

Научная статья

УДК 666.762.852

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-11-44-70

МЕТОДЫ ОЦЕНКИ И ПОВЫШЕНИЯ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КАРБИДОКРЕМНИЕВЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

К.Д. Ерин¹, О.Ю. Сорокин¹, С.А. Монин¹, М.А. Горбовец¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Рассмотрены методы определения вязкости разрушения керамических композиционных материалов. Приведены основные способы увеличения сопротивления росту трещины. Рассмотрены методы определения механических свойств с помощью индентирования пирамидой Виккерса, метода трех- и четырехточечного изгиба и компьютерного моделирования процесса роста трещины, в том числе при повышенных температурах. Сообщается об основных недостатках каждого способа определения механических свойств.

Ключевые слова: вязкость разрушения, трещиностойкость, керамические композиционные материалы, карбид кремния, изгиб, индентирование, механические свойства

Для цитирования: Ерин К.Д., Сорокин О.Ю., Монин С.А., Горбовец М.А. Методы оценки и повышения трещиностойкости карбидокремневых композиционных материалов // Труды ВИАМ. 2024. № 11 (141). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-11-44-70.

Scientific article

METHODS FOR MEASURING AND IMPROVING THE CRACK RESISTANCE OF SILICON CARBIDE COMPOSITE MATERIALS

K.D. Erin¹, O.Yu. Sorokin¹, S.A. Monin¹, M.A. Gorbovets¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. This literature review discusses methods for determining the fracture toughness of ceramic composite materials. The main methods for increasing crack growth resistance are given. Methods for determining mechanical properties using Vickers pyramid indentation, the three- and four-point bending method, and computer modeling of the crack growth process, including at elevated temperatures, are considered. The main disadvantages of each way of determining mechanical properties are presented.

Keywords: fracture toughness, crack resistance, ceramic composite materials, silicon carbide, bending, indentation, mechanical properties

For citation: Erin K.D., Sorokin O.Yu., Monin S.A., Gorbovets M.A. Methods for measuring and improving the crack resistance of silicon carbide composite materials. *Trudy VIAM*, 2024, no. 11 (141), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-11-44-70.

Введение

Одним из путей повышения коэффициента полезного действия и надежности, а также снижения стоимости перспективных герметичных насосов для разрабатываемых реакторов на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем и водо-водяных энергетических реакторов является исключение из их конструкций контура охлаждения, что приводит к увеличению рабочей температуры подшипникового узла в главном циркуляционном насосе. Применяемые в настоящее время подшипники из карбида вольфрама и силицированного графита не удовлетворяют в полной мере тяжелым условиям работы в агрессивной среде и при воздействии вибрационных нагрузок, высоких температур и давления [1, 2].

Наилучшие результаты при стендовых испытаниях получены на паре трения из карбида кремния, обладающего высокой коррозионной и эрозионной стойкостью, высокими твердостью и теплопроводностью, низким значением коэффициента трения [3–5].

В работе [6] карбидокремниевые материалы разделены на десять основных типов, а именно – рекристаллизованные, горячепрессованные, самосвязанные, силицированные графиты и другие, которые различаются между собой составом, структурой, технологическими особенностями получения и свойствами.

Силицированные графиты – продукты обработки при высокой температуре различных видов графита расплавленным или газообразным кремнием.

Основное свойство *рекристаллизованных* и *самосвязанных* материалов – наличие непрерывного каркаса SiC, что заметно отличает данный вид карбидокремниевых материалов высокой тепло- и электропроводностью, при этом механические характеристики зависят от плотности материала.

Таблица 1

Типичные фазовые составы карбидокремниевых материалов [6]

Материал SiC	Фазовый состав, % (по массе)							Пористость, %
	SiC' (первичный)	SiC'' (вторичный)	Si _{своб}	C _{своб}	Si ₂ ON ₂	SiO ₂ (Al ₂ O ₃)	Другие примеси	
Рекристаллизованный	96–98	–	–	–	–	<2,0 (<0,2)	(0,5–1,5) Fe	22–40
Горячепрессованный	80–90	–	–	–	–	–	(10–20) B	1–2
Самосвязанный (реакционно-спеченный)	50–70	30–50	5–15	<0,5	–	<0,5	–	1–2
Силицированные графиты	–	32–75	5–17	5–63	–	–	–	5–20
Пиролитический	–	90–100	–	0–10	–	–	–	<0,5
На кремнеземистой связке	84–89	–	–	–	2,5	6–12	(3,5–4,0) R ₂ O ₃ *	15–25
На глиноземистой связке	73–80	–	–	–	–	9–12	(3,5–4,0) R ₂ O ₃	18–25
На нитридокремниевой связке	67–70	–	<1,0	–	22–25 (Si ₃ N ₄)	<2,0	–	15–20
На комбинированной связке	50–60	5–10	2,0	–	20–25	5–10	–	15–20
Монокристаллы	99,0–99,9	–	<0,5	<0,1	–	<0,01	10 ¹⁸ –10 ¹⁹ атомов/см ³ N	0
* Общая формула оксида для элементов III группы Периодической системы элементов Д.И. Менделеева.								

Таблица 2

Основные свойства карбидокремниевых материалов [6]

Материал SiC	Кажущаяся плотность, г/см ³	Общая пористость, %	Модуль упругости $E \cdot 10^{-5}$, МПа	Предел прочности при сжатии, МПа, при температуре, °C		Коэффициент линей- ного теплового рас- ширения $\alpha \cdot 10^6$, К ⁻¹ , в интервале 20–1400 °C
				20	1000	
Рекристаллизо- ванный	2,0–2,5	22–40	1,5–2,2	50–120	–	4,5–4,7
Горячепрессован- ный	3,05–3,1	1–2	3,5–4,0	400–1300	–	4,0–4,3
Самосвязанный (реакционно- спеченный)	3,0–3,1	1–2	3,9–4,2	1000– 1500	600–1100	4,0–4,3
Силицированные графиты	2,5–2,9	5–20	1,8–2,5	100–500	–	3,2–4,4 (20–1000 °C)
Пиролитический	3,1–3,2	0,2–0,6	4,0–4,3	–	–	–
На кремнезemi- стой связке	2,5–2,8	15–20	0,5–1,2	240	160	4,8–5,2
На глинозemiстой связке	2,4–2,5	15–20	0,5–1,2	230	–	4,8–5,3
На нитридо- кремниевой связке	2,3–2,65	15–20	–	106	100	3,8–3,9
На комбинирован- ной связке	2,35–2,7	18–25	–	160	150	–
Монокристаллы	3,21	0	5,6	–	–	5,2

Согласно приведенным значениям (табл. 1 и 2), наилучшими свойствами, приближающимися к свойствам монокристаллов, обладают *горячепрессованные* и *реакционно-спеченные* материалы, так как в основе их структуры находится непрерывный карбидокремниевый каркас, при этом содержание основной фазы SiC > 90 % (здесь и далее – % (по массе)) при достаточно низкой пористости. Помимо этого, существуют значительные преимущества в технологии получения материала методом реакционного спекания перед горячим прессованием в связи с технической сложностью требуемого оборудования и дороговизне из-за высокого расхода графитового прессового инструмента.

Реакционное спекание обеспечивает значительные возможности по управлению свойствами с помощью изменения структуры материала. Однако реакционно-связанные карбидокремниевые материалы содержат до 10–15 % свободного кремния, что является ограничивающим фактором при использовании данных материалов при температуре, превышающей температуру плавления кремния.

В различных технологических вариантах реакционное спекание реализуется при температурах 1600–2100 °C, что значительно ниже температур рекристаллизации и горячего прессования SiC. Самосвязанные материалы по плотности и другим физическим свойствам близки к горячепрессованным материалам, но отличаются более простым технологическим процессом изготовления.

Перспективность реакционно-связанного (reaction bonded – RB) карбидокремниевого композиционного материала (RB–SiC) заключается в уникальном наборе физико-химических свойств, присущих керамике и композитам, а именно – высокая конструкционная прочность при повышенных температурах, высокая износостойкость, стойкость к многократным температурным изменениям и различным агрессивным средам, высокая жаростойкость, низкое значение коэффициента линейного теплового расширения (КЛТР), что позволяет материалу выдерживать термоциклические нагрузки, а также низкая плотность, стабильность структуры при воздействии нагрузок при высокой температуре [6].

Существующие подходы к получению керамических карбидокремниевых материалов и деталей из них, благодаря которым удалось преодолеть трудности, связанные с получением изделий сложной геометрической формы из SiC-керамики, основаны на методе получения таких материалов путем реакционного спекания, при котором используется механизм взаимодействия расплава кремния с углеродом (процесс силицирования) в заранее спрессованной заготовке, состоящей из углерода и порошка первичного SiC. Химическая реакция расплава кремния и углерода, при которой образуется вторичный SiC, обеспечивает образование связей между зернами первичного SiC. В процессе реакционного спекания происходит формирование контактов между зернами SiC, заполнение пор и образование непрерывного поликристаллического каркаса из карбида кремния [7–10].

Присущая этим материалам особенность в виде хрупкости и высокой твердости усложняет изготовление деталей сложных форм и их механическую обработку из-за необходимости использования дорогостоящего алмазного инструмента [11].

Методы увеличения сопротивления росту трещины

Хрупкое разрушение происходит, когда энергия, накопленная в упругом элементе, превышает энергию, поглощаемую при росте трещины. Поглощение энергии при разрушении происходит в области концентрации напряжений – небольшом объеме материала вокруг фронта трещины. В механике разрушения напряженное состояние в вершине трещины характеризуется коэффициентом интенсивности напряжений (КИН). Его предельное значение для конкретного материала называют вязкостью разрушения.

В работе [12] впервые выдвинута идея о том, что можно контролировать распространение трещин в хрупком материале, рассматривая определенные микроструктурные особенности, которые могут изменить путь трещины. Такой особенностью может являться наличие множества границ раздела фаз и плоскостей потенциального роста трещины в связи с наличием двух фаз в материале.

Позже в работе [13] показано, что за счет разделения слоев твердой фазы с мягкими промежуточными фазами хрупкая композитная керамика может разрушаться нехрупким образом из-за отклонения трещины через разные фазы.

Таким образом, наилучшим методом решения проблемы низкого сопротивления росту трещины является включение в состав матрицы керамического композиционного материала (ККМ) низко- и высокомолекулярных соединений, что позволяет затормозить трещину на податливых участках и, соответственно, воспрепятствовать хрупкому разрушению ККМ при нагружениях [14, 15].

В работах [16, 17] подробно изложены механизмы, препятствующие распространению трещин в керамике, на примере карбида титана. Углеродные включения обеспечивают увеличение трещиностойкости путем блокировки трещин на границе раздела «углерод–карбидная матрица».

Методы определения твердости, модуля упругости и вязкости разрушения ККМ

В настоящее время основные исследования механических свойств керамики RB–SiC сосредоточены на выявлении влияния микроструктуры [18], обработки отжигом [19] и содержания углерода [20] на их значения. Эти исследования в основном проводили при комнатной температуре. Несмотря на то что проведено несколько исследований температурно-зависимого механического поведения керамики RB–SiC, они в основном были сосредоточены на измерении прочности и ударной вязкости в зависимости от температуры среды [21].

Твердость, модуль упругости и вязкость разрушения керамики RB–SiC при повышенных температурах мало изучены. Тем не менее на ее механические свойства будут существенно влиять размягчение материала и деформация, вызванная высокой температурой. Известно, что такая керамика состоит из фазы SiC и свободной фазы Si. Остаточная фаза Si имеет большое значение для возникновения пластичного поведения материала, особенно при высоких температурах, поскольку Si более пластичен, чем карбид кремния, вследствие чего композит SiC+Si способен сохранять высокую жаропрочность только до температур 1370–1410 °С, так как при данной температуре появляется жидкая фаза на основе кремния, вызывающая эффект Ребиндера [22], который приводит к значительному снижению прочностных свойств [23].

Стандартной государственной отечественной методики по определению трещиностойкости керамических материалов не существует, поэтому в настоящий момент разработано несколько методов определения трещиностойкости и других физико-механических характеристик, которые имеют собственные схемы приложения нагрузок и расчетные формулы. Самый простой и распространенный метод – метод индентирования с помощью пирамиды Виккерса, при котором измеряются длины радиальных трещин отпечатков, оставленных после вдавливания пирамиды.

Существует множество методов определения вязкости разрушения, при этом в материале необходимо предварительно вырастить трещину. Для метода индентирования пирамидой Виккерса на поверхности материала делают отпечаток и измеряют длину радиальных/срединных трещин, растущих из углов отпечатка. Используя уравнение (1), можно рассчитать значение КИН:

$$K_{1c} = \xi \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{l^{3/2}} \right), \quad (1)$$

где ξ – эмпирическая константа (0,016±0,004); E – модуль упругости; H – твердость; P – приложенная нагрузка; l – длина трещины.

Определение значений K_{1c} методом индентирования связано с рядом проблем в виде некорректного измерения критического КИН при высокой пористости, а локально расположенная малая пористость или высокое содержание фазы твердого раствора могут не попасть в зону приложения индентора, что повлечет за собой искусственное завышение значений [24].

Технику индентирования рассматривают как быстрый и доступный метод определения механических свойств спеченной керамики. В первую очередь он заключается в выполнении отпечатка на поверхности образца путем проникновения твердого индентора при заданной нагрузке. Затем механические свойства определяют путем анализа геометрических размеров остаточного отпечатка, кривых смещения нагрузки во время вдавливания и относительной длины трещины в углу отпечатка [25, 26].

В статье [27] описаны методы определения твердости, модуля упругости и вязкости разрушения керамики RB-SiC с использованием индентора Виккерса при температурах от комнатной до 1200 °C. Сделан вывод, что твердость по Виккерсу уменьшается с увеличением приложенной нагрузки при любой температуре (рис. 1).

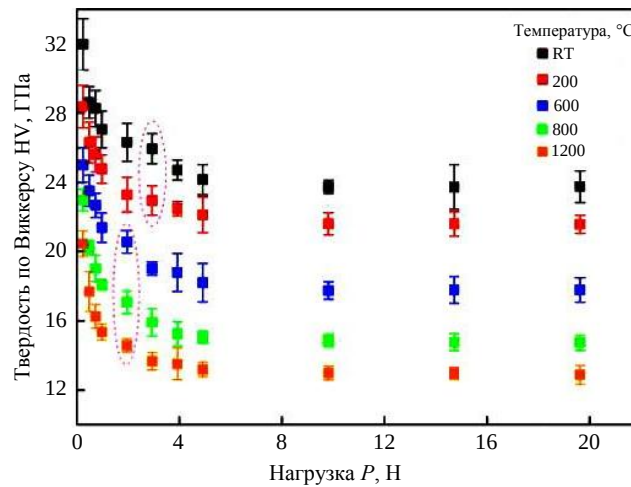


Рис. 1. Твердость по Виккерсу в зависимости от приложенной нагрузки (RT – комнатная температура)

В отличие от кривой «нагрузка–перемещение» при комнатной температуре, на аналогичных кривых при повышенных температурах возникает ползучесть при отпечатке при максимальной нагрузке из-за увеличения пластической деформации. Глубина контакта между индентором и образцом керамики RB-SiC, а также ползучесть отпечатка увеличиваются с повышением температуры, что приводит к уменьшению расчетного модуля упругости. Более того, изменение модуля упругости в зависимости от температуры аналогично изменению твердости по Виккерсу, которая уменьшается на 41,8 % при той же величине снижения твердости по Виккерсу при температуре 1200 °C (рис. 2 и 3) [27].

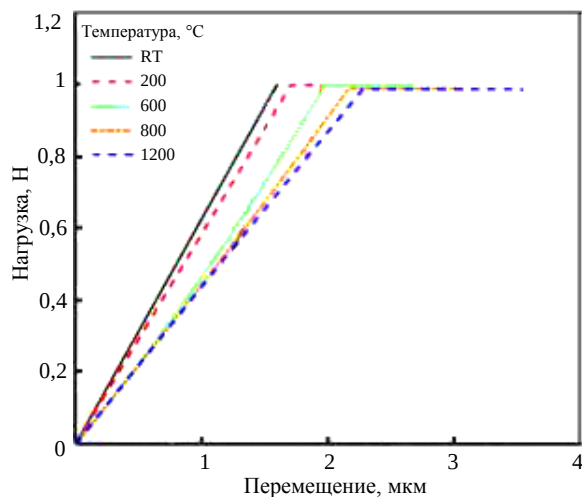


Рис. 2. Зависимость нагрузки от перемещения при различных температурах (RT – комнатная температура)

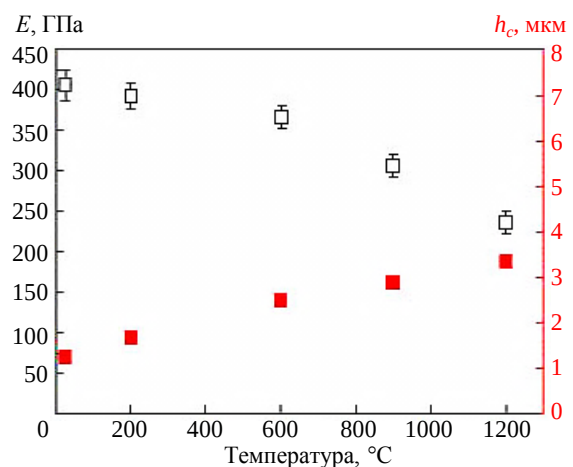


Рис. 3. Модуль упругости (□) и глубина контакта (■) при различных температурах

Впервые в углу отпечатка обнаружена система трещин, изменившаяся от трансзеренной при комнатной температуре до межзеренной при повышенной температуре. Система трещин определена как радиально-срединная в соответствии с соотношением между длиной трещины и приложенной нагрузкой. Таким образом, для расчета вязкости разрушения выбрано уравнение радиально-срединной трещины. Расчетная вязкость разрушения сначала увеличивается, а затем снижается с увеличением температуры, что связано с различным расходом энергии разрушения и размягчением свободного кремния (рис. 4) [27].

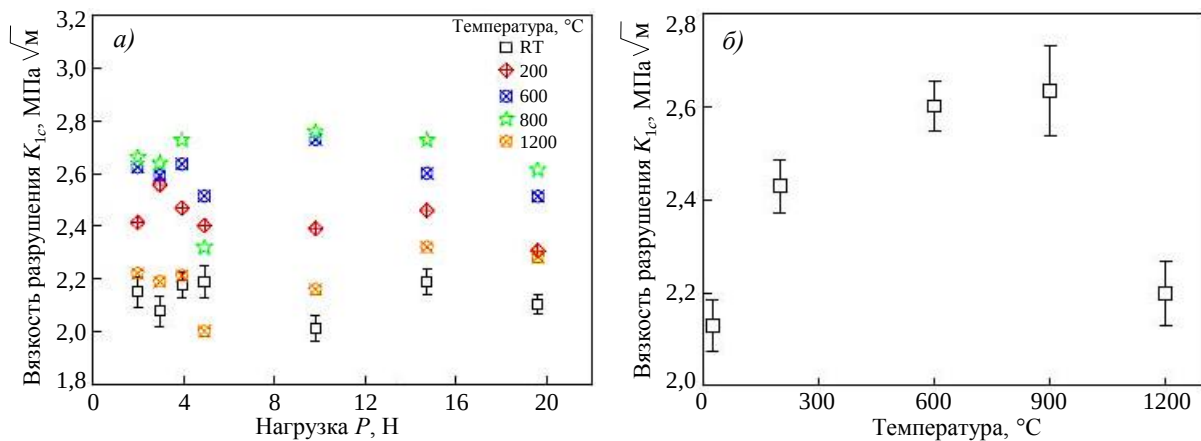


Рис. 4. Зависимость вязкости разрушения от нагрузки (а) и температуры (б) (RT – комнатная температура)

Другой метод, рассмотренный в статье [28], предполагает использование атомно-силовой микроскопии вместо оптического метода для точного детектирования микротвердости по параметрам трещины на поверхности и в глубине отпечатка. Этот метод позволяет с точностью до десятых нанометра изучить поверхность разрушения ККМ. Погрешность в сравнении с оптическим методом по результатам испытаний составила 1–30 % в зависимости от величины приложенной нагрузки. Недостатком данного метода по-прежнему является высокая зависимость получаемого результата значений K_{1c} от точки приложения индентора.

Определение параметра K_{1c} возможно методом трехточечного изгиба. Для этого рассмотрим модель, учитывающую дефекты материала, т. е. справедливую для поликристаллических материалов, и представим в виде формулы (2), определяющей прочность при изгибе [29]:

$$\sigma = \left(\frac{2E\gamma}{\pi l} \right)^{1/2}, \quad (2)$$

где σ – напряжение разрушения; l – полудлина трещины; γ – энергия, затраченная на образование единицы новой поверхности (поверхностная энергия); E – модуль упругости

Для измерения прочности керамических материалов часто используют испытания при изгибе из-за низкой стоимости проведения и удобства изготовления образцов. Подробное описание метода можно найти в ASTM C1161 и ASTM C1421 [30, 31].

Существует три различных режима нагружения образцов для определения критического значения КИН: режим I (рис. 5, а), режим II (рис. 5, б) и режим III (рис. 5, в).

В режиме I нагрузка прикладывается перпендикулярно плоскости трещины, при этом КИН в режиме I обозначим K_I . Значение K_I , при котором напряжение вызывает распространение дефекта, становится критическим КИН (K_{Ic}), который можно рассматривать как меру вязкости разрушения материала. После возникновения трещины в материале вязкость разрушения является мерой способности материала противостоять распространению трещины [29].

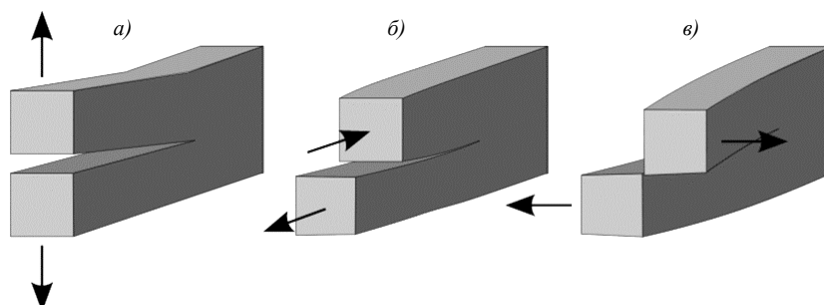


Рис. 5. Режимы нагружения для определения характеристик трещиностойкости I (a), II (б) и III (в)

Для испытания при изгибе в образце предварительно делается надрез. Поперечные сечения шевронного и прямого надреза показаны на рис. 6. Серая область – это область, которую вырезают, в результате чего в образец добавляется дефект известного размера. Образец испытывают посредством трех- или четырехточечного изгиба. Используя максимальную нагрузку при стабильном росте и размерах дефекта, можно рассчитать значение K_{Ic} . Методы подготовки образцов, испытаний и анализа данных подробно описаны в ASTM C1421 [31].

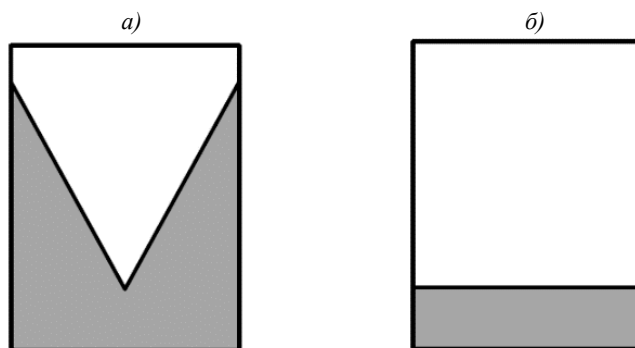


Рис. 6. Схемы шевронного надреза (a) и поперечного сечения прямого надреза (б). Серая область соответствует отрезанному материалу

Соотношение вязкости разрушения K_{Ic} с прочностью при изгибе (уравнение (2)) дает уравнение (3), где Y – корректирующий множитель (поправочный фактор), зависящий от геометрической формы трещины, а параметр K_{Ic} относится к удвоенному модулю упругости, умноженному на поверхностную энергию разрушения γ . Если множитель Y известен, то критический размер дефекта l можно рассчитать с учетом экспериментального измерения вязкости разрушения и прочности при изгибе:

$$K_{Ic} = \sigma Y \sqrt{l}. \quad (3)$$

В работе [29] для различной геометрической формы трещин предлагается использовать следующие корректирующие множители:

- $Y = \sqrt{\pi}$ – для сквозной внутренней трещины;
- $Y = 1,12\sqrt{\pi}$ – для сквозной поверхностной трещины по толщине;
- $Y = 2/\sqrt{\pi}$ – для внутренней круглой трещины;
- для внутренней трещины по толщине образца конечной ширины w расчет производят по уравнению

$$Y = \left[\frac{2w}{l} \tan\left(\frac{\pi l}{2w}\right) \right]^{1/2}. \quad (4)$$

Определение параметра K_{Ic} методом SEVNB (single-edge-V-notched beam) описано в работе [32]. Данный метод заключается в формировании узкого V-образного надреза на одной из самых больших поверхностей образца (рис. 7).

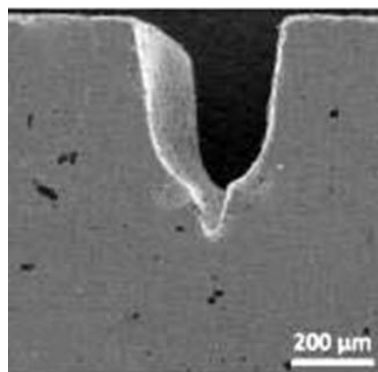


Рис. 7. Изображение поверхности образца ZrC+5 % (объемн.) C, подготовленного по методу SEVNB

Трещиностойкость определяли для каждого образца по формуле

$$K_{Ic} = \frac{F}{b\sqrt{W}} \cdot \frac{S}{W} \cdot \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1-\alpha)^{1,5}} \cdot Y, \quad (5)$$

где F – разрушающая нагрузка, МН; b – ширина образца, м; W – толщина образца, м; S – расстояние между опорами испытательного стенда, м; α – относительная глубина V-образного надреза; Y – корректирующий множитель.

Корректирующий множитель зависит от формы образца и схемы разрушения балки. Для его вычисления использована формула

$$Y = 1,9109 - 5,1552\alpha + 12,6880\alpha^2 - 19,5736\alpha^3 + 15,9377\alpha^4 - 5,1454\alpha^5, \quad (6)$$

где α – относительная глубина V-образного надреза.

Критический КИН для исходной керамики ZrC равен $3,39 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$. Наибольшее влияние на трещиностойкость оказало введение добавки 3 % (объемн.) частиц технического углерода в матрицу ZrC – значение K_{Ic} составило $4,535 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$.

Исследования, проведенные в работе [33], позволяют сделать вывод, что существует значительная разница между значениями КИН, полученными методами индентирования и SEVNB. Индентирование чаще всего показывает завышенную трещиностойкость. Зависимость между значениями K_{1c} , полученными этими методами, не является постоянной и зависит от вида включений в керамической матрице и их количества.

Помимо этого, в работе [33] определено, что отношение $\Delta K_{1cl} = \frac{K_{1cl} - K_{1cN}}{K_{1cl}}$ для керамики ZrO_2 –МУНТ (многослойные углеродные нанотрубки) находится в пределах 0,36–0,4, где параметр K_{1cl} рассчитывается по суммарной длине отпечатка Виккерса, а параметр K_{1cN} рассчитан методом SEVNB.

В работе [34] образцы с надрезом по одной кромке SENB (single-edge-notched beam) использовали для расчета K_{1c} материала. Образцы испытывали в режиме трех- или четырехточечного изгиба согласно ASTM C1421 [31].

Сначала образцы надрезали на режущем станке, оснащенном алмазным диском толщиной 0,3 мм. Затем предварительный надрез затачивали бритвенным лезвием, постоянно промываемым алмазной суспензией с размером частиц 3 мкм (рис. 8). Стержни надрезали с приблизительным отношением длины надреза a к толщине W в пределах $0,2 \leq a/W \leq 0,3$. Испытание проводили при комнатной температуре со скоростью перемещения активной траверсы 0,1 мм/мин. Средний размер трещины измеряли на поверхности излома каждого образца после вскрытия с учетом средних значений между a_{25} , a_{50} и a_{75} .

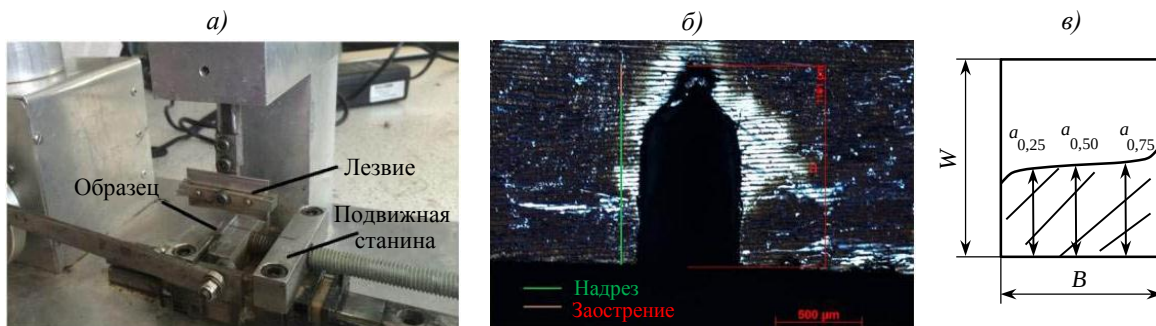


Рис. 8. Оборудование, используемое для заточки надреза, полученного алмазным диском (а), оптическое изображение образца (б) и измерение профиля надреза согласно ASTM C1421 (в)

Вязкость разрушения рассчитывается по уравнению для трехточечного изгиба:

$$K_{1c} = g \left[\frac{PS_0 10^{-6}}{BW^{3/2}} \right] \left[\frac{3 \left[\frac{a}{W} \right]^{1/2}}{2 \left[1 - \frac{a}{W} \right]^{3/2}} \right], \quad (7)$$

$$\text{где } g = g\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{1,99 - [a/W][2,15 - 3,93[\frac{a}{W}] + 2,7[a/W]^2]}{1 + 2[\frac{a}{W}]}; \quad (8)$$

K_{1c} – вязкость разрушения, $\text{МПа}\sqrt{\text{м}}$; a – средняя длина трещины, измеренная после испытания, м; W – толщина образца, м; B – ширина образца, м; P – максимальная сила, при которой образец разрушается, Н; S_0 – длина внешнего пролета, м.

При четырехточечном изгибе использованы следующие уравнения:

$$K_{1c} = f \left[\frac{P[S_0 - S_l]10^{-6}}{BW^{3/2}} \right] \left[\frac{3\left[\frac{a}{W}\right]^{1/2}}{2\left[1 - \frac{a}{W}\right]^{3/2}} \right], \quad (9)$$

$$\text{где } f = f\left(\frac{a}{W}\right) = 1,9887 - 1,326\left[\frac{a}{W}\right] - \frac{\{3,49 - 0,68\left[\frac{a}{W}\right] + 1,35[a/W]^2\}\left[\frac{a}{W}\right]\left\{1 - \frac{a}{W}\right\}}{\{1 + 2\left[\frac{a}{W}\right]\}^2}; \quad (10)$$

где S_l – длина внутреннего пролета.

Кривая сопротивления (*R*-кривая)

В хрупких материалах, таких как керамика, вязкость разрушения не зависит от приращения длины трещины Δa . В этом случае эти материалы характеризуются так называемой горизонтальной кривой трещиностойкости (*R*-кривой) при $K_I = K_{1c} = \text{const}$. В остальных случаях вязкость разрушения изменяется по мере распространения трещины, образуя восходящую *R*-кривую. Энергия, необходимая для распространения трещины внутри микроструктуры, увеличивается, и поведение распространения трещины больше не описывается одним значением K_{1c} , а лучше характеризуется кривой K_J – Δa (*R*-кривая, K_J – КИН, определенный с использованием энергетического подхода) (рис. 9) [35].

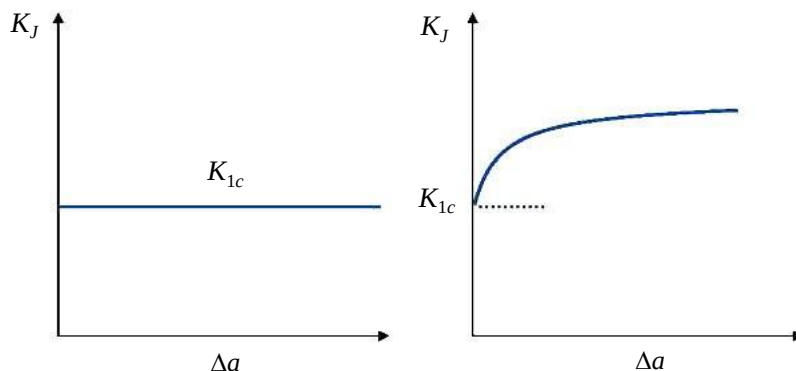


Рис. 9. Горизонтальная и восходящая *R*-кривые

Первое наблюдение изменения поведения *R*-кривой сделано на поликристаллическом оксиде алюминия [36]. Восходящие *R*-кривые позже обнаружены во многих других керамических изделиях, в том числе и в карбиде кремния [37].

В исследовании [38] поведение *R*-кривой биоккомпозитов SiC/PMMA (Poly Methyl Methacrylate) и Al_2O_3 изучено с использованием метода SENB, где образцы нагружали при четырехточечном изгибе в соответствии с ASTM E1820 [39].

На всех испытанных образцах сделан предварительный надрез алмазным лезвием, после чего насечка заточена бритвенным лезвием с соблюдением соотношения $a/W \approx 0,5$. Испытания проводили на сервогидравлической машине с датчиком нагрузки 5 кН при скорости перемещения активной траверсы 0,01 мм/мин. В центре выреза использовали линейно-регулируемый дифференциальный трансформатор (ЛРДТ) с

разрешением 1 мкм для отслеживания перемещения в процессе нагружения (рис. 10). Это электромеханический преобразователь, способный преобразовывать прямолинейное движение образца в соответствующий электрический сигнал. После каждого этапа «нагружения–разгрузки» длину трещины измеряли с помощью СЭМ, оптической микроскопии и рентгеновской микротомографии.

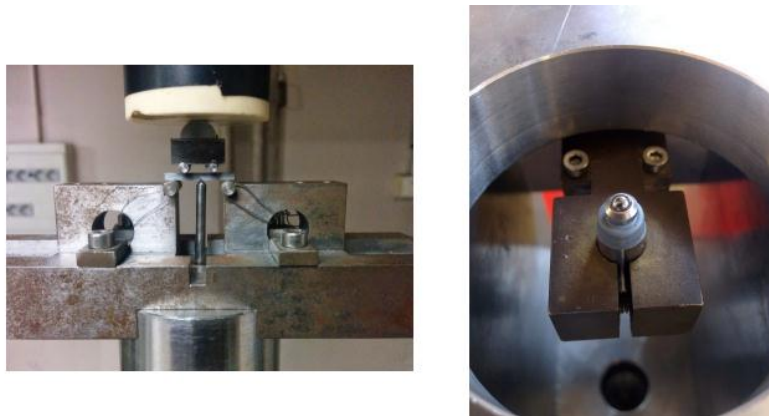


Рис. 10. Настройка для измерения R -кривой с помощью ЛРДТ

Примеры использования включений различных структур в матрицу материала

Повышение вязкости разрушения керамики является одной из основных задач при изготовлении конструкций на ее основе. Задачу создания керамики, демонстрирующей нехрупкое разрушение, решали разными способами, включая добавление волокон или создание керамических материалов со специальной иерархической и волокнистой структурой. Керамические композиционные материалы с волокнистой структурой состоят из твердого прочного материала сердцевины с более слабым материалом границы раздела или оболочки. Оболочка позволяет трещине отклоняться вдоль ядра, в то время как материал сердцевины сохраняет нагрузку, при этом разрушение происходит в отдельном или небольшом количестве сердцевин, а не во всей матрице. В статье [40] исследованы ККМ с волокнистой структурой с ZrB_2 –30 % (объемн.) SiC в качестве сердцевины и графит– ZrB_2 –оболочкой. Образец с 30 % (объемн.) ZrB_2 в оболочке демонстрировал хрупкое разрушение, но когда содержание ZrB_2 в графитовой оболочке уменьшалось до 15 % (объемн.), наблюдалось вязкое разрушение. С улучшением вязкости разрушения обычно наблюдается снижение прочности [41].

Следует отметить, что карбид кремния (SiC) имеет прочность 305–412 МПа, твердость 20–27 ГПа, теплопроводность 105–123 Вт/(м·К), он химически инертен [42]. Эти свойства делают его идеальным для высокотемпературных конструкций. Однако он имеет низкую вязкость разрушения, что затрудняет его применение в конструкциях. Благодаря использованию волокон оплеток некоторые исследователи получают значения K_{Ic} , достигающие $29,7 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ [43].

Во многих случаях формирование композита с несколькими фазами приводит к возникновению термических остаточных напряжений из-за различий в значениях КЛТР между материалами. Эти остаточные напряжения могут быть полезными, однако если они слишком велики, могут развиваться микро- или даже макротрещины [44].

Предыдущие исследования с использованием конечно-элементного моделирования показали, что изменение геометрической формы добавок SiC в ZrB_2 может снизить термические остаточные напряжения, возникающие во время охлаждения от конечной

температуры спекания [45]. Геометрическая форма смоделированных включений была круглой, квадратной, шестиугольной и спиралевидной (рис. 11). Шестиугольная форма привела к увеличению остаточных напряжений вблизи углов соседних гексагональных включений SiC. Однако в квадратном массиве такого увеличения не наблюдали. Спиралевидные включения привели к небольшому уменьшению максимальных растягивающих напряжений по сравнению с предыдущими формами, однако разница между растягивающими и сжимающими напряжениями в соседних фазах значительно уменьшилась [46].

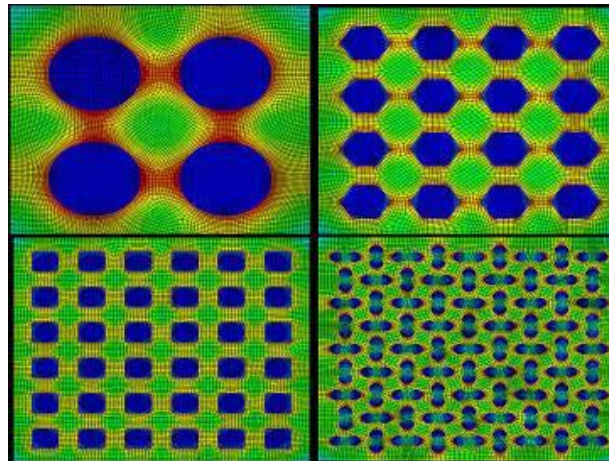


Рис. 11. Примеры геометрической формы смоделированных включений

Получение спиралевидной формы частиц SiC в матрице TiB_2 рассмотрено в исследовании [29] с оценкой прочности и вязкости разрушения. Номинальный состав спирали для этого исследования составлял 75 % (объемн.) TiB_2 –25 % (объемн.) SiC, при этом изменения в фазовом составе использовались для уменьшения микротрещин. Для сравнения использовался обычный образец TiB_2 , армированный 25 % (объемн.) частиц SiC. Добавление спиралевидных включений привело к увеличению вязкости разрушения в среднем на 40 %.

Отпечаток в матрице TiB_2 на рис. 12, а находится в области, где имеется несколько спиралей одинаковой ориентации. Радиальные срединные трещины от отпечатка следуют той же ориентации, что и спирали, а не выходят прямо из углов отпечатка, полученного методом индентирования пирамидой Виккерса. След от отпечатка внутри спирали SiC, изображенный на рис. 12, б, показывает, что радиальные трещины отклоняются вдоль пограничных слоев SiC– TiB_2 , никогда не покидая последний спиральный слой и не возвращаясь в матрицу, что свидетельствует о нехрупком разрушении.

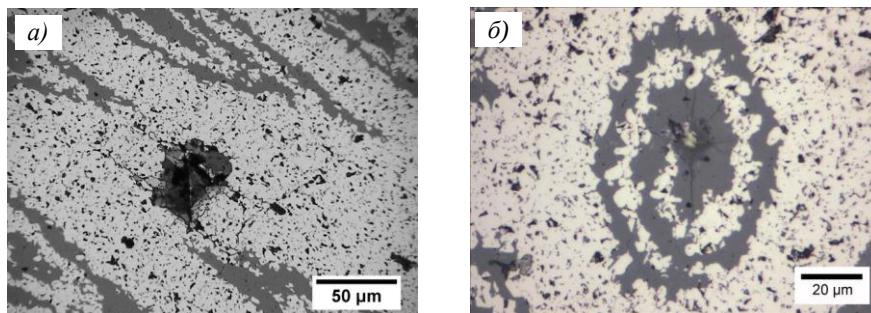


Рис. 12. Отпечаток, полученный методом индентирования пирамидой Виккерса, в матрице TiB_2 (а), а также внутри спирали SiC (б), указывающий на значительный прогиб трещины

Как и в исследовании формирования спиральной геометрической формы SiC в смоделированной матрице ZrB_2 , остаточные термические напряжения в матрице TiB_2 вызывали самопроизвольное микрорастрескивание в матричной фазе [46].

Помимо этого, в статье [29] рассматривается случай, когда в качестве матрицы используется SiC, а спиралевидные включения состоят из TiB_2 . Для сравнения использован номинальный состав спиралей TiB_2 с содержанием 25 % (объемн.) в матрице SiC вместе с порошковым композитом того же общего состава. В отличие от предыдущих исследований, материал с более высоким КЛТР будет использоваться в качестве спиральной фазы, которая должна устранить растрескивание матрицы.

Частицы диборида титана (TiB_2) имеют целый ряд полезных свойств, поэтому они являются совместимой добавкой к карбиду кремния. Исследователи показали, что добавление TiB_2 к SiC повышает вязкость разрушения из-за увеличения отклонения трещины [47].

Оптические микрофотографии отпечатков по Виккерсу на рис. 13 показывают отклонение трещины, вызванное добавлением спиралей в матрицу, что увеличивает вязкость разрушения. Изображение (а) иллюстрирует, как должен выглядеть типичный отпечаток для прямого измерения вязкости разрушения при трещине. Изображение (б) представляет собой отпечаток в непосредственной близости от двух спиралей. Как и ожидалось, радиальные трещины выступают из кончиков вмятины, однако из-за остаточных напряжений в матрице трещины изгибаются и отклоняются от спиральных дополнений. В частности, на изображении (в) одноосного образца радиальные трещины, параллельные спиральям, распространяются вбок, как и на изображении (а), хотя радиальные трещины, перпендикулярные спиральной ориентации, отклоняются, поскольку энергия разрушения поглощается микротрещинами, присутствующими в спиральных слоях. Изображение (г) представляет собой отпечаток, расположенный в середине спирали TiB_2 . Геометрическую форму отпечатка невозможно отличить по количеству сколов в TiB_2 , хотя следует отметить, что ни одна из радиальных/срединных трещин от отпечатка не выходит за пределы самого внешнего слоя спирали, что означает увеличение вязкости разрушения.

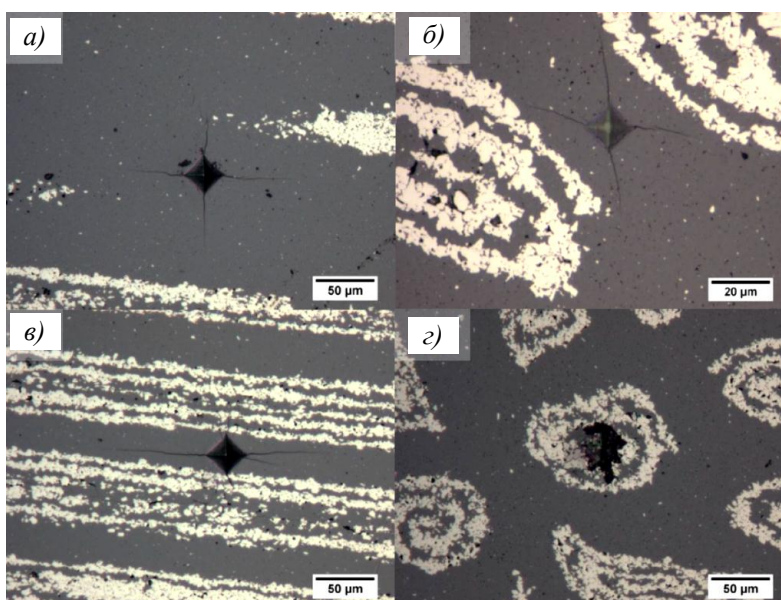


Рис. 13. Отпечатки, полученные при определении вязкости разрушения, внутри спирали (а), вблизи спиралей с остаточными напряжениями (б), между одноосными спиральями (в) и в матрице SiC (г)

В работе [48] рассматривается композит G_p/SiC (карбид кремния с частицами графита), приготовленный с использованием частиц электродного графита и порошков SiC в качестве сырья с использованием процесса нанесения покрытия и технологии спекания горячим прессованием. Измерение прочности при изгибе проводили с помощью метода трехточечного изгиба. Вязкость разрушения определяли методом одностронней надрезанной балки (SENB), при котором надрезы проходили до половины глубины образцов, при этом плоскость надреза располагалась параллельно направлению прессования во время производства. Ширина насечки составляла 0,15 мм. Все измерения проводили при комнатной температуре при трехточечном изгибе. Параметр разрушения K_{Ic} рассчитывали по напряжению разрушения с использованием модифицированного выражения Гриффитса:

$$K_{Ic} = Y \frac{3PL}{2bh^2} a^{1/2}, \quad (11)$$

$$Y = 1,93 - 3,07\left(\frac{a}{h}\right) + 14,53\left(\frac{a}{h}\right)^2 - 25,11\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25,8\left(\frac{a}{h}\right)^4, \quad (12)$$

где P – разрушающая нагрузка, Н; L – расстояние между опорами испытательного стенда, м; b – ширина образца, м; a – глубина надреза, м; h – глубина рабочей части.

На рис. 14 показано, что прочность композитов при изгибе снизилась, а вязкость разрушения увеличилась с увеличением содержания графита.

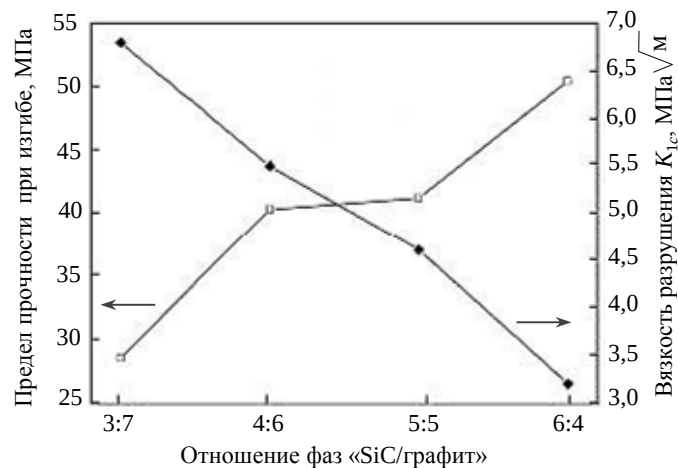


Рис. 14. Прочность при изгибе и вязкость разрушения образцов с разным объемным содержанием SiC и графита, спеченных при температуре 2050 °C в течение 45 мин

Оптические изображения композитов с разным объемным содержанием SiC и графита, спеченных при температуре 2050 °C в течение 45 мин, представлены на рис. 15. На этих изображениях цвет карбида кремния – серый, графита – белый, он внедрен в матрицу SiC в виде островков, а также небольшого количества SiC , внедренного в графитовые сердечники. Известно, что эта микроструктура может улучшить механические свойства и характеристики трения композитов [49].

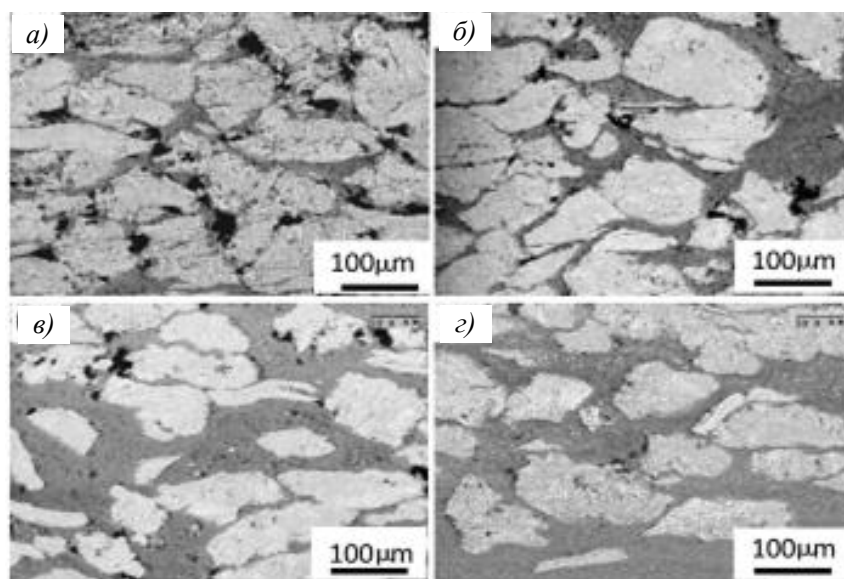


Рис. 15. Оптические изображения образцов с разным объемом спеченного карбида кремния и графита при температуре 2050°C в течение 45 мин: 3:7 (а), 4:6 (б), 5:5 (в) и 6:4 (г)

СЭМ-изображения микроструктур разрушения образцов с разной объемной концентрацией SiC и графита, спеченных при температуре 2050 °C в течение 45 мин, показаны на рис. 16. Особенность композитов – сосуществование транскристаллического разрушения и межкристаллитного растрескивания. Дефекты от графитовых сердечников после извлечения их из композита остаются в виде черных следов (рис. 16, а). Поскольку прочность карбида кремния высокая, то после того, как основная трещина раскола достигла области SiC, она изменила направление, что стало первой причиной улучшения механических свойств композитов. Второй причиной стал фактор вероятности выдергивания графитовых сердечников и межкристаллитного растрескивания SiC (рис. 16, а), что может увеличить вязкость разрушения хрупких материалов SiC, как показано на рис. 14.

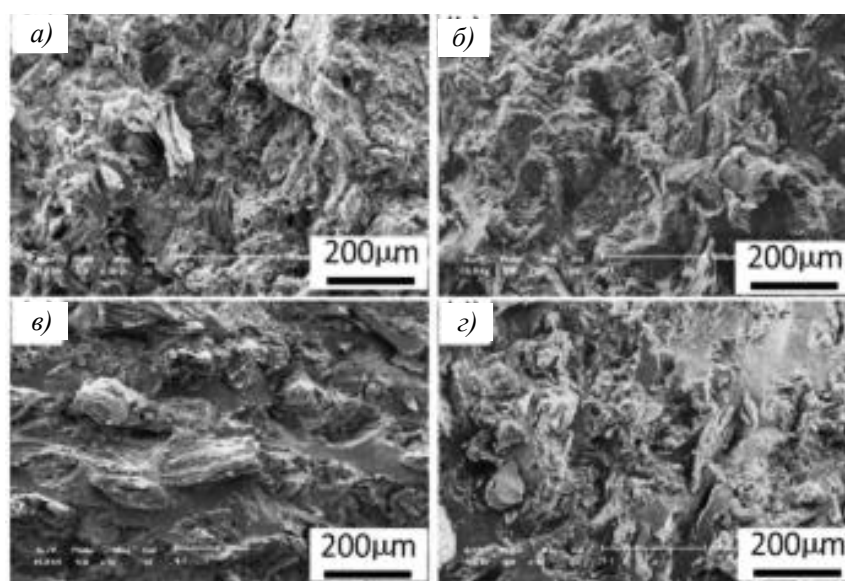


Рис. 16. Микроструктуры разрушения образцов с разным объемом спеченного карбида кремния и графита при температуре 2050 °C в течение 45 мин: 3:7 (а), 4:6 (б), 5:5 (в) и 6:4 (г)

Содержание графита повлияло на значительное увеличение работы разрушения композиционного материала. Таким образом, введение графита должно изменить поведение разрушения путем разветвления трещин в структуре материала.

Прогнозирование процесса роста трещины с помощью компьютерного моделирования

В работе [50] рассматривается компьютерное моделирование процесса роста трещины в керамике ZrB_2 с различной микроструктурой волокон и различными объемными долями мягкой фазы, обогащенной углеродом. Волокна получали методом экструдирования, после чего спекали в горячем графитовом прессе с резистивным нагревом с последующим уплотнением для заполнения свободного пространства между волокнами (рис. 17).

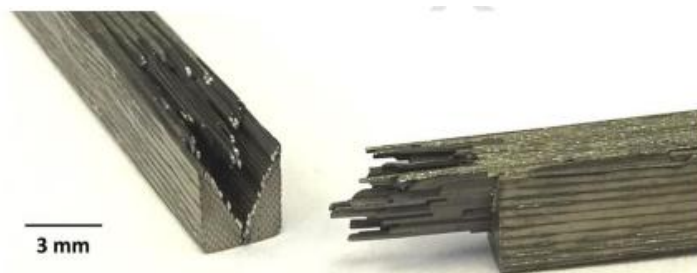


Рис. 17. Испытанный образец с шевронным надрезом, демонстрирующий отклонение трещины вдоль фазы границы ячейки

Содержание мягкой фазы в структуре материала от 10 до 30 % (объемн.) показало значения эффективной вязкости разрушения на 42 % больше, чем у чистого ZrB_2 , что согласовывалось с результатами, полученными экспериментальным методом. Каждая микроструктура с различным значением объемных долей мягкой фазы в некоторой степени продемонстрировала нехрупкое разрушение (рис. 18).

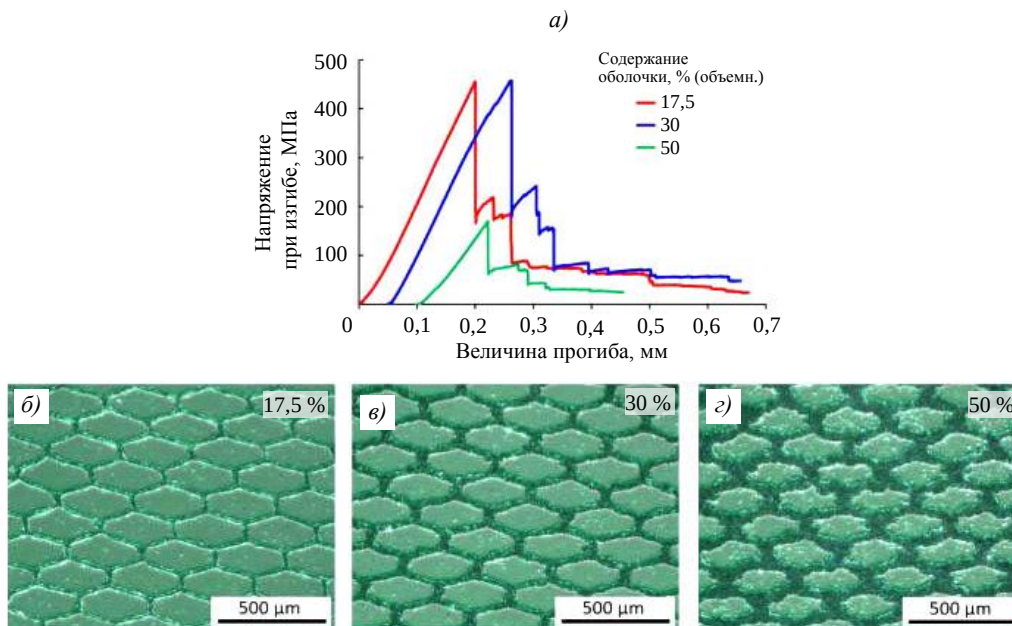


Рис. 18. Зависимость прочности при изгибе от величины прогиба композиционного материала ZrB_2 -C с различным объемным содержанием оболочки

Композиции 90:10, 82,5:17,5 и 70:30 (рис. 19) продемонстрировали одинаковую прочность при изгибе, а композиция 70:30 – самую высокую среднюю прочность ~370 МПа. В целом композиционные материалы продемонстрировали поведение, подобное волокнистым материалам. По сравнению с монолитным ячеистым материалом, волокнистый материал демонстрирует снижение прочности, но увеличение отклонения трещины и, следовательно, возрастание вязкости и работы разрушения.

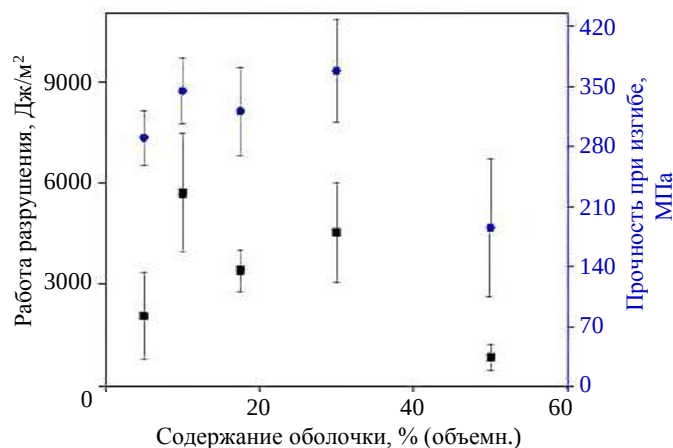


Рис. 19. Работа разрушения (■) и прочность при изгибе (●) композиционного материала ZrB_2-C с различным объемным содержанием оболочки

Работу разрушения этих образцов (рис. 19) рассчитывали только на основе неупругого участка кривой «напряжение–перемещение» (рис. 18), используя площадь под кривой после первых признаков зарождения трещины. Все три варианта микроструктуры показали сохранение нагрузки после первоначального появления трещины, что свидетельствует о нехрупкости ККМ при разрушении. При этом состав 90:10 продемонстрировал самую высокую работу разрушения 5720 Дж/м². После того, как первоначальные попытки измерить вязкость разрушения (K_{Ic}) оказались безуспешными, в качестве параметра для измерения свойств выбрана работа разрушения, измерения которой проводили в соответствии со стандартом ASTM C1421 на образцах с надрезом. Однако действительные испытания на определение K_{Ic} требуют, чтобы трещина прошла через надрез в режиме I. Для всех испытанных волокнистых материалов траектория трещины отклонялась от плоскости и следовала по фазе границы ячейки (рис. 17). Эта трещина указывает на повышенную прочность и вязкое разрушение, но делает измерения K_{Ic} недействительными.

Для изучения поведения J -интеграла рассмотрен волокнистый композиционный материал с ячейкой с высоким содержанием ZrB_2 и мягкой фазой в виде углерода, составляющей 10 % от всего композиционного материала. На рис. 20 представлены траектория трещины и рассчитанный J -интеграл для волокнистого композиционного материала, содержащего 10 % (объемн.) фазы, обогащенной С. Положение вершины трещины связано с положением ее аналогичной точки на диаграмме J -интеграла и показано на рис. 20, б. Значение J -интеграла в начале моделирования связано с началом распространения трещины в обогащенной углеродом фазе (~15 Дж/м²). Значение J -интеграла увеличивалось до достижения первого пика, затем резко снизилось до значения, связанного с распространением трещины в фазе, обогащенной углеродом. Это означает, что как только произойдет зарождение трещины, она будет распространяться в фазе, обогащенной углеродом, пока не встретит границу раздела между границей ячейки,

обогащенной углеродом, и ячейкой, обогащенной ZrB_2 . Затем J -интеграл увеличивается, когда трещина отклоняется под углом 60 градусов и распространяется вдоль края шестиугольника, обогащенного ZrB_2 . Упрочнение обусловлено упругими и прочностными неоднородностями, а также микроструктурой. Как только вершина трещины достигает угла шестиугольника, трещина продвигается к фазе, обогащенной углеродом, параллельно направлению x , и значение J -интеграла уменьшается до значения в фазе, обогащенной углеродом. Среднее из максимальных значений J -интеграла для средних 50 % длины выборки (когда время находится между ~50 и ~160 с) считалось эффективной вязкостью разрушения. Для волокнистого композиционного материала с 10 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом, эффективная вязкость разрушения составила ~31,3 Дж/м², что на 30 % выше значения вязкости разрушения в фазе, обогащенной ZrB_2 .

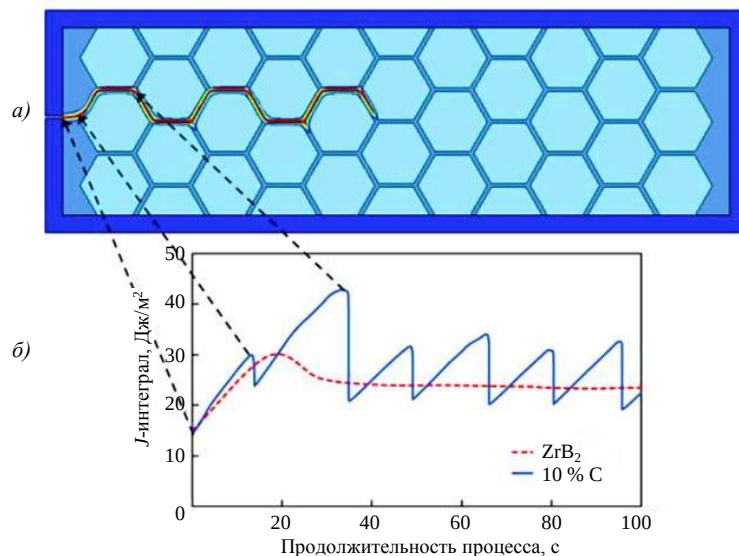


Рис. 20. Распространение трещины в керамическом материале с содержанием углерода 10 % (объемн.) (а) и соответствующий расчетный J -интеграл в зависимости от продолжительности процесса (б)

На рис. 21, а показано влияние различного содержания фазы, обогащенной углеродом, на эффективную вязкость разрушения в волокнистой керамике ZrB_2 -C. С одной стороны, увеличение содержания мягкого слоя, обогащенного углеродом, с 10 до 30 % (объемн.) не оказывает существенного влияния на рассчитанный J -интеграл или результирующую эффективную вязкость разрушения. С другой стороны, при увеличении содержания C до 50 % (объемн.) эффективная вязкость разрушения снижается до вязкости разрушения фазы, обогащенной углеродом (~22 Дж/м²). Такое поведение согласуется с экспериментальными измерениями. Снижение после первого пика на графике отклонения напряжения связано с начальным возникновением трещины при разрушении. Начальная точка трещины в композиционном материале с 50 % (объемн.) углерода соответствует меньшему напряжению изгиба, поэтому данная микроструктура имела самое низкое значение неупругой работы разрушения, что соответствует наименьшей вязкости разрушения. Траектория трещины для каждого случая представлена на рис. 21, б–д. Трещины при шестигранной микроструктуре проходят исключительно через фазу, обогащенную углеродом, что согласуется с экспериментальными наблюдениями (рис. 21, е). Для эффективной вязкости разрушения микроструктурной

керамики не существует стандартного метода измерения из-за смешанных режимов разрушения. Численные результаты для волокнистого ККМ системы ZrB_2 -C подтвердили, что модель может предсказывать увеличение эффективной вязкости разрушения керамики для микроstructures с различным объемным содержанием фазы, обогащенной углеродом.

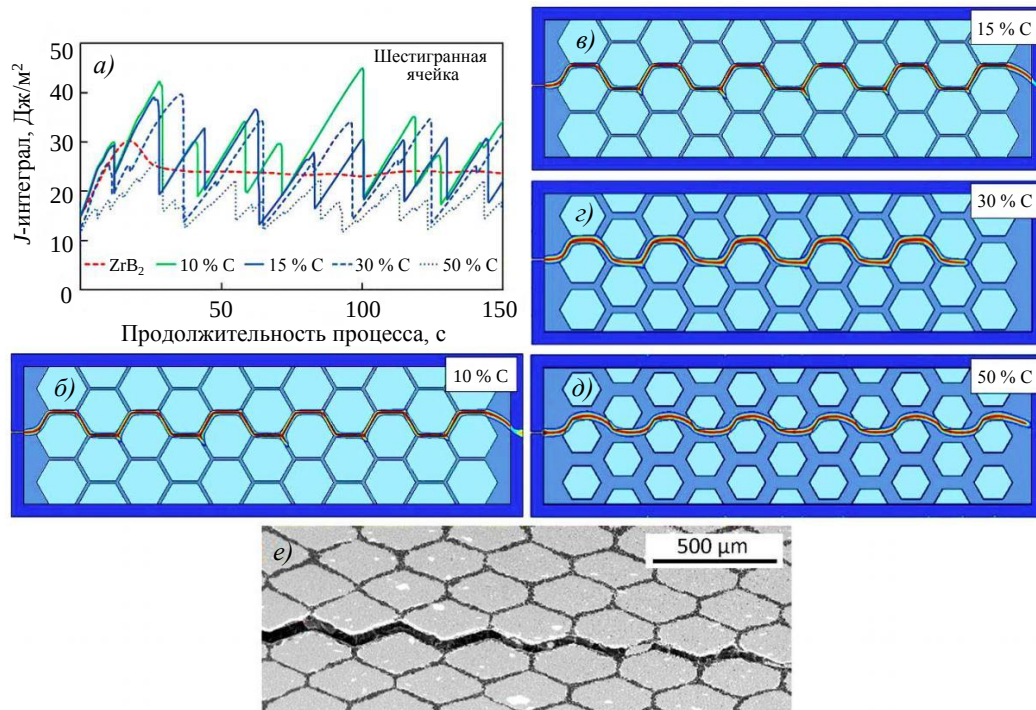


Рис. 21. Рассчитанный J -интеграл для фазы, обогащенной углеродом, в волокнистом композиционном керамическом материале (ККМ) (а) и траектория трещины для 10 (б), 15 (в), 30 (г) и 50 % (объемн.) (д) этой фазы, а также микроstructure ККМ с 10 % (объемн.) этой фазы, показывающая путь трещины (е)

На рис. 22, а показан рассчитанный J -интеграл для волокнистого ККМ с круглыми ячейками, имеющими различную объемную долю фазы, обогащенной углеродом, в пределах от 10 до 50 % (объемн.). На рис. 22, б с 10 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом, круглые ячейки контактируют друг с другом, а области между ними заполнены фазой, обогащенной углеродом. Увеличение силы, необходимой для распространения трещин, связано с отклонением трещины внутри круглых ячеек или распространением трещин вокруг круглых ячеек ZrB_2 . Эта возросшая сила увеличила J -интеграл, как показано на рис. 22, а. Для композиционного материала с 20 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом (рис. 22, в), эффективная вязкость разрушения составляла 35,5 Дж/м², что аналогично эффективной вязкости разрушения для образца с 10 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом. Для случаев с 30 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом (рис. 22, г), присутствует поворот траектории трещины на 9 градусов вокруг круглых ячеек ZrB_2 , что приводит к эффективной вязкости разрушения (ЭВР) 33,5 Дж/м². Даже траектория трещины в композиционном материале с 50 % (объемн.) фазы, обогащенной углеродом (рис. 22, д), не полностью прямая внутри фазы, обогащенной углеродом, и ЭВР гетерогенной системы приблизительно такая же, как для чистой углеродообогащенной фазы. Максимальное значение ЭВР при круглоячеистой микроstructure составило ~61 % от поверхностной энергии трещины ZrB_2 для фазы, обогащенной углеродом, – менее 20 % (объемн.).

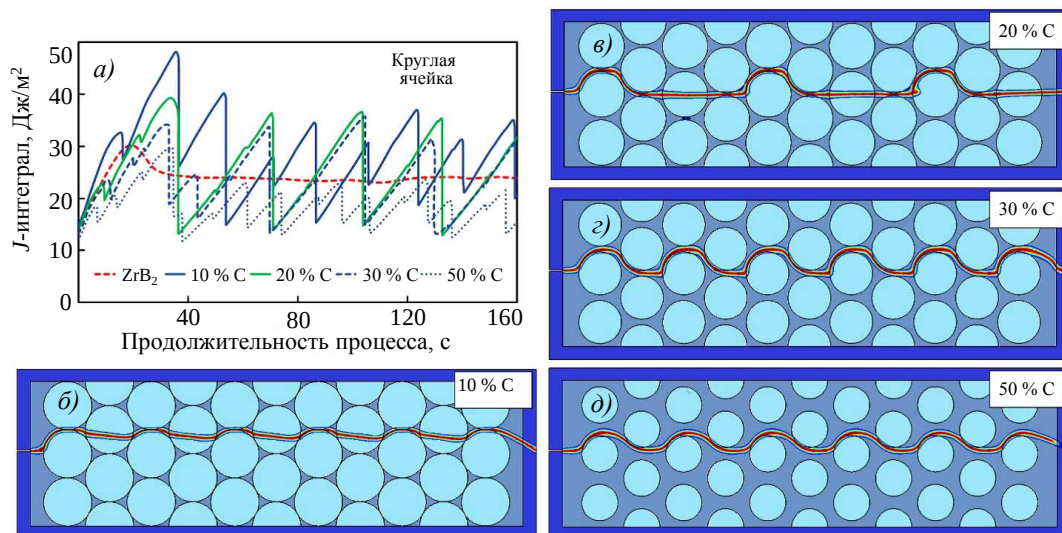


Рис. 22. Рассчитанный J -интеграл в зависимости от продолжительности процесса для различных содержаний фазы, обогащенной углеродом (а), и траектория трещины для 10 (б), 20 (в), 30 (г) и 50 % (объемн.) (д) этой фазы в композите ZrB_2 –C с круглыми ячейками

Заключения

Таким образом, проанализировав данные научно-технической литературы, можно сделать следующие заключения.

Керамические композиционные материалы, в микроструктуру которых входит до 50 % мягкой фазы, имеют улучшенные характеристики трещиностойкости и увеличенное значение работы разрушения. При образовании трещины такие материалы не теряют способности выдерживать приложенную нагрузку.

С помощью методов компьютерного моделирования можно предварительно оценить влияние фазового состава на поведение трещины в процессе ее роста, подобрав оптимальные параметры микроструктуры ККМ, тем самым увеличив работу разрушения материала и критический КИН.

Измерение критического КИН методом индентирования пирамидой Виккерса имеет ряд недостатков в связи с наличием существенной зависимости измеряемого параметра от места приложения пирамиды на поверхности материала. Помимо этого, накладываются определенные трудности при проведении подобного измерения при повышенных температурах.

Измерение критического КИН методом трех- и четырехточечного изгиба позволяет минимизировать расход материала на изготовление испытательных образцов, однако возникают сложности в виде измерения длины прогрессирующей трещины в образце после каждого цикла нагружения. В общем случае в научно-технической литературе, приведенной в данной статье, использовался оптический метод измерения длины трещины, который предполагает разгрузку и снятие образца с испытательной машины с последующим измерением длины трещины с помощью микроскопа. Данный метод значительно более точен по сравнению с методом индентирования пирамидой Виккерса.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Работы (исследования) выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (Соглашение № 075-11-2021-085 от 22.12.2021).

Список источников

1. Бурковская Н.П., Севостьянов Н.В. Металлокерамические композиционные материалы для подшипников скольжения (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
2. Воронов В.А., Чайникова А.С., Лебедева Ю.Е., Житнюк С.В. Получение, физико-механические и триботехнические свойства горячепрессованного углерод-керамического композиционного материала на основе карбида кремния // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 2 (67). Ст. 07. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.01.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-74-84.
3. Тютин С.С., Иляхинский И.А., Камнев М.А., Африкантов Г.Г. Сравнительная оценка опытных образцов вкладышей подшипников для герметичных электронасосов на стойкость в среде воды высоких параметров // Сб. мат. науч.-практ. конф. «Ядерные технологии: от исследований к внедрению – 2019». Н. Новгород: НГТУ им. Р.Е. Алексеева, 2019. С. 49–50.
4. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В., Солнцев С.С. Перспективные высокотемпературные керамические композиционные материалы // Российский химический журнал. 2010. Т. 54. № 1. С. 20–24.
5. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В. Высокотемпературный безволоконный керамический композиционный материал // Тез. Междунар. науч.-техн. конф. «Актуальные вопросы авиационного материаловедения». М.: ВИАМ, 2007. С. 83.
6. Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы. М.: Metallurgia, 1977. 215 с.
7. Гринчук П.С., Кияшко М.В., Степкин М.О. и др. Получение плотной реакционно-связанной керамики на основе карбида кремния // Тепло- и массоперенос-2017: сб. науч. тр. Минск, 2017. С. 56–86.
8. Кияшко М.В. Закономерности формирования керамики на основе реакционно-связанного карбида кремния при наличии свободного кремния: автореф. дис. ... кан. физ.-мат. наук. Минск, 2023. 29 с.
9. Житнюк С.В., Сорокин О.Ю., Журавлева П.Л. Керамика на основе карбида кремния, полученная спеканием гранулированного порошка // Труды ВИАМ. 2020. № 2 (86). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.02.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-50-59.
10. Севастьянов В.Г., Симоненко Е.П., Симоненко Н.П., Гращенков Д.В., Солнцев С.С., Ермакова Г.В., Прокопченко Г.М., Каблов Е.Н., Кузнецов Н.Т. Получение нитевидных кристаллов карбида кремния с применением золь-гель метода в объеме SiC-керамики // Композиты и наноструктуры. 2014. Т. 6. № 4. С. 198–211.
11. Yan J., Zhang Zh., Kuriyagawa T. Mechanism for material removal in diamond turning of reaction-bonded silicon carbide // International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2009. Vol. 49. P. 366–374. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2008.12.007.
12. Cook J., Gordon J., Evans C., Marsh D. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems // Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. The Royal Society, 1964. P. 508–520.
13. Clegg W., Kendall K., Alford N.M., Button T., Birchall J. A simple way to make tough ceramics // Nature. 1990. Vol. 347. Is. 6292. P. 455–457.
14. Севостьянова И.Н., Хань Лян, Буякова С.П. Формирование структуры и свойств гетеромодульных многокомпонентных керамических композиционных материалов на основе диборида циркония // Сб. докл. Междунар. конф. «Физическая мезомеханика. Материалы с многоуровневой иерархически организованной структурой и интеллектуальные технологии». Томск, 2023. С. 580–581.
15. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Балинова Ю.А. Перспективные армирующие высокотемпературные волокна для металлических и керамических композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2005. № 2. С. 3–5.
16. Popov O., Chornobuk S., Vishnyakov V. Structure formation of TiB_2 - TiC - B_4C -C hetero-modulus ceramics via reaction hot pressing // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2017. Vol. 64. P. 106–112. DOI: 10.1016/j.jrmhm.2017.01.012.

17. Popov O., Vishnyakov V. Fracture toughness in some hetero-modulus composite carbides: carbon inclusions and voids // *Advances in Applied Ceramics*. 2017. Vol. 116. No. 2. P. 61–70. DOI: 10.1080/17436753.2016.1208470.
18. Chakrabarti O.P., Ghosh S., Mukerji J. Influence of grain size, free silicon content and temperature on the strength and toughness of reaction-bonded silicon carbide // *Ceramics International*. 1994. Vol. 20. P. 283–286. DOI: 10.1016/0272-8842(94)90042-6.
19. Wilhelm M., Wruss W. Influence of annealing on the mechanical properties of SiC–Si composites with sub-micron SiC microstructures // *Journal of the European Ceramic Society*. 2000. Vol. 20. P. 1205–1213. DOI: 10.1016/S0955-2219(99)00275-7.
20. Wang Y., Tan S., Jiang D. The effect of porous carbon preform and the infiltration process on the properties of reaction-formed SiC // *Carbon*. 2004. Vol. 42. P. 1833–1839. DOI: 10.1016/j.carbon.2004.03.018.
21. Huang Q.W., Zhu L.H. High-temperature strength and toughness behaviors for reaction-bonded SiC ceramics below 1400 °C // *Materials letters*. 2005. Vol. 59. P. 1732–1735. DOI: 10.1016/j.matlet.2005.01.049.
22. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов: в 2 ч. М.: Машиностроение, 1972. Ч. 2: Механические испытания. Конструкционная прочность. 368 с.
23. Гнесин Б.А. Возможности управления связностью карбида кремния в композиционных материалах карбид кремния – силициды молибдена // *Наука и образование*. 2014. № 12. С. 941–950. DOI: 10.7463/1214.0751844.
24. Перевислов С.Н. Оценка трещиностойкости реакционно-спеченных композиционных материалов на основе карбида бора // *Новые огнеупоры*. 2019. № 3. С. 49–54. DOI: 10.17073/1683-4518-2019-3-49-54.
25. Chicot D., Tricoteaux A. Mechanical Properties of Ceramic by Indentation: Principle and Applications // *Ceramic Materials. InTech*, 2010. P. 116–154.
26. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Уткин Д.А., Автаева Я.В. Оборудование для определения физико-механических характеристик материалов методом вдавливания (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.02.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-107-124.
27. Rao X., Zhang F., Luo X., Ding F. Characterization of hardness, elastic modulus and fracture toughness of RB–SiC ceramics at elevated temperature by Vickers test // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 744. P. 426–435. DOI: 10.1016/j.msea.2018.12.044.
28. Лапицкая В.А., Кузнецова Т.А., Чижик С.А., Гринчук П.С. Определение трещиностойкости с использованием АСМ // *Сб. докл. XIII Междунар. конф. «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии»*. Минск, 2018. С. 260–266.
29. Lynn A. Development and characterization of spiral additions in a ceramic matrix // *Materials science and engineering: Masters Theses*. 2014. No. 7326. 71 p.
30. ASTM C1161-13. Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature. West Conshohocken: ASTM International, 2013. 19 p.
31. ASTM C1421-16. Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 31 p.
32. Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г., Буякова С.П. Исследование трещиностойкости гетеромодульных композитов ZrC/C SEVNB-методом // *Тез. конф. «Физическая мезомеханика. Материалы с многоуровневой иерархически организованной структурой и интеллектуальные производственные технологии»*. Томск, 2020. С. 330–331. DOI: 10.17223/9785946219242/212.
33. Мировой Ю.А. Керамические композиционные материалы с высокой трещиностойкостью на основе карбида, оксида и борида циркония: дис. ... канд. техн. наук. Томск, 2023. 145 с.
34. Ferraro C. Bio-inspired ceramic based composites. London, 2016. 246 p. DOI: 10.25560/45538.
35. Munz D., Fett T. *Ceramics: mechanical properties, failure behavior, material selection*. Springer, 1999. 298 p.
36. Hubner H., Jillek W. Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina // *Journal of Materials Science*. 1977. Vol. 12. P. 117–125. DOI: 10.1007/BF00738476.

37. Nose T., Fujii T. Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked-beam method // *Journal of the American Ceramic Society*. 1988. Vol. 71. P. 328–333. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1988.tb05049.x.
38. Cui W., Li M., Liu J. et al. A Strong Integrated Strength and Toughness Artificial Nacre Based on Dopamine Cross-Linked Graphene Oxide // *ACS Nano*. 2014. Vol. 8. P. 9511–9517. DOI: 10.1021/nn503755c.
39. ASTM E1820-15a. Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. West Conshohocken: ASTM International, 2015. 48 p.
40. Zimmermann J.W., Hilmas G.E., Fahrenholtz W.G. Thermal Shock Resistance and Fracture Behavior of ZrB₂-Based Fibrous Monolith Ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. 2009. Vol. 92. Is. 1. P. 161–166.
41. Kamiya A., Nakano K., Kondoh A. Fabrication and properties of hot-pressed SiC whisker-reinforced TiB₂ and TiC composites // *Journal of Materials Science Letters*. 1989. Vol. 8. P. 566–568. DOI: 10.1007/BF00720300.
42. Munro R.G. Material Properties of a Sintered α -SiC // *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. 1997. Vol. 26. Is. 5. P. 1195–1203. DOI: 10.1063/1.556000.
43. Luo Z., Zhou X., Yu J. Mechanical properties of SiC/SiC composites by PIP process with a new precursor at elevated temperature // *Materials Science and Engineering: A*. 2014. Vol. 607. P. 155–161. DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.011.
44. Magley D., Winholtz F., Faber K. Residual Stresses in a Two-Phase Microcracking Ceramic // *Journal of the American Ceramic Society*. 1990. Vol. 73. Is. 6. P. 1641–1644. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb09808.x.
45. Teague M. Modeling and Measurement of Thermal Residual Stresses and Isotope Effects on Thermo Physical Properties of ZrB₂-SiC Ceramics // *Materials Science and Engineering: Master Thesis*. Missouri, 2008. No. 4624. 111 p.
46. A Method for Toughening via the Production of Spiral Architectures through Powder Loaded Polymer Extrusion and Toughened Materials Formed Thereby: pat. US8192853; appl. 12.09.08; publ. 19.03.09.
47. King D.S., Fahrenholtz W.G., Hilmas G.E. Silicon carbide-titanium diboride ceramic composites // *Journal of the European Ceramic Society*. 2013. Vol. 33. Is. 15–16. P. 2943–2951. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.03.031.
48. Yu L., Zhao J., Yue X.Y. et al. Microstructure and Properties of Graphite Embedded SiC Composite by Coating Method // *Advanced Materials Research*. 2010. Vol. 105–106. P. 855–858. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.105-106.855.
49. Sieber N., Seyller Th., Ley L. et al. Synchrotron x-ray photoelectron spectroscopy study of hydrogen-terminated 6H-SiC {0001} surfaces // *Physical Review B*. 2003. Vol. 67. Is. 20. P. 205304. DOI: 10.1103/PhysRevB67.205304.
50. Emdadi A., Watts J., Fahrenholtz W.G. et al. Predicting effective fracture toughness of ZrB₂-based ultra-high temperature ceramics by phase-field modeling // *Materials & Design*. 2020. Vol. 192. P. 11. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108713.

References

1. Burkovskaya N.P., Sevostyanov N.V. Cermets for plain bearings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 14, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
2. Voronov V.A., Chainikova A.S., Lebedeva Yu.E., Zhitnyuk S.V. Production, physico-mechanical and tribotechnical properties of hot-pressed carbon-ceramic composite material on the basis of silicon carbide. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), paper no. 07. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 14, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-74-84.
3. Tyutin S.S., Ilyakhinsky I.A., Kamnev M.A., Afrikantov G.G. Comparative evaluation of prototypes of bearing shells for sealed electric pumps for resistance to high-parameter water. *Reports Sci.-Pract. Conf. «Nuclear technologies: from research to implementation–2019»*. N. Novgorod: NSTU named after R.E. Alekseev, 2019, pp. 49–50.

4. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S. Promising high-temperature ceramic composite materials. *Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal*, 2010, vol. 54, no. 1, pp. 20–24.
5. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V. High-temperature fiber-free ceramic composite material. *Abstract Int. Sci.-Tech. conf. «Actual issues of aviation materials science»*. Moscow: VIAM, 2007, p. 83.
6. Gnesin G.G. *Silicon carbide materials*. Moscow: Metallurgiya, 1977, 215 p.
7. Grinchuk P.S., Kiyashko M.V., Stepkin M.O. et al. Production of dense reaction-bonded ceramics based on silicon carbide. *Heat and mass transfer–2017*. Minsk, 2017, pp. 56–86.
8. Kiyashko M.V. *Regularities of formation of ceramics based on reaction-bonded silicon carbide in the presence of free silicon*: abstract thesis, Cand. Sc. (Phys. & Math). Minsk, 2023, 29 p.
9. Zhitnyuk S.V., Sorokin O.Yu., Zhuravleva P.L. Silicon carbide ceramics obtained by sintering granular powder. *Trudy VIAM*, 2020, no. 2 (86), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 05, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-50-59.
10. Sevastyanov V.G., Simonenko E.P., Simonenko N.P., Grashchenkov D.V., Solntsev S.S., Ermakova G.V., Prokopchenko G.M., Kablov E.N., Kuznetsov N.T. Production of silicon carbide whiskers using the sol-gel method in the bulk of SiC ceramics. *Kompozity i nanostruktury*, 2014, vol. 6, no. 4, pp. 198–211.
11. Yan J., Zhang Zh., Kuriyagawa T. Mechanism for material removal in diamond turning of reaction-bonded silicon carbide. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2009, vol. 49, pp. 366–374. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2008.12.007.
12. Cook J., Gordon J., Evans C., Marsh D. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. The Royal Society, 1964, pp. 508–520.
13. Clegg W., Kendall K., Alford N.M., Button T., Birchall J. A simple way to make tough ceramics. *Nature*, 1990, vol. 347, is. 6292, pp. 455–457.
14. Sevostyanova I.N., Han Liang, Buyakova S.P. Formation of the structure and properties of heteromodular multicomponent ceramic composite materials based on zirconium diboride. *Reports Int. Conf. «Physical mesomechanics. Materials with a multilevel hierarchically organized structure and intelligent technologies»*. Tomsk, 2023, pp. 580–581.
15. Kablov E.N., Shchetanov B.V., Ivakhnenko Yu.A., Balinova Yu.A. Promising reinforcing high-temperature fibers for metal and ceramic composite materials. *Aviacionnye materiay i tehnologii*, 2005, no. 2, pp. 3–5.
16. Popov O., Chornobuk S., Vishnyakov V. Structure formation of $\text{TiB}_2\text{--TiC--B}_4\text{C--C}$ hetero-modulus ceramics via reaction hot pressing. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2017, vol. 64, pp. 106–112. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2017.01.012.
17. Popov O., Vishnyakov V. Fracture toughness in some hetero-modulus composite carbides: carbon inclusions and voids. *Advances in Applied Ceramics*, 2017, vol. 116, no. 2, pp. 61–70. DOI: 10.1080/17436753.2016.1208470.
18. Chakrabarti O.P., Ghosh S., Mukerji J. Influence of grain size, free silicon content and temperature on the strength and toughness of reaction-bonded silicon carbide. *Ceramics International*, 1994, vol. 20, pp. 283–286. DOI: 10.1016/0272-8842(94)90042-6.
19. Wilhelm M., Wruss W. Influence of annealing on the mechanical properties of SiC–Si composites with sub-micron SiC microstructures. *Journal of the European Ceramic Society*, 2000, vol. 20, pp. 1205–1213. DOI: 10.1016/S0955-2219(99)00275-7.
20. Wang Y., Tan S., Jiang D. The effect of porous carbon preform and the infiltration process on the properties of reaction-formed SiC. *Carbon*, 2004, vol. 42, pp. 1833–1839. DOI: 10.1016/j.carbon.2004.03.018.
21. Huang Q.W., Zhu L.H. High-temperature strength and toughness behaviors for reaction-bonded SiC ceramics below 1400 °C. *Materials letters*, 2005, vol. 59, pp. 1732–1735. DOI: 10.1016/j.matlet.2005.01.049.
22. Friedman Ya.B. *Mechanical properties of metals*: in 2 parts. Moscow: Mashinostroenie, 1972, part 2: Mechanical tests. Structural strength, 368 p.

23. Gnesin B.A. Possibilities of controlling the connectivity of silicon carbide in silicon carbide - molybdenum silicide composite materials. *Nauka i obrazovanie*, 2014, no. 12, pp. 941–950. DOI: 10.7463/1214.0751844.
24. Perevislov S.N. Evaluation of crack resistance of reaction-sintered composite materials based on boron carbide. *Novye ognepory*, 2019, no. 3, pp. 49–54. DOI: 10.17073/1683-4518-2019-3-49-54.
25. Chicot D., Tricoteaux A. Mechanical Properties of Ceramic by Indentation: Principle and Applications. *Ceramic Materials*. InTech, 2010, pp. 116–154.
26. Oreshko E.I., Erasov V.S., Utkin D.A., Avtayeve Ya.V. The equipment for definition of physico-mechanical characteristics of materials by press-in method (review). *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 12. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 12, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-107-124.
27. Rao X., Zhang F., Luo X., Ding F. Characterization of hardness, elastic modulus and fracture toughness of RB–SiC ceramics at elevated temperature by Vickers test. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 744, pp. 426–435. DOI: 10.1016/j.msea.2018.12.044.
28. Lapitskaya V.A., Kuznetsova T.A., Chizhik S.A., Grinchuk P.S. Determination of crack resistance using AFM. *Reports XIII Int. Conf. «Methodological aspects of scanning probe microscopy»*. Minsk, 2018, pp. 260–266.
29. Lynn A. Development and characterization of spiral additions in a ceramic matrix. *Materials science and engineering: Masters Theses*, 2014, no. 7326, 71 p.
30. ASTM C1161-13. *Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature*. West Conshohocken: ASTM International, 2013, 19 p.
31. ASTM C1421-16. *Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics*. West Conshohocken: ASTM International, 2016, 31 p.
32. Mirov Yu.A., Burlachenko A.G., Buyakova S.P. Study of crack resistance of heteromodal ZrC/C composites by the SEVNB method. *Reports conf. «Physical mesomechanics. Materials with a multilevel hierarchically organized structure and intelligent manufacturing technologies»*. Tomsk, 2020, pp. 330–331. DOI: 10.17223/9785946219242/212.
33. Mirov Yu.A. *Ceramic composite materials with high crack resistance based on zirconium carbide, oxide and boride*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Tomsk, 2023, 145 p.
34. Ferraro C. *Bio-inspired ceramic based composites*. London, 2016, 246 p. DOI: 10.25560/45538.
35. Munz D., Fett T. *Ceramics: mechanical properties, failure behavior, material selection*. Springer, 1999, 298 p.
36. Hubner H., Jillek W. Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina. *Journal of Materials Science*, 1977, vol. 12, pp. 117–125. DOI: 10.1007/BF00738476.
37. Nose T., Fujii T. Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked-beam method. *Journal of the American Ceramic Society*, 1988, vol. 71, pp. 328–333. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1988.tb05049.x.
38. Cui W., Li M., Liu J. et al. A Strong Integrated Strength and Toughness Artificial Nacre Based on Dopamine Cross-Linked Graphene Oxide. *ACS Nano*, 2014, vol. 8, pp. 9511–9517. DOI: 10.1021/nn503755c.
39. ASTM E1820-15a. *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*. West Conshohocken: ASTM International, 2015, 48 p.
40. Zimmermann J.W., Hilmas G.E., Fahrenholtz W.G. Thermal Shock Resistance and Fracture Behavior of ZrB₂-Based Fibrous Monolith Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2009, vol. 92, is. 1, pp. 161–166.
41. Kamiya A., Nakano K., Kondoh A. Fabrication and properties of hot-pressed SiC whisker-reinforced TiB₂ and TiC composites. *Journal of Materials Science Letters*, 1989, vol. 8, pp. 566–568. DOI: 10.1007/BF00720300.
42. Munro R.G. Material Properties of a Sintered α -SiC. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 1997, vol. 26, is. 5, pp. 1195–1203. DOI: 10.1063/1.556000.
43. Luo Z., Zhou X., Yu J. Mechanical properties of SiC/SiC composites by PIP process with a new precursor at elevated temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 607, pp. 155–161. DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.011.

44. Magley D., Winholtz F., Faber K. Residual Stresses in a Two-Phase Microcracking Ceramic. *Journal of the American Ceramic Society*, 1990, vol. 73, is. 6, pp. 1641–1644. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb09808.x.
45. Teague M. Modeling and Measurement of Thermal Residual Stresses and Isotope Effects on Thermo Physical Properties of ZrB_2 –SiC Ceramics. *Materials Science and Engineering: Master Thesis*. Missouri, 2008, no. 4624, 111 p.
46. *A Method for Toughening via the Production of Spiral Architectures through Powder Loaded Polymer Extrusion and Toughened Materials Formed Thereby*: pat. US8192853; appl. 12.09.08; publ. 19.03.09.
47. King D.S., Fahrenholtz W.G., Hilmas G.E. Silicon carbide-titanium diboride ceramic composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2013, vol. 33, is. 15–16, pp. 2943–2951. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2013.03.031.
48. Yu L., Zhao J., Yue X.Y. et al. Microstructure and Properties of Graphite Embedded SiC Composite by Coating Method. *Advanced Materials Research*, 2010, vol. 105–106, pp. 855–858. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.105-106.855.
49. Sieber N., Seyller Th., Ley L. et al. Synchrotron x-ray photoelectron spectroscopy study of hydrogen-terminated 6H-SiC {0001} surfaces. *Physical Review B*, 2003, vol. 67, is. 20, p. 205304. DOI: 10.1103/PhysRevB67.205304.
50. Emdadi A., Watts J., Fahrenholtz W.G. et al. Predicting effective fracture toughness of ZrB_2 -based ultra-high temperature ceramics by phase-field modeling. *Materials & Design*, 2020, vol. 192, p. 11. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108713.

Информация об авторах

Ерин Кирилл Дмитриевич, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Сорокин Олег Юрьевич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Монин Сергей Алексеевич, старший научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Горбовец Михаил Александрович, начальник Испытательного центра, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Kirill D. Erin, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Oleg Yu. Sorokin, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Sergey A. Monin, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Michael A. Gorbovets, Head of Testing Center, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 28.06.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 12.07.2024.
The article was submitted 28.06.2024; approved and accepted for publication after reviewing 12.07.2024.