

УДК 666.9-16

СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АЛЮМОСИЛИКАТНОЙ СТЕКЛОКЕРАМИКИ, МОДИФИЦИРОВАННОЙ ОКСИДОМ ЦИРКОНИЯ

© 2020 г. Е. Н. Каблов¹, А. С. Чайникова¹*, Н. Е. Щеголева¹,
Д. В. Гращенко¹, В. С. Ковалева¹, И. О. Беляченко¹

¹ГНЦ “Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов”,
ул. Радио, 17, Москва, 105005 Россия

*e-mail: anna-chanikova@mail.ru

Поступила в редакцию 07.04.2020 г.

После доработки 06.06.2020 г.

Принята к публикации 08.06.2020 г.

Осуществлен синтез золь–гель-методом стронцийалюмосиликатной стеклокерамики, модифицированной добавками оксида циркония в присутствии и без стабилизирующего оксида иттрия. Показано, что увеличение содержания оксида циркония с 5 до 15 мас. % способствует сокращению времени гелирования исходных растворов и снижению температуры начала кристаллизации гелей, интенсифицирует спекание стеклокерамики и приводит к повышению критического коэффициента интенсивности напряжений (K_{Ic}) стеклокерамики более чем в 2 раза. Подтверждено, что повышение K_{Ic} при введении ZrO_2 реализуется за счет действия механизма трансформационного упрочнения. При этом показано, что введение стабилизирующего оксида иттрия затрудняет мартенситный переход тетрагональной формы ZrO_2 в моноклинную.

Ключевые слова: стеклокерамика, стронциевый анортит, $SrO-Al_2O_3-SiO_2$, оксид циркония, гелеобразование, кристаллизация, спекание, трещиностойкость, трансформационное упрочнение

DOI: 10.31857/S0002337X20100061

ВВЕДЕНИЕ

Повышение скорости и маневренности летательных аппаратов требует применения новых высокотемпературных стеклокерамических материалов для изготовления элементов конструкций, эксплуатирующихся при воздействии высоких температур, динамических нагрузок и агрессивных сред. Большой интерес с этой точки зрения представляет стеклокерамика стронцийалюмосиликатных составов, доминирующей кристаллической фазой в которой является моноклинный стронциевый анортит ($SrAl_2Si_2O_8$), характеризующийся уникальным сочетанием высокой температуры плавления ($1650^\circ C$), достаточно низкого значения ТКЛР – $(26-48) \times 10^{-7} K^{-1}$ и малого веса (низкой плотности $3.08 г/см^3$) [1–3]. Однако низкая трещиностойкость (критический коэффициент интенсивности напряжений $K_{Ic} < 2.5 MPa м^{1/2}$) существенно ограничивает внедрение данных материалов. Возможным способом решения этой проблемы является модифицирование стронцийалюмосиликатной стеклокерамики армирующими наполнителями, т.е. создание стеклокерамических композиционных материалов (СККМ) [4–7].

Работы, посвященные введению наполнителей в хрупкую стеклокерамику с целью повыше-

ния ее трещиностойкости и прочности, начались еще в 60-х годах XX века, при этом применялись металлические и керамические наполнители в виде непрерывных волокон и вискерсов, что позволило добиться высокой степени упрочнения. Наибольший эффект был достигнут при использовании волокон SiC (Nicalon®), K_{Ic} стеклокерамики при этом увеличивался более чем на порядок. Однако в связи со сложностью и высокой стоимостью изготовления как самих наполнителей, так и композитов на их основе все большее число разработок в последнее время направлено на применение дисперсных наполнителей [7].

Наибольший вклад в развитие этого направления внесли N.P. Bansal, A.R. Voccaccini, J.A. Roether, E. Bernardo, F. Ye. В качестве наполнителей были использованы металлические и керамические частицы, дискретные волокна, пластинки, сферы, нити на основе Ni, W, Al, Mo, V, Cu, сплавов систем Fe–Ni–Co, Ni–Cr–Al–Y, сплава Hastelloy, Si_3N_4 , SiC, C, TiC, Al_2O_3 , ZrO_2 и др. [7]. Максимальная степень упрочнения была достигнута при введении частиц Si_3N_4 [8–10]. Однако, учитывая высокотемпературную эксплуатацию стронцийалюмосиликатной стеклокерамики, большой интерес для ее армирования представля-

ют тугоплавкие, не склонные к окислению наполнители, в частности частицы оксида циркония.

Уникальность ZrO_2 заключается в его способности осуществлять локальный мартенситный фазовый переход из тетрагональной в моноклинную фазу под действием растягивающих напряжений в области микроконцентраторов (микротрещин, пор и др.). При этом в процессе синтеза в объеме материалов необходимо обеспечить стабилизацию высокотемпературной тетрагональной фазы ZrO_2 , в том числе путем введения оксидов-стабилизаторов (Y_2O_3 , MgO , CeO). Локальный фазовый переход сопровождается развитием сдвиговых и объемных деформаций, обеспечивающих релаксацию напряжений и смыкание поверхности трещин. В результате существующие или вновь образовавшиеся микротрещины становятся стабильными при сохранении уровня внешней нагрузки.

Данный эффект получил название трансформационного упрочнения и был продемонстрирован на примере различных оксидных керамических и стеклокерамических материалов. Так, в работе [11] показано, что введение 10–15 об. % стабилизированного Y_2O_3 (2.2–2.5 мол. % Y_2O_3) ZrO_2 в кордиеритовую стеклокерамику приводит к увеличению ее трещиностойкости более чем на 50%. Армирование алюмооксидной керамики частицами стабилизированного Y_2O_3 (3 мол. % Y_2O_3) ZrO_2 в количестве 15 мас. % позволяет повысить ее K_{Ic} и прочность при изгибе до 9.23 МПа $m^{1/2}$ и 856 МПа соответственно, что в 2.4 и 1.3 раза выше по сравнению с исходным материалом [12]. В работе [13] показано, что введение частиц ZrO_2 приводит к повышению K_{Ic} барийсиликатной стеклокерамики с 0.89 до 2.98 МПа $m^{1/2}$, хотя отмечено, что такое увеличение K_{Ic} происходит за счет действия не только механизма трансформационного упрочнения, но и механизма отклонения и ветвления трещин.

Анализ литературных данных показал, что одним из перспективных способов получения композиционных материалов на основе алюмосиликатной стеклокерамики является золь–гель-метод [14]. Данный метод позволяет обеспечить равномерное распределение компонентов на молекулярном уровне и может способствовать формированию армирующих частиц ZrO_2 , распределенных в объеме матрицы стеклокерамики, непосредственно в процессе синтеза материала, то есть *in situ*. Достигнутая таким образом высокая однородность микроструктуры обеспечивает улучшение физико-механических свойств СККМ.

Целью данной работы являлся синтез золь–гель-методом стронцийалюмосиликатной стеклокерамики, модифицированной добавками ZrO_2 в присутствии и без стабилизирующего оксида иттрия, и исследование влияния содержания и при-

роды модифицирующих добавок на процессы гелеобразования, фазообразования, спекание и свойства материалов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для синтеза стеклокерамики использовали соотношения компонентов, соответствующие стехиометрическому составу стронциевого анортита $SrO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ (SAS) с добавками ZrO_2 в количестве 0–15 мас. % в присутствии стабилизирующего оксида иттрия (3 мол. % от содержания ZrO_2) и без него. Исходные растворы готовили с применением тетраэтоксисилана, нитратов алюминия, стронция, циркония и иттрия. В качестве растворителя использовали изопропиловый спирт. Катализ гелеобразования осуществляли азотной кислотой.

Время гелеобразования исходных растворов определяли визуально методом Айлера – по отклонению мениска в течение 1 мин при наклоне стакана с гелем под углом 45° . В качестве основных методов исследования использовали лазерную гранулометрию (Analysette 22 NanoTec, MicroTec, Fritsch, Германия), дифференциальную сканирующую калориметрию и термогравиметрию (ДСК/ТГ, STA 449 C Jupiter, Netzsch, Германия), рентгенофазовый анализ (РФА, дифрактометр D/MAX-2500, США) и dilatометрический метод определения усадки во время нагрева (дилатометр DIL 402PC (Netzsch, Германия)). Содержание кристаллических фаз в образцах рассчитывали с применением метода Ритвельда [15]. Анализ микроструктуры материалов проводили на растровом электронном микроскопе JSM-6490LV (Jeol, Япония). Трещиностойкость определяли методом индентирования по методике, описанной в работе [16]. Значение K_{Ic} рассчитывали по формуле

$$K_{Ic} = 0.035 \left(\frac{l}{a} \right)^{-1/2} \left(\frac{H_V}{E\Phi} \right)^{-2/5} \frac{H_V a^{1/2}}{\Phi}.$$

Пористость образцов измеряли методом гидростатического взвешивания.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исходные растворы готовили путем последовательного добавления компонентов. Образованная золя с последующим переходом в гель происходило на воздухе при комнатной температуре. Установлено, что время гелирования растворов без добавок составляет порядка 380 ч и снижается вплоть до 25 ч при повышении содержания ZrO_2 до 15 мас. %. Дополнительное введение оксида иттрия способствует ускорению процесса гелирования по сравнению с растворами, не содержащими Y_2O_3 .

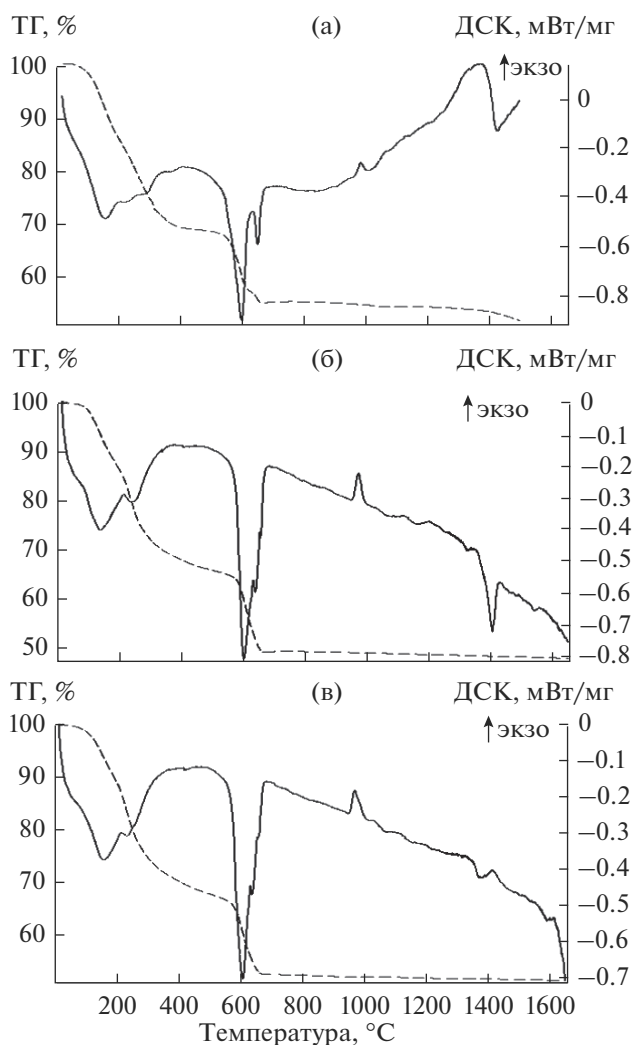


Рис. 1. Результаты ДСК (сплошные линии) и ТГ (пунктирные линии) высушенных гелей: а – без модифицирующих добавок, б – с модифицирующей добавкой ZrO_2 (5 мас. %), в – с модифицирующей добавкой ZrO_2 (5 мас. %) в присутствии стабилизирующего оксида иттрия.

Полученные гели подвергали сушке. Процессы фазообразования, протекающие при высокотемпературной обработке высушенных гелей, изучали путем сопоставления данных их ДСК/ТГ и РФА.

На рис. 1 представлены кривые ДСК/ТГ на примере образцов с добавкой 5 мас. % ZrO_2 и без добавок. Установлено, что при термообработке высушенных гелей до температур порядка $800^\circ C$ происходят удаление кристаллогидратной воды и изопропилового спирта, а также разложение неорганических прекурсоров – нитратов, используемых при синтезе, что сопровождается значительными потерями массы. Кристаллизация гелей начинается в интервале температур $980\text{--}1010^\circ C$ и сопровождается выделением сили-

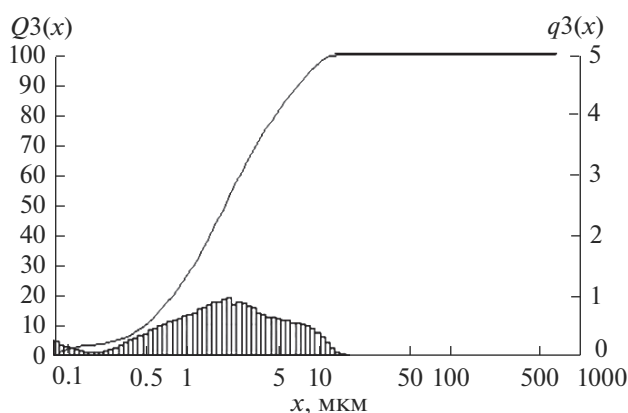


Рис. 2. Дифференциальная и интегральная кривые распределения частиц по размерам для порошка стеклокерамики, содержащего 10 мас. % оксида циркония в сочетании с оксидом иттрия.

катов стронция с последующим их переходом в гексагональный, а затем в моноклинный стронциевый анортит, о чем свидетельствует наличие эндотермического эффекта при температуре порядка $1400^\circ C$ на ДСК-кривых образцов. Установлено, что повышение содержания оксида циркония способствует снижению температуры начала кристаллизации гелей. Введение стабилизирующего оксида иттрия приводит к снижению температуры фазового перехода гексагональной формы анортита в моноклинную.

Высушенные гели подвергали кальцинации и высокотемпературной обработке при температурах 800 и $1500^\circ C$ соответственно для образования фазы моноклинного стронциевого анортита. Полученные стеклокерамические порошки измельчали до достижения среднего размера частиц 3 мкм и подвергали полусухому холодному прессованию. Характерная кривая распределения частиц порошков по размерам представлена на рис. 2 на примере состава, содержащего 10 мас. % оксида циркония в сочетании с оксидом иттрия.

Спекание стеклокерамики изучали путем исследования кривых непрерывной линейной усадки образцов и ее скорости в процессе неизотермической высокотемпературной обработки до $1600^\circ C$. На рис. 3 представлены характерные кривые усадки образцов, содержащих 10 мас. % добавки ZrO_2 и без добавки. Установлено, что интенсивное спекание образцов начинается при температурах порядка $1300^\circ C$ и достигает максимальной скорости в интервале $1500\text{--}1600^\circ C$. При температурах порядка 980 и $1400^\circ C$ происходит некоторое замедление процесса спекания, что может быть обусловлено продолжением процесса кристаллизации, незавершенного в ходе высокотемпературной обработки высушенных гелей. С повышением содержания ZrO_2 наблюдается снижение общей усад-

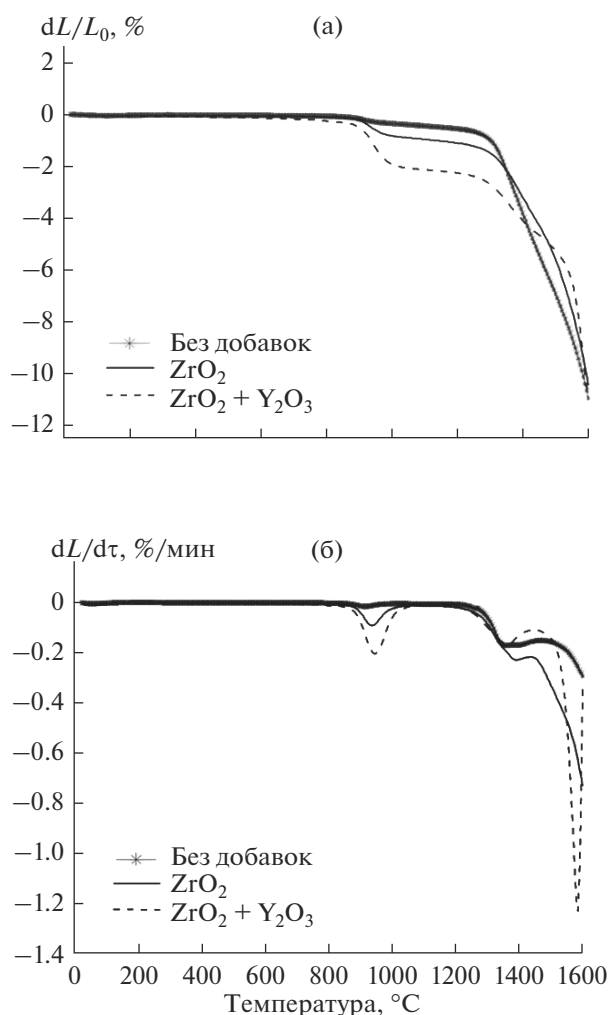


Рис. 3. Кривые непрерывной линейной усадки (а) и ее скорости (б) в процессе нагрева образцов, содержащих 10 мас. % добавок и без добавок.

ки образцов, достигаемой при температуре 1600°C, однако максимальная скорость уплотнения увеличивается. Введение стабилизирующего оксида иттрия способствует усилению данного эффекта.

На основе данных высокотемпературной дилатометрии был осуществлен обжиг образцов с изотермической выдержкой при температуре 1550°C и изучены их открытая пористость, микроструктура, фазовый состав и трещиностойкость. Установлено, что обжиг при 1550°C позволяет получить образцы, характеризующиеся открытой пористостью менее 1%. При этом с повышением содержания оксидов циркония и иттрия пористость стеклокерамики уменьшается, что свидетельствует об интенсификации процесса спекания. Полученные данные согласуются с результатами высокотемпературной дилатометрии и свидетельствуют о том, что при их интерпретации скорость усадки является более показательной характеристикой, описыва-

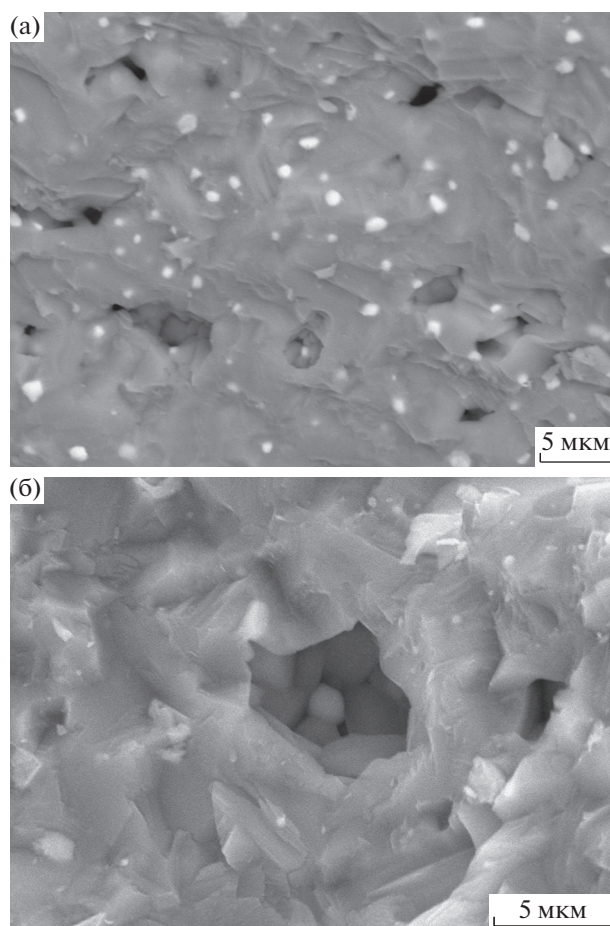


Рис. 4. Результаты СЭМ образца модифицированной стеклокерамики, содержащего 5 мас. % ZrO_2 в сочетании с оксидом иттрия.

ющей интенсивность и полноту протекания процесса спекания, нежели общая величина усадки образцов.

Изучение сколов образцов методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) показало, что все синтезированные материалы характеризуются однородной микроструктурой с наличием зерен оксида циркония с размерами порядка 1 мкм, равномерно распределенных в стеклокерамической матрице. В образцах присутствует незначительное количество пор с размерами на уровне единиц микрометра. На рис. 4 представлена характерная микроструктура модифицированной стеклокерамики на примере образца, содержащего 5 мас. % ZrO_2 в сочетании с оксидом иттрия.

На рис. 5 представлены характерные рентгенограммы образцов, содержащих 10 мас. % ZrO_2 в присутствии и без стабилизирующего оксида иттрия. Изучение результатов РФА образцов показало, что преобладающей фазой в них является моноклинный стронциевый анортит. Независимо от наличия оксида иттрия ZrO_2 присутствует в

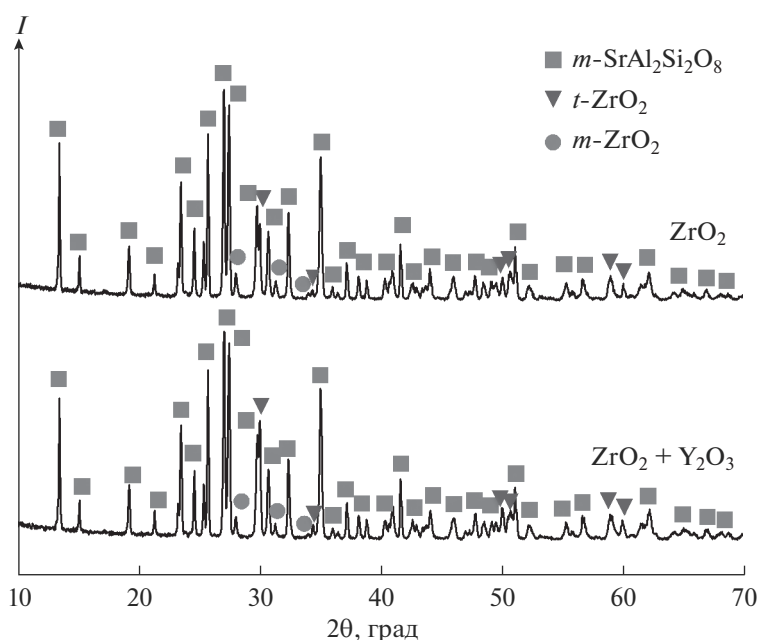


Рис. 5. Результаты РФА образцов, содержащих 10 мас. % ZrO_2 в присутствии и без стабилизирующего оксида иттрия (m – моноклинный, t – тетрагональный).

образцах преимущественно в тетрагональной форме ($t-ZrO_2$). Моноклинная фаза ($m-ZrO_2$) содержится во всех образцах в незначительном количестве. Это свидетельствует о том, что окружающая стеклокерамическая матрица способствует стабилизации $t-ZrO_2$. Однако результаты расчета содержания кристаллических фаз в образцах с применением метода Ритвельда показали, что присутствие оксида иттрия приводит к повышению содержания тетрагональной модификации ZrO_2 по отношению к моноклинной. Так, для образцов с добавкой 15 мас. % ZrO_2 соотношение между содержанием тетрагональной и моно-

клинной форм оксида циркония повышается в 3.1 раза при введении Y_2O_3 .

Достижение равномерной микроструктуры синтезированных материалов в сочетании с присутствием в их составе преимущественно моноклинного стронциевого анорита и тетрагонального оксида циркония позволило достичь повышенных значений их трещиностойкости по сравнению с исходной стеклокерамикой (табл. 1). Так, показано, что увеличение содержания модифицирующей добавки приводит к повышению критического коэффициента интенсивности напряжений SAS стеклокерамики в 2.4 раза для образцов, модифи-

Таблица 1. Значения критического коэффициента интенсивности напряжений образцов и соотношение содержания фаз $t-ZrO_2/m-ZrO_2$ на их поверхности до и после приложения нагрузки

Природа и содержание добавки	K_{Ic} , МПа м ^{1/2}	t/m до приложения нагрузки	t/m после приложения нагрузки
Без добавок	1.2 ± 0.2	—	—
5 мас. % ZrO_2	1.8 ± 0.2		
5 мас. % $ZrO_2 + Y_2O_3$	1.5 ± 0.2		
10 мас. % ZrO_2	2.4 ± 0.2	1.3	0.4
10 мас. % $ZrO_2 + Y_2O_3$	2.0 ± 0.2	5.6	2.8
15 мас. % ZrO_2	2.9 ± 0.2	2.1	0.6
15 мас. % $ZrO_2 + Y_2O_3$	2.6 ± 0.2	6.6	2.5
Стеклокерамика ($BaO-SiO_2$) + ZrO_2 (10 об. %) [13]	2.98 ± 0.51	—	—

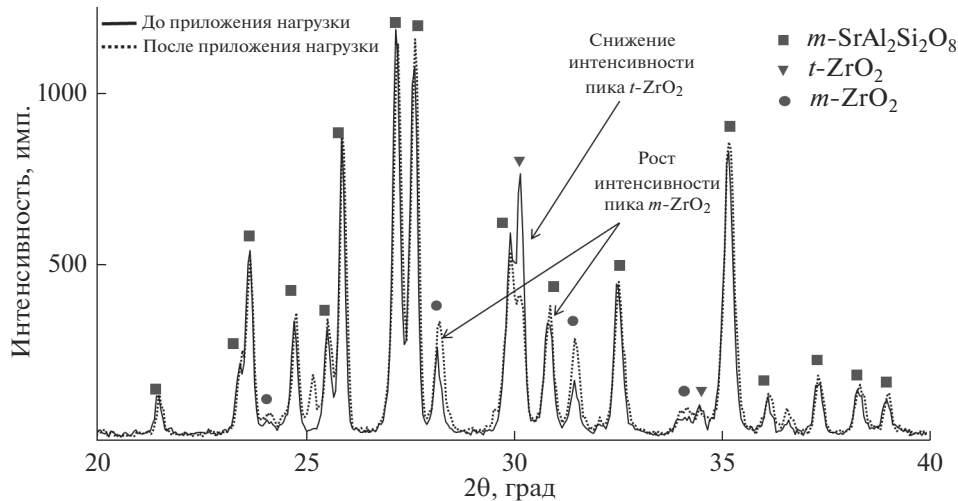


Рис. 6. Результаты РФА поверхности образцов, содержащих 10 мас. % ZrO_2 , до и после приложения нагрузки (m – моноклинный, t – тетрагональный).

цированных 15 мас. % ZrO_2 . Полученные результаты согласуются с данными [13].

С целью изучения механизма упрочнения модифицированной стеклокерамики провели качественный и количественный РФА поверхности образцов до и после приложения нагрузки. Приложение нагрузки проводили путем шлифования алмазным диском в течение 30 мин. Содержание кристаллических фаз рассчитывали по методу Ритвельда. Соотношение содержания фаз $t-ZrO_2/m-ZrO_2$ в образцах до после приложения нагрузки представлено в табл. 1. Ввиду ограничений метода Ритвельда по чувствительности содержание фаз определяли только для образцов, модифицированных 10 и 15 мас. % добавок.

На рис. 6 представлены результаты РФА поверхности образцов до и после шлифования на примере стеклокерамики, содержащей 10 мас. % ZrO_2 . Установлено, что после приложения нагрузки на рентгенограммах образцов наблюдается рост интенсивности пиков $m-ZrO_2$ и снижение интенсивности пиков $t-ZrO_2$, что свидетельствует о мартенситном фазовом переходе $t \rightarrow m-ZrO_2$.

Полученные данные согласуются с результатами количественного расчета содержания кристаллических фаз (табл. 1). Показано, что соотношение t/m после приложения нагрузки снижается в 2–3.5 раза. При этом степень снижения t/m коррелирует со значением K_{lc} , содержанием и природой добавок. Так, показано, что повышение концентрации ZrO_2 без стабилизирующего оксида иттрия с 10 до 15 мас. % приводит к увеличению отношения t/m до приложения нагрузки к t/m после приложения нагрузки с 3.3 до 3.5 раз и повышению критического коэффициента интенсивности напряжений стеклокерамики с 2.4 до 2.9 МПа $m^{1/2}$.

Введение стабилизирующего оксида иттрия препятствует мартенситному превращению. Так, после приложения нагрузки соотношение между содержанием тетрагональной и моноклинной фаз снижается в 2.6 и 3.5 раза для образцов с добавкой 15 мас. % ZrO_2 в присутствии и без оксида иттрия соответственно, что согласуется с данными о трещиностойкости материалов. Значение критического коэффициента интенсивности напряжений стеклокерамики, содержащей оксид иттрия, находятся несколько ниже по сравнению с материалами, модифицированными только оксидом циркония. Таким образом, полученные данные являются подтверждением действия механизма трансформационного упрочнения стеклокерамики.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Осуществлен синтез золь–гель-методом стронцийалюмосиликатной стеклокерамики, модифицированной добавками оксида циркония (ZrO_2) в присутствии и без стабилизирующего оксида иттрия, и исследовано влияние содержания и природы модифицирующих добавок на процессы гелеобразования, фазообразование, спекание и свойства материалов.

Установлено, что введение оксида циркония в присутствии стабилизирующего оксида иттрия и без него способствует сокращению времени гелирования исходных растворов.

Показано, что процесс кристаллизации стеклокерамики происходит путем фазовых превращений силикатов стронция в гексагональную, а затем в моноклинную формы стронциевого анортита. Повышение содержания оксида циркония способствует снижению температуры начала кристаллизации гелей. Введение стабилизирующего оксида

иттрия приводит к снижению температуры фазового перехода гексагональной формы анортита в моноклинную.

Показано, что ведение модифицирующих добавок приводит к увеличению скорости уплотнения стеклокерамики, что способствует интенсификации процесса ее спекания. В присутствии оксида иттрия данный эффект усиливается.

Установлено, что синтезированные образцы характеризуются однородной микроструктурой с наличием зерен оксида циркония с размерами порядка 1 мкм, равномерно распределенных в стеклокерамической матрице.

Показано, что преобладающей фазой в образцах является моноклинный стронциевый анортит. Независимо от наличия оксида иттрия ZrO_2 присутствует в образцах преимущественно в тетрагональной форме ($t-ZrO_2$). Моноклинная фаза оксида циркония ($m-ZrO_2$) содержится во всех образцах в незначительном количестве. Присутствие оксида иттрия приводит к повышению содержания тетрагональной модификации ZrO_2 по отношению к моноклинной.

Установлено, что достижение равномерной микроструктуры синтезированных материалов в сочетании с присутствием в их составе преимущественно моноклинного стронциевого анортита и тетрагонального оксида циркония позволили достичь повышенных значений трещиностойкости по сравнению с исходной стеклокерамикой. Увеличение содержания модифицирующей добавки до 15 мас. % приводит к повышению критического коэффициента интенсивности напряжений SAS стеклокерамики более чем в 2 раза, что согласуется с литературными данными.

Подтверждено, что увеличение K_{Ic} стронций-алюмосиликатной стеклокерамики при введении ZrO_2 реализуется за счет действия механизма трансформационного упрочнения. При этом показано, что введение стабилизирующего оксида иттрия затрудняет мартенситный переход $t \rightarrow m-ZrO_2$.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 18-73-00325).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Beall G.H.* Refractory Glass-Ceramics Based on Alkaline Earth Aluminosilicates // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009. № 29. P. 1211–1219.
2. *Sung Y.M., Kim S.* Sintering and Crystallization of Off-Stoichiometric $SrO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ Glasses // *J. Mater. Sci.* 2000. № 35. P. 4293–4299.
3. *Чайникова А.С., Воропаева М.В., Алексеева Л.А., Орлова Л.А., Самсонов В.И.* Современное состояние разработок в области радиопрозрачных кордиеритовых ситаллов // *Авиационные материалы и технологии.* 2014. № S6. С. 45–51. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2014-0-s6-45-51>
4. *Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S., Sevast'yanov V.G.* Glass and Ceramics Based High-Temperature Composite Materials for Use in Aviation Technology // *Glass Ceram.* 2012. V. 69. № 3–4. P. 109–112.
5. *Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В., Солнцев С.С.* Перспективные высокотемпературные керамические композиционные материалы // *Российский хим. журн.* 2010. Т. 54. № 1. С. 20–24.
6. *Каблов Е.Н.* Инновационные разработки ФГУП “ВИАМ” ГНЦ РФ по реализации “Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года” // *Авиационные материалы и технологии.* 2015. № 1. С. 3–33. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33>
7. *Чайникова А.С., Орлова Л.А., Попович Н.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С.С.* Дисперсноупрочненные композиты на основе стекло/стеклокристаллических матриц: свойства и области применения // *Авиационные материалы и технологии.* 2014. № 3. С. 45–54. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2014-0-3-45-54>
8. *Ye F., Liu L., Zhang J., Meng Q.* Synthesis of 30 wt. % BAS/Si_3N_4 Composite by Spark Plasma Sintering // *Compos. Sci. Technol.* 2008. № 68. P. 1073–1079.
9. *Чайникова А.С., Гращенков Д.В., Ваганова М.Л., Модин С.Ю.* Применение метода искрового плазменного спекания при синтезе композиционных материалов на основе алюмосиликатной стеклокерамики, армированной нитридом кремния // *Композиты и наноструктуры.* 2016. Т. 8. № 3. С. 174–186.
10. *Ye F., Liu L., Zhang J., Iwasa M., Su C.-L.* Synthesis of Silicon Nitride-Barium Aluminosilicate Self-Reinforced Ceramic Composite by a Two-Step Pressureless Sintering // *Compos. Sci. Technol.* 2005. № 65. P. 2233–2239.
11. *Hannink R.H.J., Kelly P.M., Muddle B.C.* Transformation toughening in zirconia-containing ceramics // *J. Am. Ceram. Soc.* 2000. V. 83. P. 461–487.
12. *Evans A.G., Cannon R.M.* Toughening of Brittle Solids by Martensitic Transformation. Overview № 48 // *Acta Metall.* 1986. V. 34. № 5. P. 761–800.
13. *Sridharan S., Tomozawa M.* Toughening of Glass-Ceramics by Both Transformable and Transformed Zirconia // *J. Non-Cryst. Solids.* 1995. V. 182. P. 262–270.
14. *Гращенков Д.В., Ваганова М.Л., Шеголева Н.Е., Чайникова А.С., Лебедева Ю.Е.* Высокотемпературный стеклокристаллический материал барий-алюмосиликатного состава, полученный с применением золь-гель синтеза, и композиционные материалы на его основе // *Авиационные материалы и технологии.* 2017. № S. С. 290–305. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-290-305>
15. *Rietveld H.M.* The Rietveld Method: a retrospection // *Z. Kristallogr.* 2010. V. 225. P. 545–547.
16. *Niihara K., Marshall M., Hasselmann D.P.H.* Evolution of K_{Ic} Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratios // *J. Mater. Sci. Lett.* 1982. V. 1. № 1. P. 13–16.