

06

## Трещиностойкость слоисто-градиентного керамического композита $ZrC-Al_2O_3$

© С.П. Буюкова, Ю.А. Мировой, А.Г. Бурлаченко, В.В. Шмаков, М.П. Лукьянец, И.А. Фотин, Е.В. Абдульменова, А.С. Буюков

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия  
E-mail: vvshmakov@ispms.ru

Поступило в Редакцию 30 июля 2025 г.

В окончательной редакции 4 сентября 2025 г.

Принято к публикации 15 сентября 2025 г.

Исследованы трещиностойкость и развитие магистральной трещины в керамическом композите системы  $ZrC-Al_2O_3$  со слоисто-градиентной структурой. Внешние слои исследованного материала представлены  $ZrC$  и  $Al_2O_3$ , а промежуточные слои — их композициями с разным соотношением компонентов. Показано, что трещиностойкость слоисто-градиентного композита при зарождении трещины в слое  $ZrC$  выше, чем при зарождении трещины в слое  $Al_2O_3$ . Это обусловлено действием растягивающих и сжимающих упругих остаточных напряжений на пути траектории трещины, величина которых определяется разницей коэффициентов теплового расширения на различных сторонах межфазовой границы, пересекаемой трещиной.

**Ключевые слова:** слоисто-градиентные композиты, трещиностойкость, карбид циркония, оксид алюминия.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.02.62068.20459

Керамические композиционные материалы благодаря высокой температуре плавления, высокой твердости и прочности представляют особый интерес в качестве материалов для изготовления элементов машин и механизмов, эксплуатируемых в условиях термомеханических нагрузок, интенсивного абразивного воздействия [1]. Использование в конструкции высокоэнергетических установок тугоплавких керамических композитов позволит существенно увеличить их мощность за счет более высокой допустимой температуры эксплуатации изделий из керамики в сравнении с металлическими [2].

Известно, что основным недостатком керамических материалов является низкая трещиностойкость, которая обуславливает низкую толерантность к зарождению и развитию трещин, что часто приводит к катастрофической потере прочности [3]. Существующие методы увеличения трещиностойкости, направленные на введение дополнительных фаз и включений, часто являются компромиссными, а увеличение трещиностойкости происходит за счет снижения других механических свойств, таких как твердость, модуль упругости и износостойкость [4]. Получение слоистых и слоисто-градиентных композитов является одним из эффективных подходов, позволяющих увеличить трещиностойкость керамических композитов, низкие значения которой значительно сужают область использования керамических материалов [5]. В работе [6] показано, что значение трещиностойкости слоистого композита системы  $Al_2O_3-ZrO_2$  достигает  $11.7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , что значительно превосходит трещиностойкость отдельных компонентов за счет отклонения и бифуркации трещины при попадании в поля остаточных сжимающих напряжений, вызванных разницей в ко-

эффициентах теплового расширения между слоями композита.

Другим преимуществом слоистых керамических композитов является возможность создания материала с отличающимися свойствами поверхностей (слоев), например получения композита на основе бескислородных и оксидных керамик, таких как  $ZrC$  и  $Al_2O_3$ , представляющих интерес в качестве материалов для комплексных электротехнических решений в высокоэнергетических установках. Карбид циркония обладает высокой термической стабильностью и является электрическим проводником [7], в то время как оксид алюминия — один из наиболее широко применяемых диэлектрических материалов. Вместе с тем получение слоистых композитов  $ZrC-Al_2O_3$  затруднено ввиду значительной разницы в величине коэффициентов теплового расширения компонентов, что неизбежно приведет к деляминации композита на межфазных границах. Однако в работе [8] показано, что получение слоистого композита системы  $(ZrB_2-SiC)-ZrO_2$ , в котором компоненты также обладают разными коэффициентами теплового расширения, возможно благодаря использованию промежуточных слоев, состоящих из исходных компонентов со ступенчатым уменьшением  $ZrB_2-SiC$  и увеличением  $ZrO_2$ .

Целью настоящей работы является определение трещиностойкости и траектории развития трещины в слоисто-градиентном композите системы  $ZrC-Al_2O_3$ .

В работе исследован композит, обладающий слоисто-градиентной структурой, в котором слои состояли из  $ZrC$  и  $Al_2O_3$  в разных соотношениях. Средний размер частиц исходных порошков  $ZrC$  и  $Al_2O_3$  составлял  $5.7 \pm 4.3$  и  $7.3 \pm 6.1 \mu\text{m}$  соответственно. Порошковые

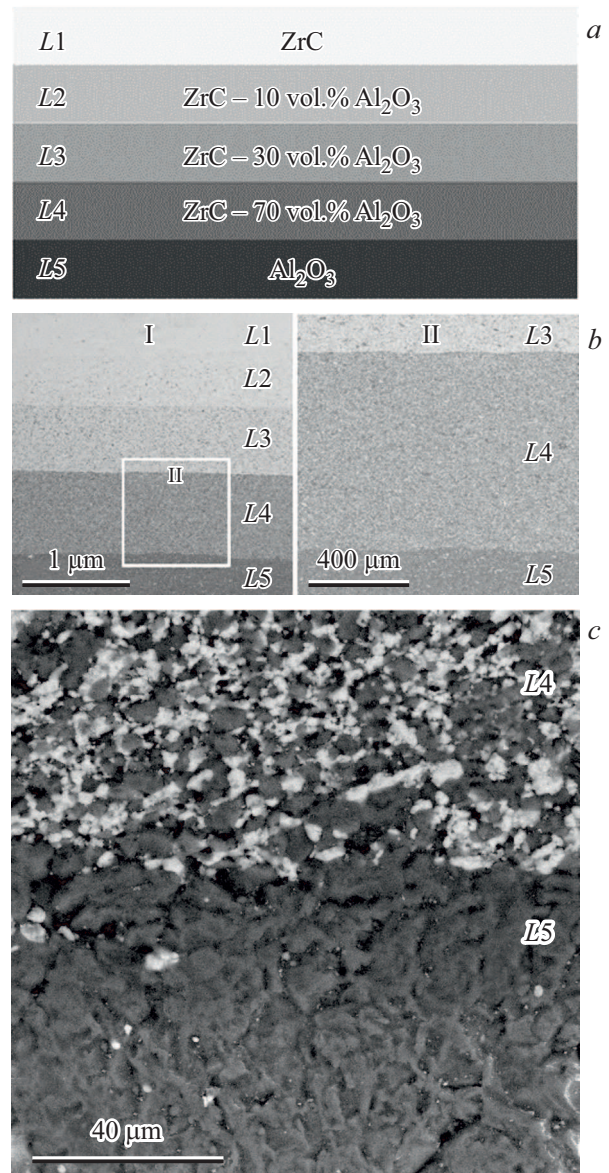
смеси были подвергнуты высокоэнергетической механической активации в планетарном смесителе в течение 1 min в атмосфере аргона. После механической активации средний размер частиц порошковых смесей составлял  $1.54 \pm 0.7 \mu\text{m}$ . Методика получения композита заключалась в одноосном прессовании первого слоя в графитовой пресс-форме при нагрузке 2 kN, после чего на прессовку засыпали следующий слой и проводили повторное прессование до получения необходимого количества слоев. Дальнейшую консолидацию композита проводили спеканием под давлением.

Микроструктура композита исследована методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Фазовый состав композита определен средствами дифракции рентгеновских лучей в условиях  $\text{CuK}\alpha$ -излучения. Микроискажения кристаллической решетки оценены с помощью метода графического построения зависимости Холла–Вильямсона [9]. Для оценки величины напряжений второго рода в отдельных слоях композита осуществлялась рентгеновская съемка поверхности параллельного сечения каждого слоя путем последовательного удаления материала с помощью алмазного режущего инструмента. Величина остаточных напряжений второго рода рассчитана как произведение микроискажений кристаллической решетки и модуля Юнга соответствующей фазы.

Экспериментальное определение трещиностойкости, выполненное согласно стандарту ASTM C1421 (A2.4.2), осуществлялось на образцах в виде балок, в которых толщина внешнего слоя составляла половину от общей толщины образца. Для сравнения траектории распространения трещины проведено две серии испытаний. В первом случае *U*-образный надрез формировали в слое ZrC (L1), а во втором — в слое  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (L5). Радиус окружности, вписанной в вершину надреза, составлял порядка  $50 \mu\text{m}$ .

В настоящей работе применение термина „слоисто-градиентный композит“ обусловлено использованием слоев разнородных керамических фаз, смешанных в разных соотношениях и консолидированных в определенной последовательности. Структура исследуемого композита характеризуется изменением фазового состава по мере удаления от одной поверхности и приближения к противоположной, что в макромасштабе позволяет называть такие композиты градиентными. На рис. 1 приведена структурная схема, РЭМ-изображения полученного композита и межслоевого интерфейса. Подобранный состав промежуточных слоев (L2–L4) позволил избежать дельаминации слоисто-градиентного композиционного материала, которая могла быть вызвана разницей в коэффициентах теплового расширения компонентов композита.

Анализ рентгенограмм отдельных слоев исследуемого композита показал, что фазовый состав представлен преимущественно ZrC и  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , а также низкоинтенсивными рефлексами и моноклинной модификацией  $\text{ZrO}_2$  (рис. 2). Авторы [10] также отмечали формиро-



**Рис. 1.** *a* — структурная схема слоисто-градиентного композиционного материала; *b* — РЭМ-изображение структуры исследуемого композита; *c* — РЭМ-изображение межслоевого интерфейса L4–L5.

вание моноклинной фазы  $\text{ZrO}_2$  при взаимодействии ZrC и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Результат расчета величины напряжений второго рода приведен в таблице.

Введение 10 vol.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в матрицу ZrC приводит к незначительному росту напряжений второго рода в ZrC, однако при дальнейшем увеличении содержания  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в слое напряжения в ZrC релаксируют. С другой стороны, видно, что добавление 30 vol.% ZrC к матрице  $\text{Al}_2\text{O}_3$  также приводит к росту напряжений второго рода в последнем, причем дальнейшее увеличение содержания ZrC также сопровождается ростом напряжений, действующих в  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Исходя из известных величин ко-

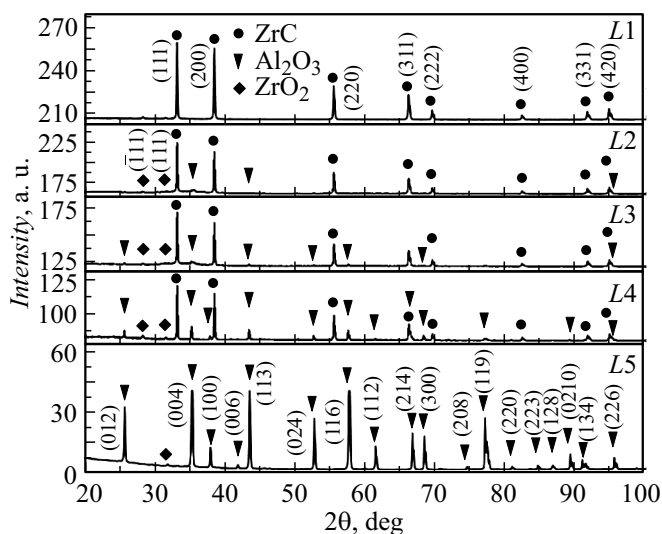


Рис. 2. Рентгенограммы отдельных слоев композита.

Величины напряжений второго рода в слоях исследуемого композита

Слой	Напряжения второго рода, МПа	
	ZrC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ZrC	672.6 ± 28.1	–
ZrC–10 vol.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	734.4 ± 26.7	577.5 ± 16.1
ZrC–30 vol.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	651.3 ± 27.2	549.3 ± 20.4
ZrC–70 vol.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	648.9 ± 29.5	501.4 ± 15.7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	–	280.1 ± 9.2

эффицентов теплового расширения  $((6.7 \pm 0.2) \cdot 10^{-6}$  и  $(7.2 \pm 0.2) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  для ZrC и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> соответственно [11,12]) можно заключить, что в ZrC формируются сжимающие, а в Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — растягивающие напряжения. В работе [13] авторами предложена формула для расчета величины остаточных напряжений. Отрицательное значение напряжений свидетельствует о формировании растягивающих напряжений, а положительное — о формировании сжимающих. Поскольку разность коэффициентов теплового расширения ZrC и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — величина отрицательная, в ZrC формируются сжимающие напряжения, а в Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — растягивающие.

Для численного определения трещиностойкости слоистых композитов в работе [14] предложен метод расчета кажущейся трещиностойкости ( $K_{app}$ ), который учитывает не только механические свойства отдельных компонентов, но и действующие в композите остаточные напряжения. На рис. 3 приведена численная оценка  $K_{app}$ , которая отражает интенсивность напряжений в вершине трещины по мере ее развития и приближения к межслоевым границам. Слои композита, в котором трещина зародилась в Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обозначены на рисунке сверху (L5–L1), а при зарождении трещины в ZrC слои обозначены на рисунке снизу (L1–L5).

Показано, что при зарождении трещины из слоя Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и по мере ее распространения к противоположной стороне композита (ZrC) происходит стремительное снижение способности материала сопротивляться развитию трещин. Наибольшее снижение кажущейся трещиностойкости (более чем на 20%) наблюдается при увеличении расстояния от U-надреза до вершины трещины от 0 до 0.5 mm, а на расстоянии 2.5 mm величина кажущейся трещиностойкости составляет менее 2.4 МПа · м<sup>1/2</sup>. Меньшая величина коэффициента теплового расширения ZrC, чем у Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, приводит к тому, что развитие трещины происходит из области сжимающих в область растягивающих напряжений, что создает благоприятные условия для ее роста. В то же время в случае зарождения трещины в слое ZrC при приближении ее вершины к интерфейсу между ZrC и слоем ZrC–10 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> происходит заметный рост коэффициента интенсивности напряжений. Наибольшее значение кажущейся трещиностойкости достигается в слое, расположенном на расстоянии от U-надреза до вершины трещины, равном 2–2.5 mm, что обусловлено пересечением вершиной трещины области остаточных упругих сжимающих напряжений. Тем не менее при осуществлении расчетов было обнаружено, что наблюдаемый рост величины  $K_{app}$  хотя и превышает трещиностойкость ZrC, но не достигает значений, характерных для Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Экспериментальная оценка трещиностойкости композита показала, что трещина, зародившаяся во внешнем слое Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обладает заметно менее криволинейной траекторией, чем трещина, зародившаяся во внешнем слое ZrC:  $3.19 \pm 0.05$  и  $7.83 \pm 0.10 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$

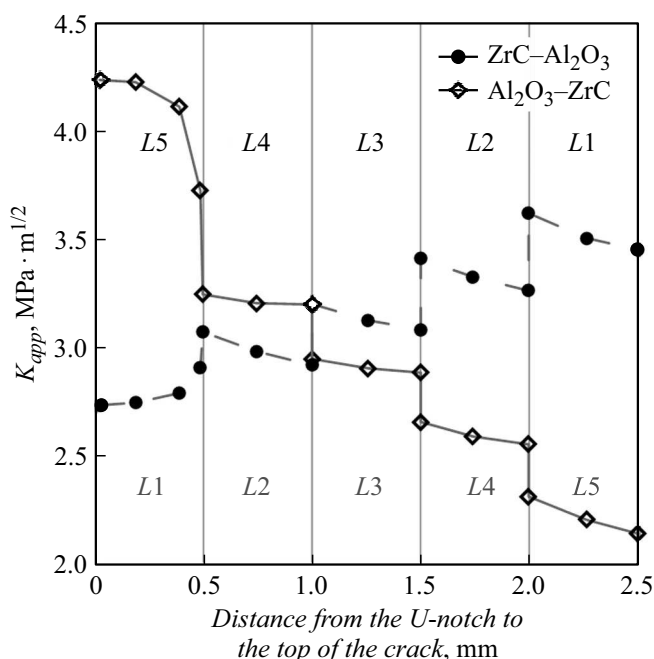


Рис. 3. Оценка кажущейся трещиностойкости исследуемого композита.

соответственно. Из полученных данных видно, что величина трещиностойкости при зарождении трещины во внешнем слое ZrC более чем вдвое превышает трещиностойкость при зарождении трещины со стороны Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Сравнение величины трещиностойкости, определенной двумя разными методами, показало, что в случае зарождения трещины в слое Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> значение кажущейся трещиностойкости ниже, чем при оценке по методу трехточечного изгиба. В то же время экспериментальное значение трещиностойкости композита с трещиной, зарождающейся в ZrC, более чем в 2 раза превышает величину кажущейся трещиностойкости.

Таким образом, обнаружено, что формирование остаточных сжимающих напряжений вследствие различий в коэффициентах теплового расширения слоев вблизи их интерфейсов является эффективным механизмом увеличения трещиностойкости композита системы ZrC–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обладающего слоисто-градиентной структурой. Оценка кажущейся трещиностойкости в слоисто-градиентной керамике системы ZrC–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> позволяет определить характер распространения трещины и изменение трещиностойкости в разных слоях композита. Показано, что значения трещиностойкости исследуемого композита, определенной по методу трехточечного изгиба балки с U-надрезом, оказываются выше, чем величина кажущейся трещиностойкости.

### Финансирование работы

Работа выполнена в рамках реализации мероприятий программы развития научного центра мирового уровня „Новые материалы специального назначения“ (соглашение № 075-15-2025-589 о предоставлении субсидии от 25 июня 2025 г.).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] K.O. Shvydyuk, J. Nunes-Pereira, F.F. Rodrigues, A.P. Silva, *Ceramics*, **6** (1), 195 (2023). DOI: 10.3390/ceramics6010012
- [2] S. Dhanasekar, A.T. Ganesan, T.L. Rani, V.K. Vinjamuri, M.N. Rao, E. Shankar, Dharamvir, P.S. Kumar, W.M. Golie, *Adv. Mater. Sci. Eng.*, **2022** (1), 6160591 (2022). DOI: 10.1155/2022/6160591
- [3] В.Н. Чувильдеев, Ю.В. Благовещенский, М.С. Болдин, Н.В. Сахаров, А.В. Нохрин, Н.В. Исаева, С.В. Шотин, Ю.Г. Лопатин, О.А. Белкин, Е.С. Смирнова, Письма в ЖТФ, **41** (8), 86 (2015). DOI: 10.1134/S1063785015040203 [V.N. Chuvil'deev, Yu.V. Blagoveshchenskii, M.S. Boldin, N.V. Sakharov, A.V. Nokhrin, N.V. Isaeva, S.V. Shotin, Yu.G. Lopatin, O.A. Belkin, E.S. Smirnova, *Tech. Phys. Lett.*, **41** (4), 397 (2015). DOI: 10.1134/S1063785015040203].
- [4] F. Monteverde, C. Melandri, S. Failla, R.J. Grohsmeyer, G.E. Hilmas, W.G. Fahrenholtz, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **8** (38), 2961 (2018). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.02.003
- [5] В.В. Буркин, А.Н. Табаченко, С.А. Афанасьева, А.Н. Ищенко, А.Ю. Саммель, А.Б. Скосырский, А.В. Чупашев, Письма в ЖТФ, **44** (8), 63 (2018). DOI: 10.21883/JTF.2020.06.49284.296-18 [V.V. Burkin, A.N. Tabachenko, S.A. Afanas'eva, A.N. Ishchenko, A.Yu. Sammel', A.B. Skosyrskii, A.V. Chupashev, *Tech. Phys. Lett.*, **44** (4), 344 (2018). DOI: 10.1134/S1063785018040168].
- [6] Y. Sun, H. Xie, L. Liu, Q. Kou, S. Zhang, B. Yang, W. Cao, Y. Chang, *Ceram. Int.*, **47** (22), 31222 (2021). DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.07.298
- [7] K. Schönfeld, M. Trache, H.-P. Martin, *Materialwiss. Werkstofftech.*, **52** (12), 1338 (2021). DOI: 10.1002/mawe.202100097
- [8] X. Zhang, W. Li, C. Hong, W. Han, J. Han, *Scripta Mater.*, **59** (11), 1214 (2008). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2008.08.014
- [9] G.K. Williamson, W.H. Hall, *Acta Met.*, **1** (1), 22 (1953). DOI: 10.1016/0001-6160(53)90006-6
- [10] C. Huo, L. Guo, L. Zhou, B. Liu, C. Wang, Y. Zhang, H. Wang, *J. Alloys Compd.*, **752**, 489 (2018). DOI: 10.1016/J.JALLCOM.2018.04.091
- [11] H.F. Jackson, W.E. Lee, *Compr. Nucl. Mater.*, **2**, 339 (2012). DOI: 10.1016/B978-0-08-056033-5.00023-9
- [12] J.A. Spencer, A.L. Mock, A.G. Jacobs, M. Schubert, Y. Zhang, M.J. Tadjer, *Appl. Phys. Rev.*, **9** (1), 011315 (2022). DOI: 10.1063/5.0078037
- [13] C.H. Hsueh, A.G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, **68** (5), 241 (1985). DOI: 10.1111/j.1151-2916.1985.tb15316.x
- [14] M. Lugovy, V. Slyunyayev, N. Orlovskaya, G. Blugan, J. Kuebler, M. Lewis, *Acta Met.*, **53** (2), 289 (2005). DOI: 10.1016/j.actamat.2004.09.022