НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, 2022, том 58, № 1, с. 110–116

УДК 661.183.4-911.48

ВЛИЯНИЕ ВИСКЕРОВ КАРБИДА КРЕМНИЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА ZrB_2/SiC

© 2022 г. В. А. Воронов[1, *], Ю. Е. Лебедева[1], А. С. Чайникова[1], Д. М. Ткаленко[1], А. А. Шавнев[1]

[1]*Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов, ул. Радио, 17, Москва, 105005 Россия*

**e-mail: voronovvs89@gmail.com*

Поступила в редакцию 26.01.2021 г.
После доработки 21.09.2021 г.
Принята к публикации 22.09.2021 г.

В работе методом искрового плазменного спекания получены керамические композиционные материалы на основе $ZrB_2/(20 - x)SiC/xSiC_w$ (x = 0.5–1.5 об. %) и установлено влияние содержания вискеров карбида кремния на их физико-механические и теплофизические свойства. Керамический композиционный материал ZrB_2/SiC с содержанием 0.5 об. % вискеров карбида кремния обладал наилучшими свойствами, при этом введение карбида кремния обеспечило повышение кажущейся плотности до 99.7% и снижение открытой пористости до 0.13%, а также повышение микротвердости до 16.4 ГПа и критического коэффициента интенсивности напряжений до 5.7 МПа м$^{1/2}$, а значение предела прочности при изгибе – до 580 МПа.

Ключевые слова: керамический композиционный материал, вискеры карбида кремния, предел прочности при изгибе, критический коэффициент интенсивности напряжений

DOI: 10.31857/S0002337X22010134

ВВЕДЕНИЕ

Диборид циркония ZrB_2 с гексагональной кристаллической решеткой и сильными ковалентными связями обладает высокой температурой плавления (≈3245°C), высокой химической стабильностью в широком диапазоне температур и стойкостью к разрушению. Также к основным свойствам диборида циркония относятся низкая плотность (6.119 г/см^3) по сравнению с другими боридами тугоплавких металлов, относительно высокая электро- и теплопроводность (1.0×10^7 См/м и 60 Вт/(м K) соответственно).

Авторы [1, 2] обнаружили, что физико-механические свойства керамики могут быть значительно улучшены путем введения субмикронных керамических частиц в матрицу или на границы зерен керамической матрицы. Одной из наиболее распространенных добавок, используемых для улучшения процесса уплотнения путем взаимодействия с оксидными примесями, термических и физико-механических свойств, в частности вязкости разрушения и стойкости к окислению, является карбид кремния (SiC) [2–6]. При воздействии окислительной среды при повышенных температурах в образцах на основе керамических композиционных материалов (**ККМ**) ZrB_2/SiC происходит одновременное окисление фаз ZrB_2 и SiC, что приводит к образованию на поверхности боросиликатного стекла, препятствующего быстрой диффузии кислорода в объем материала, тугоплавких силикатов и оксида циркония, обладающих низким давлением пара. Материалы ZrB_2/SiC обладают более высокой прочностью, вязкостью разрушения, чем ZrB_2 [2, 3, 6–8]. Улучшение механических свойств достигается за счет сохранения мелкого зерна и равномерного распределения упрочняющей фазы. ККМ на основе ZrB_2 с добавками SiC обычно получают методами горячего прессования [5, 6, 9] и искрового плазменного спекания [4, 6, 10], в частности, с комбинированным (гибридным) нагревом, включающим в себя как метод искрового плазменного спекания, так и индукционный нагрев [11, 12]. Более того, одним из факторов повышения прочности при изгибе ККМ ZrB_2/SiC является то, что SiC ограничивает рост зерна ZrB_2 во время уплотнения [2, 3, 6]. Авторы [13] подтверждают, что прочность при изгибе образцов на основе ZrB_2 увеличилась при добавлении частиц карбида кремния (30 об. % SiC) с 550 до 1100 МПа, а вязкость разрушения с 3.5 до 5.3 МПа м$^{1/2}$.

Недавние исследования [14] показали, что прочность при изгибе горячепрессованных материалов ZrB_2/SiC контролируется размером зерна SiC. При среднем размере зерна SiC ~ 6 мкм прочность при изгибе составляла менее 400 МПа, при уменьшении размера частиц SiC до 1 мкм или меньше – достигала 900 МПа.

В [3] было установлено, что при использовании мелкодисперсного исходного порошка SiC (средний размер частиц ~0.45 мкм) в спеченной без давления керамике ZrB_2–SiC наблюдалось образование нитевидных зерен SiC длиной ~20 мкм.

В связи с высоким содержанием примесей, в частности кислородсодержащих соединений, в исходных компонентах в работе [2] предпринято введение в ККМ на основе ZrB_2/SiC частиц B_4C, C, WC и VC в сочетании с контролем атмосферы спекания, которые могут использоваться для ускорения уплотнения посредством реакционного спекания.

Однако неудовлетворительная вязкость разрушения и низкая стойкость к тепловому удару все еще препятствуют широкому применению ККМ на основе ZrB_2/SiC в высокотемпературной окислительной атмосфере.

Результаты [9, 15–20] показали, что введение вискеров (нитевидных кристаллов), чешуек или коротких волокон в состав керамических материалов повышает уровень механических свойств образцов. В высокотемпературных керамических материалах вискеры карбида кремния используются в качестве компонентов армирования благодаря их высоким прочности и модулю упругости, а также химической инертности.

В работах [18, 19] отмечено, что прочность при изгибе монолитной керамики на основе ZrB_2 была значительно улучшена благодаря введению в состав до 20 об. % вискеров SiC. В образцах ККМ SiC-вискеры позволяют погасить распространение трещины, что приводит к улучшению вязкости разрушения. Однако образцы, содержащие до 20 об. % армирующей добавки, характеризуются высокой пористостью, относительная плотность составляет не более 95%.

В работах [21, 22] получены ККМ, содержащие как мелкодисперсные частицы SiC, так и нитевидные кристаллы SiC, что привело к улучшению механических свойств и сопротивления тепловому удару.

В работах [23, 24] методом горячего прессования получены дисперсно-упрочненные и слоистые ККМ состава ZrB_2/SiC/SiC_w. Установлено, что спеченные образцы ZrB_2 с 20 об. % вискеров SiC обладают высокой пористостью, при этом исходная морфология вискеров претерпевает значительные изменения в процессе спекания. Введение в данную систему мелкодисперсных частиц SiC (d_{50} = 0.5 мкм) способствует повышению относительной плотности до 98.1%, а также увеличению предела прочности при изгибе на 12.2%.

Цель данной работы – изучение технологических подходов к получению ККМ ZrB_2/(20 – – x)SiC/$x$$SiC_w$ (где x = 0.5–1.5 об. %) с использованием вискеров карбида кремния SiC_w с различными размерами, обладающих плотностью, приближенной к теоретической, повышенными физико-механическими и теплофизическими свойствами, позволяющими использовать полученные материалы в элементах конструкции авиационной техники.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 14.1: Конструкционные керамические композиционные материалы (“Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года”) [25].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Получение материалов. Для исследования физико-механических и теплофизических свойств ККМ на основе ZrB_2/SiC на установке искрового плазменного спекания (**ИПС**) были изготовлены керамические образцы диаметром 70 и высотой 5 мм. Для получения образцов ККМ ZrB_2/(20 – – x)SiC/$x$$SiC_w$ (x = 0.5–1.5 об. %) использовали порошок диборида циркония (ZrB_2) со средним размером частиц 1.7 мкм, содержащий примеси (мас. %): C – 0.11, O – 0.9, N – 0.18, Hf – 0.46; порошок карбида кремния SiC со средним размером частиц 1.2 мкм, содержащий примеси (мас. %): O – 0.6, Al – 0.028, Ca – 0.01, Ni – 0.022, Fe – 0.17; вискеры карбида кремния SiC_{w1}, содержащие примеси (мас. %): Ti – 0.95, Fe – 0.76, Al – 0.17, Ca – 0.47, Y – 0.18, O – 0.77; вискеры карбида кремния SiC_{w2}, содержащие примеси (мас. %): Ti – 0.36, Fe – 0.28, Al – 0.21, Ca – 1.43, O – 1.70; графит (0.37 мас. % от общей массы шихтового материала) со средним размером частиц 1.8 мкм, содержащий примеси (мас. %): Fe – 0.12, Si – 0.10, S – 0.08, Ca – 0.08.

Для получения ККМ ZrB_2/SiC с равномерным распределением частиц в объеме проводили совместное перемешивание порошков карбида кремния, диборида циркония и графита в планетарной мельнице в течение не менее 1 ч при скорости вращения размольных стаканов не менее 300 об/мин. Материал размольной гарнитуры – карбид вольфрама WC. При этом средний размер частиц шихтового материала после перемешивания составлял 1.2 мкм. Далее к водно-спиртовой суспензии вискеров карбида кремния, полученной с применением ультразвукового диспергатора (время воздействия составляло не менее 20 мин), при активном перемешивании и диспергировании

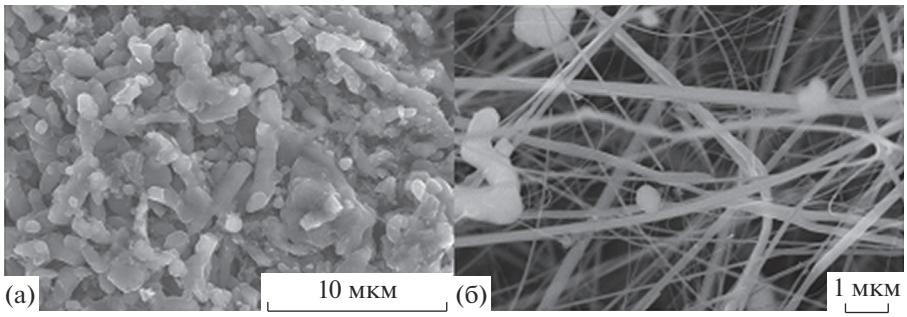

Рис. 1. Микрофотографии вискеров карбида кремния SiC_{w1} (а) и SiC_{w2} (б).

добавляли необходимое количество ранее приготовленного шихтового материала. Время воздействия ультразвукового диспергатора определялось достижением однородной суспензии. Затем образцы помещали в сушильный шкаф при температуре 80°С для удаления жидкой фазы до постоянной массы.

Полученный порошок просеивали через сито с ячейками 200 мкм и проводили процесс спекания на установке гибридного ИПС в вакууме при температуре до 1900°С, скорости нагрева до 100°С/мин, выдержке при целевой температуре до 30 мин, усилии прессования не более 50 МПа.

Методы исследования. Открытую пористость и кажущуюся плотность образцов измеряли с помощью лабораторных аналитических весов гидростатическим взвешиванием согласно ГОСТ 2409-95.

Микроструктуру ККМ исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (Hitachi SU 8010).

Фазовый состав образцов определяли на полированной поверхности с помощью рентгеновского дифрактометра Empyrean (CuK_α-излучение).

Микротвердость измеряли при 20°С методом Виккерса (нагрузка 10–100 Н, время индентирования 3 с) на полированных поверхностях (R_a ~ ~ 0.03 мкм) с помощью твердомера, измерения проводили в десяти точках. K_{Ic} оценивали по методу Ниихара через длину радиальных трещин, формирующихся около отпечатка алмазной пирамиды при нагрузке 100 Н [26, 27].

Для измерения предела прочности при статическом трехточечном изгибе $\sigma_{изг}$ образцы разрезали на балки размерами 10.0 × 5.0 × 60.0 мм, а затем шлифовали до шероховатости R_a ~ 0.3 мкм алмазным инструментом. Фаски со всех балок снимали для минимизации эффекта концентрации напряжений. Испытания на изгиб проводили четырехточечным методом согласно ГОСТ Р 57749-2017 со скоростью нагружения от 0.5 до 1.5 мм/мин и расстоянием между опорами 40.0–50.0 мм.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (**ДСК**) измеряли теплоемкость C_p на приборе Netzsch при температуре от 20 до 800°С в потоке азота с экстраполяцией до 1600°С.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В результате исследования микроструктуры вискеров карбида кремния (рис. 1) установлено, что вискеры SiC_{w1} характеризуются волокнами с длиной от 7 до 10 мкм и диаметром от 1.3 до 1.5 мкм, а вискеры SiC_{w2} – длиной от 140 до 200 мкм и диаметром от 40 до 200 нм. При этом их фазовый состав идентичен и соответствует гексагональному SiC-6H. Также на дифрактограмме были зафиксированы рефлексы кремния и оксида кремния SiO_2 (кварца) (рис. 2).

В табл. 1 представлены значения открытой пористости и кажущейся плотности образцов ККМ на основе $ZrB_2/(20 - x)SiC/xSiC_w$ (x = 0.5–1.5 об. %). Установлено, что с увеличением содержания вискеров в составе ККМ открытая пористость увеличивается, а кажущаяся плотность уменьшается. При этом при увеличении содержания вискеров до 0.5 об. % в составе ККМ открытая пористость и кажущаяся плотность выше, чем у ККМ ZrB_2/20 SiC без добавок. Вероятно, вискеры SiC_{w2} работают как спекающая добавка и дают положительный эффект в процесс консолидации. Увеличение содержания вискеров с 0.5 до 1.5 об. % дает отрицательный эффект, и открытая пористость снижается до 1.79%, а кажущаяся плотность – до 97.3%. Состав ZS05S2 имеет наилучшие показатели: открытая пористость составила 0.13%, кажущаяся плотность – 99.7%.

В случае использования вискеров SiC_{w2} микроструктура ККМ после спекания (рис. 3в, 3г) представляла гетерофазную систему с размерами зерен диборида циркония 4 мкм (серые) и карбида кремния 3 мкм (темно-серые). При этом исходная морфология вискеров в объеме спеченного ККМ отсутствовала, наблюдались отдельные вытянутые (стержневидные) кристаллиты карбида кремния с латеральным размером до 12–16 мкм и толщиной до 500–600 нм (рис. 3г).

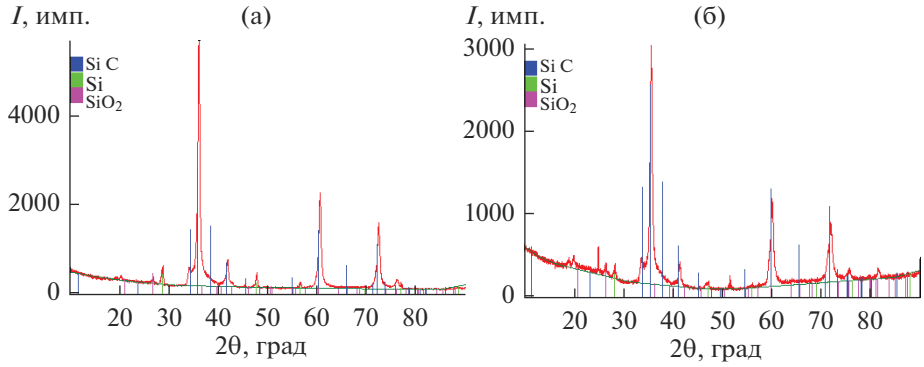

Рис. 2. Дифрактограммы вискеров карбида кремния SiC_{w1} (а) и SiC_{w2} (б).

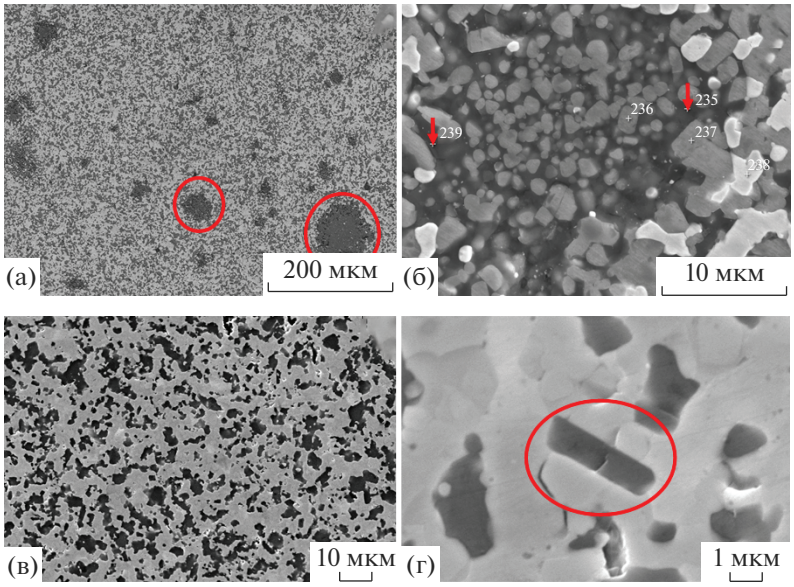

Рис. 3. Микрофотографии ККМ состава ZrB_2–19.5SiC–0.5SiC_w с использованием SiC_{w1} (а, б), SiC_{w2} (в, г).

В ходе спекания ККМ при температуре выше 970°C происходило активное газовыделение с образованием белого налета на графитовой пресс-форме. Данный эффект вызван активным взаимодействием кислородсодержащих группировок, содержащихся в исходных компонентах, с дисперсными чешуйками графита. В ходе спекания исходная морфология вискеров SiC_{w2} претерпева-

Таблица 1. Результаты определения открытой пористости и кажущейся плотности образцов ККМ на основе $ZrB_2/(20 - x)SiC/xSiC_w$

Состав, об. %	Маркировка	Кажущаяся плотность, %	Открытая пористость, %
ZrB_2–20 SiC	ZS	98.4	1.07
ZrB_2–19.5SiC–0.5SiC_{w1}	ZS05S1	98.5	1.18
ZrB_2–19SiC–1SiC_{w1}	ZS1S1	97.8	1.64
ZrB_2–18.5SiC–1.5SiC_{w1}	ZS15S1	97.3	1.78
ZrB_2–19.5SiC–0.5SiC_{w2}	ZS05S2	99.7	0.13
ZrB_2–19SiC–1SiC_{w2}	ZS1S2	99.1	0.43
ZrB_2–18.5SiC–1.5SiC_{w2}	ZS15S2	98.8	0.79

ет значительные изменения, происходит их агрегация до вышеуказанных размеров. Добавление нитевидных кристаллов SiC_{w2} не влияет на однородность ККМ, увеличение содержания SiC_{w2} до 1.5 об. % приводит к их равномерному распределению между зернами ZrB_2. Однако процесс газовыделения при спекании становится более активным, что способствует образованию более пористых образцов. Изменение технологических параметров спекания (снижение скорости нагрева более чем в 3.5 раза и увеличение времени выдержки при целевой температуре в 2 раза) при получении ККМ с содержанием 1.5 об. % SiC_{w2} позволило снизить пористость, при этом наблюдались рост зерен основных компонентов и ухудшение физико-механических свойств.

В случае использования вискеров SiC_{w1} микроструктура ККМ после спекания (рис. 3а, 3б) значительно изменялась и представляла гетерофазную систему с размерами зерен диборида циркония 6 мкм (серые) и карбида кремния 4 мкм (темно-серые). При этом на микрофотографиях наблюдались области локализации карбида кремния. При увеличении концентрации вискеров области локализации увеличивались до 120–140 мкм. При исследовании данной области (указано стрелками на рис. 3б) было установлено наличие оксида кремния на границе зерен карбида кремния, содержание кислорода достигало 5.6 мас. %. Данный эффект наблюдается после спекания образцов при температурах от 1600 до 1900°C, при этом необходимо исключить вероятность низкой подготовки шихтового материала. Суспензия порошков и вискеров подвергалась интенсивному ультразвуковому воздействию и далее высушенную смесь порошка многократно пропускали через сито с размером ячеек от 63 до 40 мкм.

Неравномерное распределение частиц карбида кремния в объеме ККМ при использовании вискеров SiC_{w1} отрицательно влияет также на микротвердость (снижается от 15.0 до 15.8 ГПа) и критический коэффициент интенсивности напряжений (увеличивается от 4.2 до 5.1 МПа м$^{1/2}$) (табл. 2). Важно отметить, что измерения проводили в десяти точках, при этом наблюдался значительный разброс значений. При использовании вискеров SiC_{w2} наилучшим значением микротвердости (16.4 ГПа) обладал состав ZS05S2, содержащий минимальное количество вискеров, что выше, чем у ККМ без добавок. Вероятно, данное значение достигается за счет более низкой пористости и высокой кажущейся плотности.

При увеличении содержания вискеров в составе ККМ повышалось значение критического коэффициента интенсивности напряжений в диапазоне от 5.7 до 6.4 МПа м$^{1/2}$, а микротвердость уменьшалась до 15.9 ГПа. При введении вискеров SiC_{w2} с длиной до 200 мкм и диаметром до 200 нм

Таблица 2. Результаты определения микротвердости и критического коэффициента интенсивности напряжений образцов ККМ на основе $ZrB_2/(20-x)SiC/xSiC_w$

Маркировка	Микротвердость, ГПа	K_{Ic}, МПа м$^{1/2}$
ZS	16.2	5.2
ZS05S1	15.8	5.1
ZS1S1	15.3	4.7
ZS15S1	15.0	4.2
ZS05S2	16.4	5.7
ZS1S2	16.1	6.0
ZS15S2	15.9	6.4

площадь границ раздела между SiC и ZrB_2 увеличивается, а остаточные напряжения в ККМ после спекания уменьшаются. При этом был установлен путь распространения трещин, который “угасал” и/или разветвлялся вдоль нитевидных кристаллов и частиц карбида кремния. Выявлено, что благодаря синергетическому эффекту нитевидные кристаллы и дисперсные частицы SiC поглощают энергию распространения трещины во время разрушения и таким образом увеличивают вязкость разрушения.

При определении прочностных характеристик было установлено, что образцы, содержащие вискеры SiC_{w1}, обладали более низкими физико-механическими свойствами, чем образцы, содержащие вискеры SiC_{w2}. Для определения предела прочности при статическом трехточечном изгибе образцов ККМ были изготовлены балки с габаритными размерами 4.5 × 4.5 × 60.0 мм. Испытания на изгиб проводили при различной скорости нагружения (от 0.5 до 1.5 мм/мин), при этом варьировалось расстояние между опорами от 40 до 50 мм. Результаты испытаний приведены на рис. 4. Образцы ККМ, содержащие вискеры SiC_{w1}, характеризовались широким разбросом значений предела прочности: от 190 до 380 МПа. При этом установлено, что увеличение скорости нагружения и расстояния между опорами при повышении содержания вискеров в ККМ значительно ухудшает свойства. Образцы ККМ, содержащие вискеры SiC_{w2}, характеризовались более равномерным распределением значений прочности, которые находились в диапазоне от 390 до 580 МПа. При этом также установлено, что увеличение скорости нагружения и расстояния между опорами при повышении содержания вискеров в ККМ ухудшает свойства в среднем на 5–7%. Установлено, что при расстоянии между опорами 40 мм и скорости нагружения 1.0 мм/мин достигается максимальное значение предела прочности при изгибе – 580 МПа (ZS05S2). Введение вискеров SiC_{w2} в образцы ККМ повышает предел прочности при изгибе на 10–15% относительно ZS без

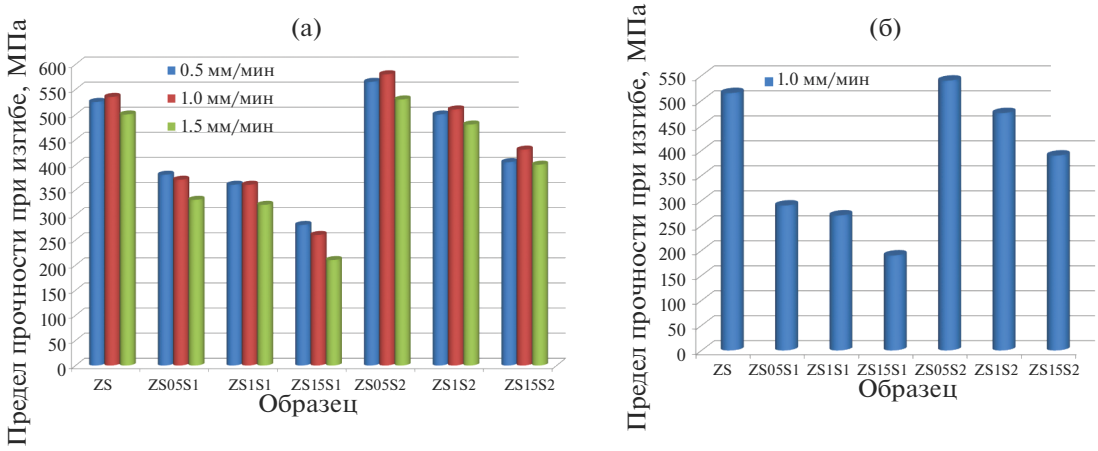

Рис. 4. Результаты определения предела прочности при изгибе образцов ККМ на основе $ZrB_2/(20 - x)SiC/xSiC_w$: расстояние между опорами 40 (а), 50 мм (б).

добавок. Вероятно, ухудшение физико-механических свойств при увеличении содержания вискеров в составе ККМ связано с локализацией частиц карбида кремния при спекании, что приводит к их неравномерному распределению в объеме ККМ.

Методом ДСК для составов ZS05S1, ZS05S2 и ZS1S2 определена теплоемкость в диапазоне температур от 20 до 800°C (рис. 5). Установлено, что значения теплоемкости при комнатной температуре составляют 423–456 Дж/(кг K), а при 800°C – от 697 до 792 Дж/(кг K). В соответствии с методикой, разработанной во ФГУП "ВИАМ", были определены значения теплоемкости от 800 до 1600°C, которые составили для ZS05S1, ZS05S2 и ZS1S2 от 760 до 846 Дж/(кг K) при 1600°C. Результаты исследований также показали, что химический состав, содержание и морфология вискеров карбида кремния существенно влияют на теплофизические свойства ККМ.

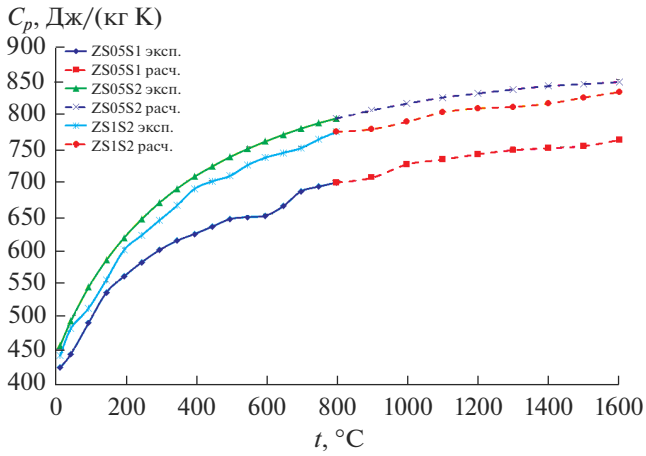

Рис. 5. Температурные зависимости теплоемкости для составов ZS05S1, ZS05S2, ZS1S2.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом ИПС получены образцы ККМ на основе $ZrB_2/(20 - x)SiC/xSiC_w$ (x = 0.5–1.5 об. %) и показано влияние морфологии и содержания вискеров карбида кремния на их физико-механические и теплофизические свойства.

Установлено, что введение 0.5 об. % вискеров карбида кремния SiC_w с длиной частиц от 7 до 200 мкм и диаметром от 40 нм до 1.5 мкм в состав ККМ ZrB_2/SiC позволяет получать образцы с плотностью, близкой к теоретической (кажущаяся плотность 99.7%, открытая пористость – 0.13%), а также повысить микротвердость до 16.4 ГПа, критический коэффициент интенсивности напряжений до 6.4 МПа м$^{1/2}$ и значение предела прочности при изгибе до 580 МПа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Niihara K., Nakahira A., Vincentini P.* Advanced Structural Inorganic Composites. Trieste: Elsevier, 1990. P. 637–664.
2. *Mallik M., Roy S., Ray K.* Effect of SiC Content, Additives and Process Parameters on Densification and Structure–Property Relations of Pressureless Sintered ZrB_2–SiC Composites // Ceram. Int. 2013. V. 39. P. 2915–2932.
3. *Zhang S., Hilmas G., Fahrenholtz W.* Mechanical Properties of Sintered ZrB_2–SiC Ceramics // J. Eur. Ceram. Soc. 2011. V. 31. P. 893–901.
4. *Ikegami M., Guo S., Kagawa Y.* Densification Behavior and Microstructure of Spark Plasma Sintered ZrB_2-Based Composites with SiC Particles // Ceram. Int. 2012. V. 38. P. 769–774.
5. *Patel M., Singh V., Reddy J.* Densification Mechanisms during Hot Pressing of ZrB_2–20 vol. % SiC Composite // Scr. Mater. 2013. V. 69. P. 370–373.

6. *Quo S.* Densification of ZrB_2-Based Composites and Their Mechanical and Physical Properties: a Review // J. Eur. Ceram. Soc. 2009. V. 29. P. 995–1011.

7. *Zhu M., Wang Y.* Pressureless Sintering ZrB_2–SiC Ceramics at Low Temperatures // Mater. Lett. 2009. V. 63. P. 2035–2037.

8. *Севастьянов В.Г., Симоненко Е.П., Симоненко Н.П.* Получение нитевидных кристаллов карбида кремния с применением золь-гель метода в объеме SiC-керамики // Комп. и наностр. 2014. Т. 6. № 4. С. 198–211.

9. *Han J., Hu P., Zhang X.* Oxidation-Resistant ZrB_2–SiC Composites at 2200°C // Compos. Sci. Technol. 2008. V. 68. P. 799–806.

10. *Akin I., Hotta M., Sahin F.* Microstructure and Densification of ZrB_2–SiC Composites Prepared by Spark Plasma Sintering // J. Eur. Ceram. Soc. 2009. V. 29. P. 2379–2385.

11. *Сорокин О.Ю., Гращенков Д.В., Солнцев С.Ст.* Керамические композиционные материалы с высокой окислительной стойкостью для перспективных летательных аппаратов (обзор) // Тр. ВИАМ. 2014. № 6. С. 11–16.

12. *Сорокин О.Ю., Солнцев С.Ст., Евдокимов С.А.* Метод гибридного искрового плазменного спекания: принцип, возможности, перспективы применения // Авиац. мат. и техн. 2014. № S6. С. 11–16.

13. *Chamberlain A., Fahrenholtz W., Hilmas G.* High-Strength Zirconium Diboride-Based Ceramics // J. Am. Ceram. Soc. 2004. V. 87. № 6. P. 1170–1172.

14. *Zhu S., Fahrenholtz W., Hilmas G.* Influence of Silicon Carbide Particle Size on the Microstructure and Mechanical Properties of Zirconium Diboride-Silicon Carbide Ceramics // J. Eur. Ceram. Soc. 2007. V. 27. P. 2077–2083.

15. *Yang F., Zhang X., Han J.* Characterization of Hot-Pressed Short Carbon Fiber Reinforced ZrB_2–SiC Ultra-High Temperature Ceramic Composites // J. Alloys. Compd. 2009. V. 472. P. 395–399.

16. *Zhou S., Wang Z., Zhang W.* Effect of Graphite Flake Orientation on Microstructure and Mechanical Properties of ZrB_2–SiC–Graphite Composite // J. Alloys. Compd. 2009. V. 485. P. 181–185.

17. *Zhu T., Xu L., Zhang X.* Densification, Microstructure and Mechanical Properties of ZrB_2–SiC_w Ceramic Composites // J. Eur. Ceram. Soc. 2009. V. 29. P. 2893–2901.

18. *Zhang X., Xu L., Du S.* Fabrication and Mechanical Properties of ZrB_2–SiC_w Ceramic Matrix Composite // Mater. Lett. 2008. V. 62. P. 1058–1060.

19. *Zhang X., Xu L., Du S.* Spark Plasma Sintering and Hot Pressing of ZrB_2–SiC_w Ultra-High Temperature Ceramics // J. Alloys. Compd. 2008. V. 466. P. 241–245.

20. *Lin J., Huang Y., Zhang H.* Damage Resistance, R-Curve Behavior and Toughening Mechanisms of ZrB_2-Based Composites with SiC Whiskers and ZrO_2 Fibers // Ceram. Int. 2015. V. 41. P. 2690–2698.

21. *Wang H., Wang C., Yao X.* Processing and Mechanical Properties of Zirconium Diboride-Based Ceramics Prepared by Spark Plasma Sintering // J. Am. Ceram. Soc. 2007. V. 90. № 7. P. 1992–1997.

22. *Zhang X., Xu L., Du S.* Thermal Shock Behavior of SiC Whisker-Reinforced Diboride Ultrahigh-Temperature Ceramics // Scr. Mater. 2008. V. 59. № 1. P. 55–58.

23. *Chen D., Xu L., Zhang X.* Preparation of ZrB_2 Based Hybrid Composites Reinforced with SiC Whiskers and SiC Particles by Hot-Pressing // Int. J. Refract. Hard. Met. 2009. V. 27. P. 792–795.

24. *Zhanga L., Weib C., Lib S.* Mechanical and Thermal Shock Properties of Laminated ZrB_2-SiC/SiC_w Ceramics // Ceram. Int. 2019. V. 45. P. 6503–6508.

25. *Каблов Е.Н.* Инновационные разработки ФГУП "ВИАМ" ГНЦ РФ по реализации "Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года" // Авиац. матер. техн. 2015. № 1. С. 3–33.

26. *Niihara K., Morena R., Hasselman D.* Evaluation of K_{Ic} of Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratios // J. Mater. Sci. Lett. 1982. V. 1. P. 13–16.

27. *Niihara K.* A Fracture Mechanics Analysis of Indentation-Induced Palmqvist Crack in Ceramics // J. Mater. Sci. Lett. 1983. V. 2. P. 221–223.