelná napětí jsou doprovázena často také napětím transformačním, vznikajícím jako důsledek fázových transformací.

c) *Chemické procesy.* Příkladem chemických procesů,

kterými se generují zbytková napětí, jsou oxidace, koroze nebo galvanické pokovování.

d) *Kombinované procesy.* Tuto kategorii lze ilustrovat např. neideálními podmínkami broušení (tupý brusný kotouč, velký úběr, nevhodné chladicí médium). Broušením jsou pak vyvolány nejen mechanické, ale i výrazné tepelné efekty. Výsledná povaha stavu zbytkové povrchové napjatosti závisí na tom, který z obou efektů dominuje. Mechanické vedou obvykle k tlakům, tepelné k tahům.

Zbytková napětí mohou být jak užitečná tak škodlivá. Z prospěšných to jsou např. napětí v předpjatém betonu a napětí vyvolaná některými typy povrchového opracování (kuličkování, balotínování), kdy se zvyšuje mez únavy. Nepříznivá zbytková napětí (zpravidla tahová) způsobují zborcení, trhliny, napěťovou korozi, snížení meze únavy apod.

Nebezpečná napětí je třeba alespoň omezit, a to pokud možno nedestruktivním způsobem. Cílem je dosáhnout ve výrobku takový stav napjatosti, aby se ani v superpozici s vnějším namáháním nepřekročilo v žádném místě kritické maximum, případně aby se předvídaná maxima vnějších sil (provozní napětí) účinkem zbytkových napětí snížila. (V místě, kde lze očekávat vysoké tahy, vytvoříme uměle tlakové předpětí). Při aplikaci metod na odstranění napětí mají přednost způsoby, při nichž se mechanické vlastnosti výrobků, hlavně pevnost a tvrdost, prakticky nemění.

K nejrozšířenějším způsobům měření zbytkových napětí patří v současné době metody:

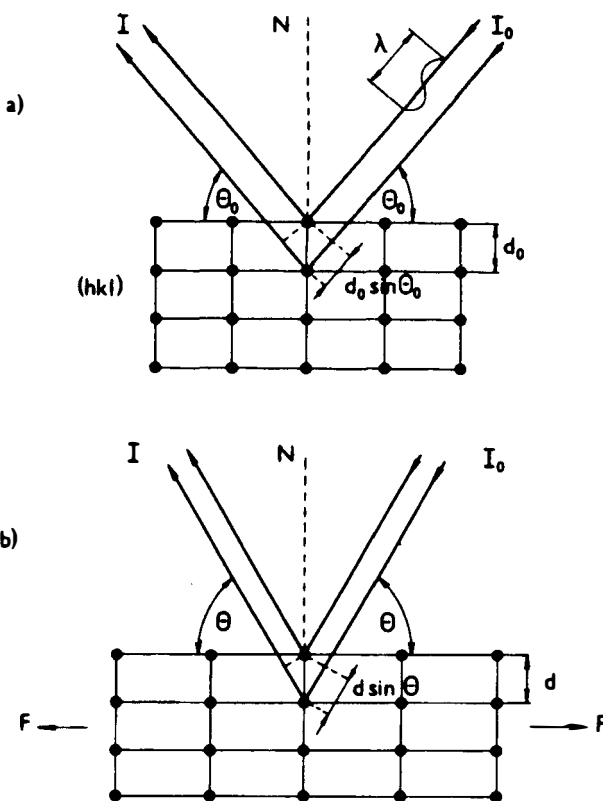
- mechanické (založené na měření deformací doprovázejících porušení napěťové rovnováhy při odstranění části objemu zkoumaného vzorku),
- optické (fotoelasticimetrie),
- magnetické (využívající závislost mezi napětím a některými magnetickými charakteristikami),
- ultrazvukové (vycházející ze vztahu mezi napětím a rychlostí ultrazvukových vln),
- difrakční (rentgenografické a neutronografické).

Difrakční analýza zbytkových napětí patří bezesporu k metodám nejpřesnějším, i když zdaleka ne k nejsnadnějším z hlediska provedení experimentu a interpretace výsledků měření.

V dalších úvahách o metodice měření zbytkových napětí se omezíme na zbytková napětí, která jsou pro technickou praxi nejvýznamnější, a to napětí makroskopická.

## 2.2. Základy analýzy mechanických napětí pomocí difrakce rentgenového záření

Podstatou rentgenové tenzometrie je využití rozptylu (difrakce) rentgenových paprsků na krystalech k měření změn vzdáleností atomových mřížkových rovin vyvolaných napětím [1]. Rozptyl záření na sousedních mřížkových rovinách vede ke vzniku interferenčního maxima ve směru  $\theta$ , pokud je rozdíl drah obou



Obr. 1. Deformace vzdáleností mřížkových rovin typu (hkl) a změny úhlové polohy interferenčního maxima;  $I_0$  a  $I$  jsou intenzity dopadajícího resp. difraktovaného svazku rentgenového záření.

- a) nenapjatý stav,  
b) změny vyvolané silou  $F$ .

paprsků celočíselným násobkem vlnové délky použitého záření (obr. 1), tj. platí-li Braggova podmínka

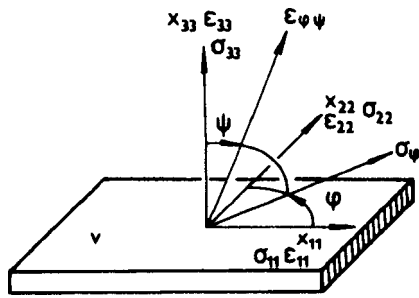
$$n\lambda = 2d \sin \theta; \quad (1)$$

$d$  je vzdálenost sousedních rovin typu (hkl). Působením mechanického napětí se změní jak meziorovinná vzdálenost  $d$ , tak i úhlová poloha  $\theta$ . Diferencováním (1) dostaneme vztah

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = -\cotg \theta_0 (\theta - \theta_0) \quad (2)$$

mezi mřížkovou deformací  $\varepsilon$  v napjatém krystalu a úhlovým posunem interferenčního maxima  $(\theta - \theta_0)$ ;  $d_0$  a  $\theta_0$  jsou hodnoty  $d$  a  $\theta$  odpovídající nenapjatému krystalu.

Budeme-li uvažovat soustavu souřadnic spojenou se vzorkem (obr. 2) a označíme-li  $\sigma_{ij}$  složky tenzoru napětí působícího na objemový element vzorku, který splňuje podmínky lineární teorie elasticity (obr. 3), lze mřížkovou deformaci  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  v libovolném směru  $\varphi\psi$  vyjádřit vztahem



Obr. 2. Systém souřadnic spojený se vzorkem v.

$$\begin{aligned} \epsilon_{\varphi\psi} = & \frac{\nu+1}{E}(\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi \\ & - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{\nu+1}{E}(\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi \\ & + \frac{1}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}). \end{aligned} \quad (3)$$

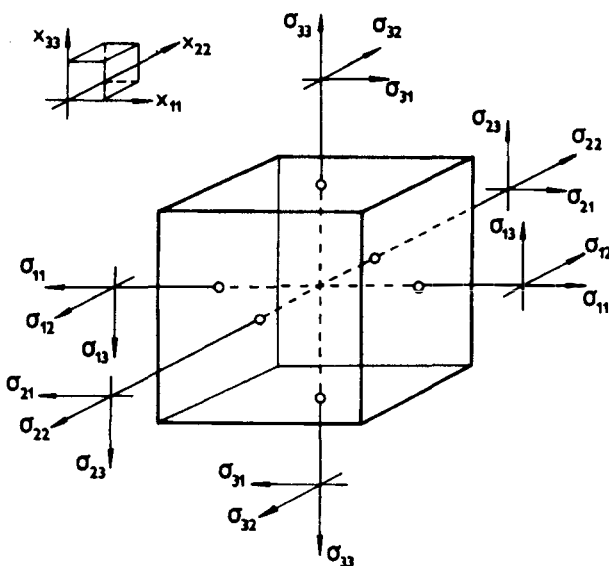
Úhel  $\varphi$  charakterizuje směr napětí  $\sigma_\varphi$  vzhledem k ose  $x_{11}$ .  $\psi$  je úhel mezi osou  $x_{33}$  (normálou k povrchu) a směrem deformace  $\epsilon_{\varphi\psi}$ .

Za předpokladu dvojsového stavu napjatosti, kdy  $\sigma_{i3} = 0$ , a po substituci

$$\sigma_\varphi = \sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi$$

bude vztah (3) lineární závislostí mezi mřížkovou deformací  $\epsilon_{\varphi\psi}$  a  $\sin^2 \psi$ :

$$\epsilon_{\varphi\psi} = \frac{\nu+1}{E}\sigma_\varphi \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}). \quad (4)$$



Obr. 3. Napětí působící na objemový element vzorku.

Derivací (4) podle  $\sin^2 \psi$  dostáváme

$$\frac{\partial \epsilon_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{\nu+1}{E}\sigma_\varphi, \quad (5)$$

tj. směrnice přímky  $\epsilon_{\varphi\psi}(\sin^2 \psi)$  je dána elastickými konstantami  $E, \nu$  a působícím napětím  $\sigma_\varphi$ .

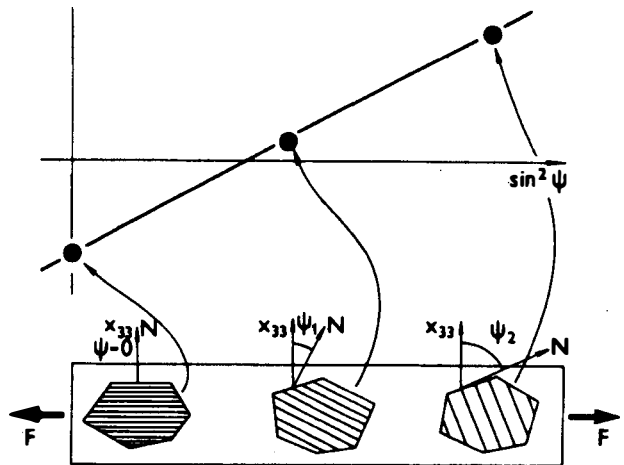
Ztotožníme-li mřížkovou deformaci  $\epsilon$  s deformací  $\epsilon_{\varphi\psi}$ , dostaneme základní rovnici rentgenografického měření napětí podle tzv. metody " $\sin^2 \psi$ "[2]:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\varphi\psi} = & -\cotg \theta_0(\theta - \theta_0) = \\ = & \frac{\nu+1}{E}\sigma_\varphi \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}). \end{aligned} \quad (6)$$

Ze vztahů (1) a (5) získáme výraz pro výpočet složky napětí  $\sigma_\varphi$ :

$$\sigma_\varphi = -\frac{E}{\nu+1}\cotg \theta_0 \frac{\partial \theta_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2 \psi}. \quad (7)$$

Rentgenografické stanovení složky  $\sigma_\varphi$  metodou " $\sin^2 \psi$ " tedy vyžaduje dostatečně přesné určení úhlové polohy  $\theta_{\varphi\psi}$  interferenčních linií získaných difrakcí záření na vhodných systémech {hkl} v azimutální rovině  $\varphi = \text{konst}$  při různých hodnotách úhlu  $\psi$ . Princip metody " $\sin^2 \psi$ " je schématicky znázorněn na obr. 4.



Obr. 4. Princip měření napětí metodou " $\sin^2 \psi$ ".

Rentgenografické měření zbytkových napětí má některé specifické rysy, kterými se odlišuje od jiných metod experimentální analýzy napětí:

- Možnost volby různých směrů měření deformace mezirovinných vzdáleností vzhledem k povrchové normále zkoumaného objektu připouští v mnoha případech stanovit napětí bez znalosti struktury nenapjatého materiálu. Metoda má pak nedestruktivní charakter.
- Pomocí vlnových délek rentgenového záření používaného ve strukturní rentgenografii jsou získány difrakční informace z relativně velmi tenké ( $10^{-3}$ - $10^{-2}$ mm)

povrchové vrstvy.

- Selektivní povaha difrakce záření dává možnost stanovit napětí na jednotlivých složkách vícefázových soustav.

- Makroskopická napětí se projevují na difrakčních diagramech změnou polohy difrakčních linií. Vznik mikroskopických napětí je doprovázen rozšířením linií. Difrakční metodou se proto dají napětí I. a II. druhu navzájem separovat.

- Použijeme-li experimentální uspořádání s úzkým svazkem paprsků dopadajících na zkoumaný povrch materiálu (ozářená plocha může být i menší než  $1 \text{ mm}^2$ ), lze proměřovat velmi nehomogenní napěťová pole.

- Protože se vzdálenost rovin v krystalické mřížce mění pouze elastickou deformací a nikoliv deformací skluzem, detektuje rentgenová tenzometrická metoda spolehlivě vždy pouze změny mezirovinných vzdáleností odpovídající mechanickým napětím.

- Z povahy difrakčního experimentu ovšem vyplývá omezení tenzometrického výzkumu jen na krystalické (polykrystalické) materiály. Přesnost a spolehlivost tohoto způsobu analýzy napětí klesá s rostoucími rozměry krystalků a jejich přednostní orientací ve zkoumaném objektu.

- U keramických materiálů je hloubka vnikání rentgenového záření zhruba o řád větší (až do cca  $10^{-1} \text{ mm}$ ) než u kovů. Pokud ve vrstvě této tloušťky vznikne povrchovým opracováním strmý gradient napětí, nebude už závislost  $\varepsilon_{\varphi\psi}(\sin^2 \psi)$  resp.  $\theta_{\varphi\psi}(\sin^2 \psi)$  lineární (obr. 5) a k popisu zbytkové napjatosti musí být aplikovány metody studia nehomogenních napěťových polí [3].

- Jak vyplývá ze vztahu (6), jsou při daném napětí  $\sigma_{\varphi}$  změny  $(\theta - \theta_0)$  polohy difrakčních linií tím větší, čím větší je hodnota  $\sigma_{\varphi}$  a čím menší modul elasticity  $E$  má zkoumaná látka. Jelikož u keramických materiálů jsou moduly relativ-

ně vysoké ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \dots E = 350000 \text{ MPa}$ ,  $\alpha\text{-SiC} \dots E = 400000 \text{ MPa}$ ), musí být možné měřit malé posuny difrakčních linií s dostatečnou přesností.

- U nekubických keramických látek je třeba při přepočtu naměřených mřížkových deformací na napětí respektovat elastickou anizotropii krystalků zkoumaného materiálu pomocí tzv. rentgenografických elastických konstant (namísto běžně tabelovaných hodnot  $E$  a  $\nu$ ).

### 3. ZBYTKOVÁ NAPĚTÍ V KERAMICKÝCH MATERIÁLECH

#### 3.1. Příčiny vzniku napětí

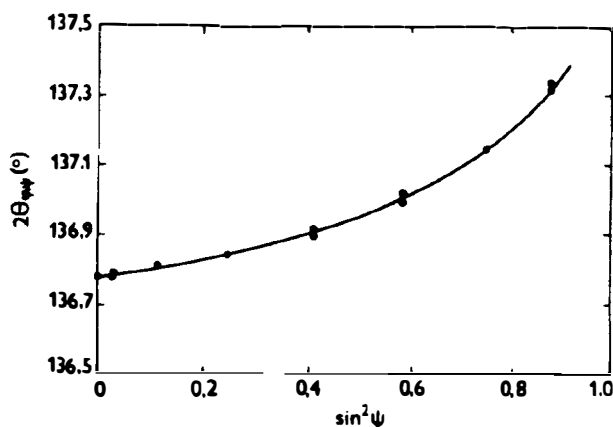
Polykrystalické keramické materiály jsou buď převážně jednofázové nebo vícefázové. Podle toho se klasifikují jako homogenní (kvazihomogenní) a heterogenní. Příkladem homogenní keramiky je  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . K heterogenní keramice patří  $\text{SiSiC}$  ( $\text{SiC}$  s 5-40%hm. Si) nebo dentální keramika na bázi  $\text{SiO}_2$  (57,8-73,0%hm.)- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (11,1-17,1%hm.)- $\text{K}_2\text{O}$ (6,4-9,3% hm.) s přísadou  $\text{CuO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  a  $\text{ZrO}_2$ . Heterogenní jsou také všechny keramické materiály zpevněné vlákny a whiskery. Počítáme k nim např.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  s whiskery z Si,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zpevněný whiskery nebo vlákny z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{ZrO}_2$  s vlákny  $\text{SiC}$  potaženými BN. Technicky významné jsou také vrstevnaté kombinované materiály, v nichž je alespoň jedna složka z keramiky; zhotovující se lepením, pájením apod. K důležitým látkám tohoto typu náleží keramické stříkané vrstvy na kovové podložce.

Ve všech keramických materiálech i kombinovaných soustavách "keramika-kov" vznikají makroskopická zbytková napětí, jsou-li technologickými procesy při výrobě a zpracování vyvolány makroskopicky nehomogenně rozložené zbytkové deformace. Na vzniku zbytkové napjatosti se může postupně nebo současně podílet více technologických procesů; jejich účinky se superponují.

Vedle makroskopických napětí vznikají v keramických materiálech také mikroskopická zbytková napětí, a to nezávisle na tom, zda se jedná o keramiku homogenní nebo heterogenní. Příčinou vzniku mikronapětí u homogenních keramik je elastická anizotropie krystalků, u nekubických látek má primární vliv anizotropie součinitele teplotní roztažnosti. V heterogenní keramice vzniká mikronapětí jako důsledek odlišného elastického chování a tepelné roztažnosti jednotlivých fází.

Třebaže zkušenosti s rentgenografickou analýzou zbytkové napjatosti, především s měřením makroskopických napětí, už nejsou zcela ojedinělé, různorodost zkoumaných látek i získaných výsledků zatím nedovoluje dílčí závěry dostatečně seriózně zobecnit.

Následující kapitola si proto nemůže klást za cíl více, než uvést příklady konkrétních řešených problémů



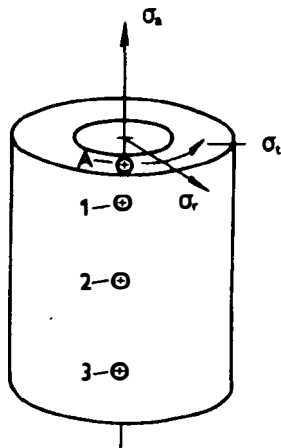
Obr. 5. Zakřivený průběh  $2\theta_{\varphi\psi}(\sin^2 \psi)$  naměřený na broušeném povrchu keramického vzorku.

a tím ukázat, jaký přínos pro zdokonalení technologie keramických materiálů lze od difrakční tenzometrické diagnostiky očekávat v nejbližším období.

### 3.2. Ilustrace možností aplikace rentgenové tenzometrie na keramiku

První úspěšné stanovení zbytkových napětí rentgenovými paprsky na keramice ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{ThO}_2$ ) se podařilo v roce 1961 L. N. Grossmannovi a R. M. Fulrathovi [4]. Práce, které byly v posledních třech desetiletích věnovány rentgenové tenzometrii povrchu keramických látek, lze rozdělit podle příčiny vzniku napětí do několika skupin.

Zcela obecnou charakteristikou keramiky jsou slinovací napětí vznikající jako důsledek nehomogení hustoty výlisků a z toho vyplývající nestejně rychlosti slinování a velikosti smrštění. Na vzniku zbytkových napětí se mohou při slinování podílet také teplotní gradienty. Možnosti rentgenografické difrakční analýzy se dají v tomto případě ilustrovat výsledky, které získali B. Eigenmann, B. Scholtes a O. Vöhringer [5] na povrchu dutého válce slinovaného z výlisku práškového  $\text{Al}_2\text{O}_3$  po dobu 12 hodin při teplotě  $1550^\circ\text{C}$ ; válec měl výšku 40 mm, vnější průměr 25 mm, vnitřní průměr 13 mm. Z hodnot uvedených v textu k obr. 6 je zřejmé, že tlaky na spodní části válce přecházejí směrem k horní podstavě v napětí tahová. Oblast zbytkových tahů byla jednoznačně identifikována jako oblast vzniku trhlin, a to nejen při dynamickém namáhání válce v korozním prostředí, ale i při statickém namáhání za podmínek pro korozi pod napětím.



Obr. 6. Axiální ( $\sigma_a$ ), radiální ( $\sigma_r$ ) a tangenciální ( $\sigma_t$ ) napětí na povrchu dutého válce z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [5]:

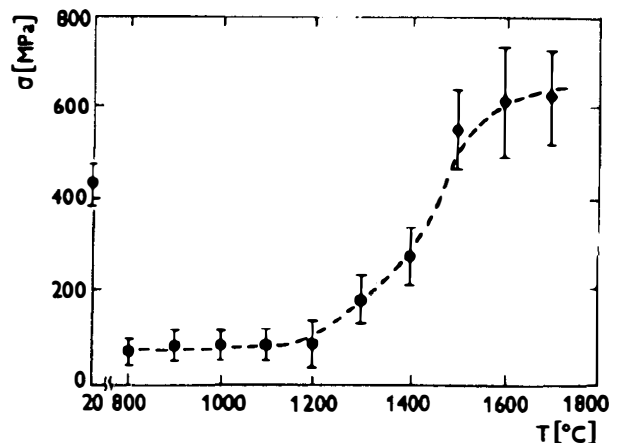
- A :  $\sigma_r = 118 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_t = 98 \text{ MPa}$ ,
- 1 :  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_t = 26 \text{ MPa}$ ,
- 2 :  $\sigma_a = -32 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_t = -17 \text{ MPa}$ ,
- 3 :  $\sigma_a = -77 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_t = -57 \text{ MPa}$ .

Pro technickou praxi je významné použití keramiky jako řezného materiálu na výrobu břitových destiček. Finální operací povrchové úpravy těchto destiček je broušení vyvolávající tlakové předpětí. Metodami rentgenové tenzometrie bylo zjištěno, že zbytkové tlaky jsou větší ve směru příčném ke směru broušení než ve směru podélném [6].

I když zpevnění keramických materiálů nelze kvantitativně srovnávat s účinky, kterými se dosahuje u kovů a slitin třískovým obráběním, broušením nebo kuličkováním, přesto hrají technologie mechanického opracování povrchu (broušení, leštění, lapování, ultrazvukové obrábění, řezání) i zde důležitou roli. Rentgenová tenzometrie umožňuje u zóny elasticko-plasticky ovlivněné broušením získat např. údaje o rozdělení zbytkových napětí v rovině povrchu i ve směru normály, vyjádřit vztah mezi tloušťkou zóny a brusným tlakem, obvodovou rychlostí brusného kotouče a vyvolaným napětím apod. [7].

Dalším mechanismem, kterým vznikají povrchová tlaková napětí, příznivá pro zvýšení meze pevnosti, je rychlé ochlazení (zakalení). Technologický postup má analogii v tepelném tvrzení skla. Zpočátku chladnou vnější oblast rychleji než vnitřek, takže na povrchu vzniknou tahy. Odpovídající tlaky uvnitř snadno relaxují, protože materiál je ještě horký. Po úplném zchladnutí se vnitřek smrští a ve vnějších vrstvách vyvolá tlaky. Na velikost tlaků má vliv jak kalící teplota, tak kalící prostředí. Příklad výsledku studia této problematiky je na obr. 7 [8]. (Vzorky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o pevnosti v ohybu 430 MPa za pokojové teploty byly prudce ochlazovány z různých teplot a pak namáhány na ohyb. Ukazuje se, že pevnost začíná růst teprve při kalících teplotách nad  $1200^\circ\text{C}$ ).

Příčinou zbytkového předpětí v keramice mohou být také cizí atomy, které za vysokých teplot difundují do povrchových vrstev a vytvářejí v nich směsné



Obr. 7. Pevnost v ohybu  $\sigma$  vzorků  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jako funkce kalící teploty T [8].

krystaly. Charakter napětí závisí na tom, je-li teplotní součinitel roztažnosti  $\alpha$  směsných krystalů menší nebo větší než součinitel základního materiálu. V prvním případě vznikají tlaky, ve druhém tahu. Prümmer [9] uvádí, že po tříhodinovém žihání ( $1500^{\circ}\text{C}$ ) vzorku hexagonálního  $\text{Al}_2\text{O}_3$  v prášku hexagonálního  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  vznikla  $10\ \mu\text{m}$  tlustá difúzní vrstva. Na její vnější straně je 100%  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , směrem dovnitř koncentrace  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  klesá. Zbytková tlaková napětí určená rentgenograficky ve směsných krystalech byla cca 300 MPa. Výpočet založený na vztahu  $\alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3} > \alpha_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$  vedl k větším tlakům (470 MPa); nesouhlas má původ v koncentračním gradientu a v hloubce vnikání použitých rentgenových paprsků. K materiálovým kombinacím, které jsou vhodné pro vytvoření tlakově napjatých vrstev směsných krystalů, náleží také dvojice  $\text{SnO}_2\text{-TiO}_2$ ,  $\text{NiO-MgO}$ ,  $\text{MgO-MgAl}_2\text{O}_4$ .

Zbytková napjatost je pozorována rovněž v souvislosti se vznikem precipitátů (vyloučenin). Tento proces probíhá ovšem v mikrooblastech. Makroskopické stavy zbytkové napjatosti se utvářejí jen tehdy, má-li kinetika vylučování (rozpad přesyceného tuhého roztoku - vylučování stabilních složek struktury z nestabilních stavů materiálu) lokální rozdíly, tj. pokud krystalizace uvažované fáze probíhá jinak na povrchu než uvnitř.

Tlakové předpětí v keramice lze vyvolat i fázovými transformacemi. Cílevědomé rozptýlení fází, které jsou schopné transformace, reprezentuje proto důležitou metodu ke zlepšení houževnatosti keramiky a jejího lomového chování. Nejvýznamnějším představitelem takovýchto fází je  $\text{ZrO}_2$ ; široce využívaná je např. kombinace  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\%$  obj.  $\text{ZrO}_2$ . Připomeňme, že čistý  $\text{ZrO}_2$  má pod svým bodem tání ( $\approx 2700^{\circ}\text{C}$ ) až do cca  $2350^{\circ}\text{C}$  mřížku kubickou. Tato vysokoteplotní modifikace se mění nejdříve na tetragonální a od teploty  $\approx 1150^{\circ}\text{C}$  na monoklinickou. Transformace  $t \rightarrow m$  (tetragonální fáze do fáze monoklinické) může být iniciována také napětím. Jsou-li částice tetragonálního  $\text{ZrO}_2$  v matici  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rovnoměrně rozptýleny a dojde-li povrchovým opracováním (např. broušením) k transformaci, povedou objemové změny, doprovázející přeměnu tetragonální modifikace na monoklinickou, k vytvoření zbytkových tlaků v povrchových oblastech a ke změnám statických hodnot pevnosti. Při šíření trhlin bude napětím na čele trhliny indukována transformace  $t \rightarrow m$  a tím ztěžováno další šíření trhliny. Měření zbytkové napjatosti vyvolané napěťově indukovanou transformací jsou věnována např. články, které uveřejnili R. C. Garvie, R. H. Hannink, R. T. Pascoe [10], D. R. Green [11] a další [12, 13].

Rentgenová tenzometrická analýza keramiky byla užita i při studiu řady dalších problémů:

- Vznik napětí po creepové ohybové deformaci tyčí  $\text{SiSiC}$ . Na vzorcích vystavených po dobu 15 hodin při

teplotě  $1350^{\circ}\text{C}$  ohybovému napětí 250 MPa byla po odlehčení a ochlazení na pokojovou teplotu zjištěna zbytková napětí s opačným znaménkem, než měla napětí vložena [5].

- Výzkum tepelné relaxace napětí. Bylo zjištěno, že žihání keramických materiálů při dostatečně vysoké teplotě a následně pozvolné ochlazení na pokojovou teplotu vedou k relaxaci makroskopických napětí. Brusná napětí v povrchových vrstvách  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prakticky vymizela žiháním 1 hod. při teplotě  $1350^{\circ}\text{C}$  [6]. Difrakční metoda se ukázala spolehlivá rovněž při řešení analogického problému na vzorcích  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [14].

- Měření průběhu napětí v kombinovaných materiálech "keramika-pájka-kov". Byly zkoumány systémy  $\text{ZrO}_2$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  spájené s ocelovou podložkou vrstvou  $0,2\ \text{mm}$  pájky  $\text{AgCuTi}$  [15]. Lze konstatovat, že průběh napětí v keramice i v oceli závisí na konkrétní materiálové kombinaci a poměru tloušťek keramické vrstvy a ocelové destičky. Obecně platí, že při daném rozdílu součinitelů teplotní roztažnosti pájených dílů budou tlaky v keramice tím větší, čím je její tloušťka vzhledem k podložce větší.

- Výzkum příčin ovlivňujících zbytkové napětí vyvolané napěťově indukovanou fázovou transformací [16]. V práci je ukázáno, že broušením kompozitního materiálu " $\text{Al}_2\text{O}_3$  - tetragonální  $\text{ZrO}_2$ " vznikne napjatá vrstva, jejíž tloušťka závisí na obsahu stabilizačního oxidu  $\text{CeO}_2$  a na velikosti krystalků  $\text{ZrO}_2$ .

- Rentgenografické stanovení zbytkových napětí na povrchu polykrystalického  $\text{Al}_2\text{O}_3$  broušeného diamantovým kotoučem [17]. Autoři zjistili, že zbytková napětí jsou výhradně tlakového charakteru; tlakově předpjatá vrstva měla tloušťku  $15\ \mu\text{m}$ , na povrchu dosahovala napětí hodnoty 135 MPa. Žihání po dobu 1 hod. při  $1500^{\circ}\text{C}$  stačilo k redukcí napětí na hranici dosahované přesnosti měření.

- Určení průběhu zbytkových napětí v povrchové vrstvě broušených keramických vzorků  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [18]. Byla měřena napětí ve směru broušení jak na povrchu, tak po postupném odlehčení povrchové vrstvy jemnozrnou diamantovou pastou. Tlaková napětí poklesla z povrchové hodnoty 100 MPa na 50 MPa v hloubce  $10\ \mu\text{m}$ . Ve vzdálenosti cca  $30\ \mu\text{m}$  od povrchu už nebyly mřížkové deformace měřitelné.

- Studium strukturních změn vyvolaných působením tlakových napětí na vzorky tetragonálního  $\text{ZrO}_2$  stabilizovaného 2% mol.  $\text{Y}_2\text{O}_3$  a 5% mol.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [19].

- Analýza zbytkových napětí ve vzorcích kompozitů "matrice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - různé objemové podíly (10%, 18%, 29%) whiskerů  $\text{SiC}$ " [20].

- Měření zbytkových napětí ve dvofázové keramice  $\text{SiC-TiB}_2$  [21]. Byla zkoumána napětí v jednotlivých fázích vzorku, a to jednak po slinování práškových výlisků, jednak po vložení vnější síly (ohybové namáhání) [21].

- Využití rentgenového záření o různých vlnových

délkách k analýze povrchových stavů napjatosti v keramických vzorcích  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 5\%$  obj. TiC a  $\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\%$  obj. TiC broušených diamantovým kotoučem nebo obráběných ultrazvukem [22]. Pomocí třech typů charakteristického záření (Cu, Cr, Ti) se ve zkoumaných vzorcích podařilo prokázat existenci gradientu tlakových napětí. Při analýze vzorků s 30% TiC bylo možné měřit odděleně na jednotlivých fázích.

- Neutronová tenzometrie keramických látek. Zatímco má určování zbytkových napětí v kovech a slitinách pomocí neutronové difrakce už určitou tradici, u keramiky byla tato technika použita dosud jen ojediněle; známé jsou např. její aplikace na vzorky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  po creepové zkoušce, na složené materiály "ocel-ZrO<sub>2</sub>", "ocel-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>" [23] a ke studiu napětí vznikajících v soustavě tvořené maticí  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zpevněnou 18% obj. whiskerů SiC [24].

#### 4. ZÁVĚR

Moderní keramické látky jsou atraktivní pro nejrůznější technické účely díky své vynikající vysokoteplotní pevnosti, stálosti při upotřebení a relativně nízké měrné hmotnosti. Podstatnějšímu rozšíření těchto materiálů brání dosud v podstatě dvě okolnosti:

- a) nedostatečná schopnost keramiky reagovat na vložení napětí plastickou deformací,
- b) technologické problémy průmyslové produkce keramických dílů s reprodukovatelnými vlastnostmi.

Při výrobě, zpracování i spojování keramických součástí nebo krycích keramických vrstev se setkáváme s požadavkem charakterizovat vznikající stav zbytkové makroskopické napjatosti. Z těch experimentálních technik, které nevedou k porušení celistvosti zkoumaného objektu, mají největší význam difrakční metody rentgenografické a neutronografické. Dosavadní spektrum jejich aplikací v oblasti keramických látek se bude bezpochyby ještě dále rozšiřovat.

#### Literatura

- [1] Kraus I.: *Úvod do strukturní rentgenografie*. Academia, Praha 1985.
- [2] Kraus I., Trofimov V. V.: *Rentgenová tenzometrie*. Academia, Praha 1988.
- [3] Kraus I.: *Rentgenografie nehomogenních napěťových polí*. Academia, Praha 1970.
- [4] Grossmann L. N., Fulrath R. M.: *J. Am. Ceram. Soc.* **44**, 567 (1961).
- [5] Eigenmann B., Scholtes B., Vöhringer O.: *cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft* **66**, 364 (1989).
- [6] Eigenmann B., Scholtes B., Macherauch E.: *Mat.-wiss.u. Werkstofftech.* **20**, 314 (1989).
- [7] Rice W. J., Mecholski J. J., Becher P. F.: *Mat. Sci.* **16**, 853 (1981).
- [8] Stolz R., Varner J. R.: *cfi/Ber. DKG* **54**, 396 (1977).
- [9] Prümmer R.: *Keramische Zeitschrift* **38**, 512 (1986).
- [10] Garvie R. C., Hannink R. H., Pascoe R. T.: *Nature* **258**, 703 (1975).
- [11] Green D. R.: *J. Am. Ceram. Soc.* **66**, C-178 (1983).
- [12] Green D. R., Lange F. F., James M. R.: *J. Am. Ceram. Soc.* **66**, 623 (1983).
- [13] Claussen N.: *Z. Werkstofftech.* **13**, 138 (1982).
- [14] Hanabusa T., Fujiwara H., Fujimoto Y.: *J. Soc. Mat. Sci. Japan* **37**, 210 (1988).
- [15] Iancu O. T., Munz D.: *J. Am. Ceram. Soc.* **73**, 1144 (1990).
- [16] Green D. J., Lange F. F., James M. R.: *J. Am. Ceram. Soc.* **66**, 623 (1983).
- [17] Lange F. F., James M. R., Green D. J.: *J. Am. Ceram. Soc.* **66**, C-16 (1983).
- [18] Johnson-Walls D., Evans A. G., Marschall D. B., James M. R.: *J. Am. Ceram. Soc.* **69**, 44 (1986).
- [19] Kitano Y., Mori Y., Ishitani A., Masaki T.: *J. Am. Ceram. Soc.* **72**, 854 (1989).
- [20] Abuhasan A., Balasingh Ch., Predecki P.: *J. Am. Ceram. Soc.* **73**, 2474 (1990).
- [21] Magley D. J., Winholtz R. A., Faber K. T.: *J. Am. Ceram. Soc.* **73**, 1641 (1990).
- [22] Eigenmann B., Scholtes B., Macherauch E.: *Mat.-wiss.u. Werkstofftech.* **21**, 257 (1990).
- [23] Pintschovius L.: *Eigenspannungen in Keramik*. Forschungszentrum Jülich, Spezielle Berichte Nr. 550, Jülich 1990.
- [24] Majumdar S., Kupperman D., Singh J.: *J. Am. Ceram. Soc.* **71**, 858 (1988).