ПОЛУЧЕНИЕ СИЛИЦИД-МОЛИБДЕНОВЫХ КОМПОЗИТОВ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

С.Т.Милейко¹, Н.И.Новохатская¹, А.М.Столин², П.М.Бажин²

¹Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка Московской обл., Россия ²Институт структурной макрокинетики и материаловедения РАН, Черноголовка Московской обл., Россия

(Поступила 12.12.2014, принята к печати 16.12.2014)

Аннотация

Показана принципиальная возможность использования метода внутренней кристаллизации, разработанного ранее в качестве основы технологии получения оксидных волокон в молибденовой матрице, для получения силицид-молибденовых композитов. Демонстрация указанной возможности выполнена в серии экспериментов, в результате которых получены композиты с молибденовой матрицей и волокнами на основе Mo₃Si. Полученные композитные образцы характеризуются структурой, типичной для волокнистых композитов, с некоторыми отличиями, связанными с особенностями выбранной системы волокно-матрица. Композиты характеризуются высокими величинами крипостойкости при температурах до 1400 °C. Они являются модельными, поскольку внастоящее время не обладают необходимой трещиностойкостью. Полученные результаты указывают на пути конструирования реальных высокожаропрочных композитов с металлической матрицей.

Ключевые слова: композиты, метод внутренней кристаллизации, силицидные волокна, тугоплавкие металлы, молибден, ползучесть

PRODUCING SILICIDE/MOLYBDENUM COMPOSITES BY USING INTERNAL CRYSTALLIZATION METHOD

S.T.Mileiko,¹ N.I.Novokhatskaya,¹ A.M.Stolin,² P.M.Bazhin²

¹Institute of Solid State Physics of RAS, Chernogolovka Moscow distr., Russia ²Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of RAS, Chernogolovka Moscow distr., Russia

Abstract

There is shown a possibility to use the internal crystallysation method, which was developed earlier as a base for crystallisation of oxide fibres in a molybdenum matrix, to produce silicide/molybdenum composites. A series of the experiments resulted in obtaining composites with Mo₃Si-based fibres and molybdenum matrix. Composite specimens obtained have microstructures typical for fibrous composites with some peculiarities arisen as a result the particular fibre/matrix system under consideration. The composites are characterized by high creep resistance at temperatures up to 1400 °C. They are to be considered as model ones since at present they do not have sufficiently high fracture toughness properties. The results obtained show ways of designing real metal matrix composites for very high temperature use.

Keywords: composites, internal crystallization method, silicide fibres, refractory metals, molybdenum, creep

1. Введение

Существенная часть истории газотурбостроения – история разработки жаропрочных сплавов на основе никеля, температура использования которых в критически важных элементах турбины (прежде всего, ра-

бочая лопатка) определяет её кпд и эффективность газотурбинного двигателя в целом. Сплавы на основе никеля прошли этапы деформируемых, изотропых и направленно кристаллизованных литейных структур, дойдя до так называемых монокристаллических структур, при этом стабильность структур повышалась за счёт «тяжёлого» легирования (рений, рутений) с сответствующим ростом плотности, сказыващейся на удельных характеристиках сплавов.

Очевидно, что температура тела рабочей лопатки турбины, выполненной из никелевого сплава, вряд ли превысит 1100 °C, и потому задача разработки жаропрочных материалов на новых принципах уже представляется актуальной, и с течением времении её актуальность будет расти. Следует при этом заметить, что если в разработки никелевых сплавов в силу сложности проблемы были вовлечены единовременно десятки лабораторий и тысячи специалистов, то пул лабораторий, занятых поиском жаропрочных материалов на новых принципах – задача ещё более сложная - уже велик и со временем будет только расти.

Указанные поиски ведутся в настоящее время, главным образом, в двух напрвлениях:

- 1. Разработка сплавов на основе тугоплавких металлов, прежде всего, ниобия и молибдена;
- 2. Разработка композитов с керамической матрицей.

В первом направлении которое в последние примерно 25 лет переживает новый виток развития в связи с успехами в защите такого типа сплавов от окисления, достигнуты практически важные результаты. Основные усилия в этом направлении были сфокусированы на удовлетворении взаимно-противоречивых требований по жаростойкости (сопротивлению газовой коррозии), крипостойкости (сопротивлению ползучести) и трещиностойкости сплавов на основе ниобия и молибдена [1]. Компромисс в удовлетворении указанных требований достигнут путем введения в сплав силицидов тугоплавких металлов, при этом важным оказывается комбинирование различных силицидов [2]. Введение достаточно большого объёма силицидов ведёт к росту крипостойкости, но снижает трещиностойкость. Нужный баланс характеристик достигается тонкой подстройкой структуры, которая требует сложного легирования ниобия. Эти исследования позволили, в частности, разработать сплав, на основе ниобия, легированного кремнием, и содержащий Ti, Re, Cr, Al, Hf, Ru, а также, по крайней мере, один металл из группы W, Ta, Mo, в котором содержится металлическая фаза – ниобиевый сплав – и, по крайней мере, один силицид металла состава M₃Si или M₅Si₃, где M – по крайней мере один из элементов группы Nb, Hf, Ti, Mo, Ta, W и их комбинации [3].

Понимая возможные физические ограничения ниобия по максимальным рабочим температурам, работающие в этом направлении исследователи сконцентрировались в значительной мере на разработках молибденовых сплавов. К достижению нужного баланса сопротивления ползучести, жаростойкости и низкотемпературной трещиностойкости, авторы многочисленных публикаций и ряда патентов, всё ещё, по-видимому, приближаются, исследуя сплавы системы Mo-Si-B [4]. Несмотря на определенные успехи в направлении защиты от газовой коррозии повышении крипостойкости, проблема трещиностойкости такого типа сплавов требует ещё своего решения [5]. В поисках решения возникает обычная для высокопрочных сплавов, наполненных жесткими частицами, трудность: с ростом прочности (крипостойкости) падает трещиностойкость [6].

К этому направлению тематически примыкают отдельные работы по силицидам тугоплавких металлов. Не касаясь многочисленных работ по силицидам, получаемым методами порошковой металлургии, и силицидным покрытиям, заметим, что литературные данные по структуре и механическим характеристикам кристаллов силицидов на основе молибдена и ниобия весьма ограничены [7,8,9,10,11]. Тем не менее, они дают основание ожидать высоких механических характеристик силицидных волокон при высоких температурах.

Второе направление, зародившееся около 30 лет назад [12 13], привело к разработке практически важных композитов SiC-SiC и оксид-оксидных, основанных на поликристаллических волокнах. Каждое из этих семейств имеет свои достоинства и недостатки, наиболее важными из которых являются, по-видимому, высокая теплопроводность первых и высокое сопротивление окислению вторых, что и определяет ниши, ими занимаемые в разработках перспективных газовых турбин. Разработка жаропрочных композитов с металлической матрицей представляется перспективным, но слабо развитым направленем. Металлическая матрица придает композиту «металлические» механические характеристики – обеспечивая высокую трещиностойкость, в некоторых случаях даже более высокую, нежели трещиностойкость исходной матрицы. Эффект повышения трещиностойкости определяется «размазыванием» пластически деформированной зоны перед кончиком трещины в результате множественных разрушений хрупкого волокна с прочностью, неоднородной по длине [6].

Основные результаты последнего десятилетия в области высокотемпературных композитов с металлической матрицей получены в Институте физики твердого тела РАН; они основаны на применении метода внутренней кристаллизации [14,15], позволяющем получать доступные для конструкционных применений оксидные волокна. Показано, в частности, что армирование оксидными волокнами матриц на основе никелевых сплавов позволяет получить композиты с плотностью ~ 7 г/см³ и крипостойкостью (по критерию 1% деформации ползцчести за 100 ч) до 150 МПа при 1150 °С [16,17]. Ещё более важный в этом направлении результат получен в исследовании ползучести и сопротивления окислению композитов с молибденовой и оксидными иттрий-содержащими волокнами: показана возможность формирования защитной плёнки молибдата иттрия на поверхности композитного образца [18], при этом композит характеизуется весьма всокой крипостойкостью вплоть до температур, по кайней мере, 1300 °С.

Целью настоящего сообщения является проверка возможности получения композитов с молибденовой матрицей и силицидными волокнами путём кристаллизации силицида в каналах молибденовой матрицы по схеме внутренней кристаллизации, развитой ранее применительно к кристаллизации оксидов. На первом этапе работ, результаты которого представлены ниже, исследована наиболее сложная для реализации пара матрица – кристаллизуемое волокно. В качестве матрицы используется технически чистый молибден, в качестве исходного состава расплава – дисилицид молибдена. Нет оснований ожидать, что исходный расплав сохранит свой состав: в результате взаимодействия расплава дисилицида с молибденом матрицы кристаллизованное волокно будет состоять из силицидов, сдвинутых по составу в сторону молибдена. Каковы будут состав волокна и матрицы, их структура, каковы высокотемпературные механические свойства композита – на эти вопросы отвечат настоящая заметка.

2. Получение композитов

Метод внутренней кристаллизации, описанный ранее [14,15], состоит из (1) подготовки молибденового каркаса, содержащего нерерывные, близкие у цилиндрическим, каналы некруглой формы поперечного сечения; (2) расплавления исходной шихты материала волокна, в предыдущих работах – оксидной, расплав которой смачивает молибден и взимодействует с ним в весьма тонкой погрвничной зоне; (3) пропитки расплавом материала волокна молибденового каркаса; (4) кристаллизации волокна в каналах молибденовой матрицы перемещением заготовки в холодную зону печи с заданной скоростью. В рассматриваемом случае взаимодействие расплава и молибдена, очевидно, не может сконцентрироваться в узкой зоне, и это может привести к существенным изменениям состава волокна относительно исходной шихты и, соответственно, - состав матрицы. Другой особенностью процесса является подготовка исходной шихты. В рамках настоящей работы состав исходной шихты соответствовал дисилициду молибдена.

2.1. Подготовка исходного материала для волокон

В настоящей работе исходный порошок дисилицида молибдена был получен методом самораспространяющегося высокотемпературного синтез (CBC), особенностью которого является возможность организации реакции в узкой зоне, перемещающейся по всей заготовке за счет теплопередачи после локального кратковременного инициирования в исходной смеси реагентов [19]. Метод использован в сочетании с процессом высокотемпературного сдвигового деформирования синтезированного материала в условиях свободного CBC-сжатия [20] из исходных элементов молибдена и кремния с последующим механическим диспергированием порошка дисилицида молибдена. Во время свободного CBC-сжатия материал подвергается сдвиговому деформированию, возможность которого базируется на способности горячей массы синтезированного продукта к макроскопическому течению. Для CBC-материалов такая деформация может осуществляться лишь в характерном температурном диапазоне (интервале переработки) от температуры горения (1900К) до температуры живучести (1750К), выше которой материал обладает еще способностью к пластическому деформированию, а ниже затвердевает и теряет свои пластические свойства. Сама способность к макроскопическому течению зависит как от уровня реологических свойств (предела текучести, сдвиговой и объемной вязкости), так и от влияния на них структурных процессов (рост и коагуляция зерен), отверждения и условий деформирования. Использование процесса пластического деформирования приводит к более полному фазообразованию в материале, при этом не наблюдаются непрореагировавшие объемы исходных порошков.

Использовали смеси порошков молибдена марки МПЧ и кремния марки КР-0. Порошок кремния получался размолом кремниевого производства. Смешение порошков производилось в шаровой мельнице в течение 20 часов.

Реакция горения в режиме CBC между исходными компонентами порошка молибдена и кремния слабоэкзотермичная и проходит по следующей схеме:

 $Mo+2Si \rightarrow MoSi_2 + 26$ ккал/моль

Полученный материал после свободного CBC-сжатия подвергался дальнейшему механическому диспергированию и просеиванию через сита с ячейками размером менее 250 мкм.

2.2. Кристаллизация

В отличие от традиционного метода внутренней кристаллизации, процесс пропитки расплавом осуществлялся безтигельным образом. После пропитки заготовка перемещалась в холодную зону печи с заданной скоростью. Очевидно, что некоторые ограничения на скорость кристаллизации определяются возможностью взаимодействия расплава с молибденовой матрицей.

3. Структура композитов

Результат неизбежного взаимодействие расплава, в исходном состоянии – MoSi₂ (температура плавления 2020 °C), с молибденовой матрицей зависит от температуры и времени контакта (скорости перемещения образца в холодную зону) В рамках описываемого этапа работы эти зависимости, знание которых определит в будущем технологию получения композитов рассматриваемого семейства, не исследовались достаточно детальным образом. Поэтому приведём лишь один пример получамых структур.

Типичная структура композита демонстрируется образцом H0062, полученным при скорости вытягивания в холодную зону печи 20 мм/мин. Длина образца 65 мм, структура исследовалась в двух сечениях – верхнем (на расстоянии 15 мм от торца) и нижнем (на расстоянии 15 мм от нижнего торца). Соответствующие СЭМ-микрофотографии показаны на Рис. 1 на Рис. 2, которые сопровождаются результатами микроанализа в ряде точек волокна и матрицы.

Эти результаты позволяют сделать следующие выводы:

1. При пропитке и кристаллизации расплава с исходным составом MoSi₂ в каналах молибденовой матрицы имеет место, как и ожидалось, интенсивное взаимодействие расплава с молибденом.

2. По границам зёрен в молибдене взаимодействие идёт более интенсивно, нежели по зерну. Причина представляется очевидной.

3. Структура волокна выглядет полосчатой, одна полоса содержит Mo₃Si, другая также содержащая этот силицид обогащена молибденом.

4. Матрица обогащена кремнием, при этом содержание кремния в молибдене близко к его содержанию в современных сплавах системы Mo-Si-B [4,5].

Рентгеноструктурный анализ²¹ поверхности среднего сечений образца, включающего как волокно, так и матрицу, с целью определения фазового состава композита указывает на наличие сплава молибдена и силицида состава Мо₃Si (Рис. 3).



	Матрица	Волокно						
Точка на микрофотографии	3	2	4	5	6	7	8	9
Мо ат%	5.48	23.02	22.07	22.15	22.82	22.17	23.16	22.86
Si at%	94.52	76.98	77.23	77.85	77.18	77.83	76.84	77.14
Mo:Si	17.25	3.34	3.50	3.51	3.38	3.51	3.32	3.37



A typical microstructure of the composite in the upper section of a specimen. Chemical compositions of the matrix and fibre in the points marked on the SEM micrographs are given in the table

4. Механические свойства (крипостойкость)

Очевидно, что полученные структуры далеки от оптимальных, обеспечивающих нужный баланс крипостойкости и трещиностойкости. Очевидно также, что развитие описанного подхода к построению композитных стуктур может привести к разработке практически важных сплавов. Поэтому в рамках настоящей работы были определены лишь свойства высокотемпературной ползучести – основной характеристики жаропрочного материала.

4.1. Техника испытаний на ползучесть

Предварительная оценка крипостойкости разрабатываемых композитов должна проводиться простыми ускоренными методами испытаний, которые сопровождаются должной интерпретацией результатов. Вся техника такого рода испытаний и способы интерпретации изложены в [22,23]. Здесь отметим лишь, что простота испытаний определяется тем, что образцы испытываются на изгиб, в настоящей работе – изгиб с перерезывающей силой (3-точечный изгиб). В предположении идентичности характеристик ползучести при растяжении и сжатии (зависимость скорости ползучести от напряжения аппроксимируется степенной функцией) решается задача, обратная задаче об определении скорости прогиба изгибаемого стержня с целью определения характеристик ползучести материала при растяжении. Существенным является испытание при ступенчато изменяющейся нагрузке – это даёт немедленно величину показателя степени *n* в упомянутой степенной аппроксимации определяющего соотношения и затем – вторую (силовую) константу в этой аппроксимации.



		Волокно										
Точка на микрофотографии		2	3		4	7	9	12		13	14	
	Мо ат%	21.9	22.7	7	22.3	22.3	23.6	22.4	2	2.6	23.28	8
	Si at%	78.12	77.2	8	77.72	77.7	76.44	77.62	77	7.42	76.72	2
	Mo:Si	3.6	3.4		3.5	3.5	3.2	3.5	3	3.4	3.3	
						Волон	кно					
	Точка на микрофотографии	15	16		17	18	20	21		22	24	
Мо ат%		22.04	22.1	4	22.38	22.45	22.88	23.09) 22	2.97	23.10	6
	Si at%	77.96	77.8	6	77.62	77.55	77.12	76.91	l 71	7.03	76.84	4
Mo:Si		3.5	3.5		3.5	3.4	3.4	3.3		3.3	3.3	
Матрица												
	Точка на микрофотографии	ι 1			5	6	11		19	2	23	
	Мо ат%	5.9)2		6.49	6.46	6.32	2 6	.04	6	.33	
Si at%		94.0	08		93.51	93.54	93.6	8 93	3.96	93	.67	
	Mo·Si	15	9		144	14 5	148	1	56	14	81	

Рис. 2. Типичная структура композита в верхнем сечении образца. В таблице указан хим. состав матрицы и волокна в точках, отмеченных на СЭМ-микрофотографиях

A typical microstructure of the composite in the upper section of a specimen. Chemical compositions of the matrix and fibre in the points marked on the SEM micrographs are given in the table

Следующий шаг – оценка величины *n* расчетным путем с использованием характеристик ползучести матрицы и прочности волокна. Этот шаг в настоящей работе неприменим, поскольку необходимые характеристики компонентов композита не определены. Однако полученная в [22] зависимость показателя степени *n* от объёмного содержания волокна, будет здесь использована для качественной корректировки данных по ползучести композитных образцов.

4.2. Результаты испытаний на ползучесть

Испытания на ползучесть проводились при двух температурах – 1300 и 1410 °C. Типичная кривая ползучести при температуре 1410 °C приведена на Рис. 4. Она позволяет определить по отношению нагрузок и





X-ray spectrum obtained from the middle section of specimen H0071. See a colour image on the cover page of the journal

скоростей, величину показателя степени n в степенном законе ползучести, он оказывается равным ~ 5. В экспериментах наблюдалась и затухающая ползучесть (Рис. 5), протекающая в условиях релаксации напряжения в ползущей матрице, при этом волокно деформируется упруго, без разрушений. Характерная поверхность разрушения представлена на Рис. 6.

Размеры всех образцов и вечины скорости установившегося прогиба даны в Табл. 1. Эти данные могут быть использованы для интерпретации поведения композитов в условиях ползучести. В настоящей работе интерпретация проводилась по ранее предложенной схеме, основанной на решении задачи об изгибе стержня, выполненного из материала, подверженного ползучести [21], и расчётной оценке величины показателя степени в *n* в степенном законе ползучести [22]. Оценка величин сопротивления ползучести для температуры 1410 °C получена с выбранной на основании опыта с образцом H0069 (см. Табл. 2) величиной *n* = 5, для температуры 1300 °C – выбрана величина *n* = 10. Полученные данные по крипостойкости (сопротивление ползучести - напряжение, вызывающее 1% деформации ползучести за 100 ч.) сведены в Табл. 2.

Для температуры 1410 °С они представлены в зависимости от объёмного содержания волокна на Рис. 7. Важно заметить, что величина n = 5 экспериментально определена для композита с объёмным содержанием ~0.2. Зависимость $n(V_{\rm f})$ такова, что величина n растет практически линейно с объёмным содержанием волокна [22], поэтому следует считать, что оценки величины сопротивления ползучести при $V_{\rm f} > 0.2$



Рис. 4. Типичная кривая ползучести образца при изгибе A typical creep curve of the composite under bending



Рис. 5. Кривая затухающей ползучести A creep curve with a plateu



Puc. 6. Фрагмент поверхности разрушения образца H0068 A fragment of the fracture surface of specimen H0068

Таблица 1

Исходные экспериментальные данные испытаний на ползучесть при изгибе

	Pa	азмеры обра	зца				
Номер			Расстояние	Температура	Нагрузка	Скорость	
образца	Высота	Ширина	между	remneparypa		прогиба	
			опорами				
	MM	MM	MM	°C	кгс	мм/ч	
H0067	3.5	3.5	46	1410	15	12.3	
H0068	3.5	3.5	46	1410	15	0.089	
H0069	5.25	5.45	51	1410	36	0.108	
H0069	5.25	5.45	51	1410	33	0.070	
H0070	3.6	3.55	46	1410	15	0.443	
H0071	3.9	3.84	36	1300	13	Затухает	
H0073	3.6	3.55	35	1410	13	0.313	
H0074	3.58	3.56	42	1300	13	0.084	
H0075	3.64	3.66	36	1300	13	0.021	

H0077	3.55	3.5	36	1300	13	0.020
H0081	3.5	3.5	35	1300	13	0.104
H0194	3.4	3.28	47	1300	10	0.051
H0197	3.4	3.36	36	1410	10	0.033
H0198	3.4	3.25	47	1410	10	0.033
H0199	3.4	3.32	36	1300	10	0.043
H0200	3.4	3.42	36	1300	10	0.045
H0202	3.4	3.15	36	1410	10	0.888
H0206	4	4.04	47	1410	8	0.171

Таблица 2

Оценка сопротивления ползучести (напряжение, вызывающее 1% деформации ползучести за 100 ч) для испытанных образцов

Номер образца	Объёмное содержание волокна	Температура испытаний	п	Сопротивление ползучести
		°C		МПа
H0068	0.35	1410	5	95
H0067	0.15	1410	5	35
H0069	0.2	1410	4.94	66
H0070	0.1	1410	5	36
H0071	0.35	1300		Затухаю щая ползучесть
H0073	0.15	1410	5	40
H0075	0.25	1300	10	76
H0074	0.2	1300	10	85
H0077	0.25	1300	10	59
H0081	0.2	1300	10	71
H0194	0.24	1300	10	95
H0198	03	1410	5	91
H0197	0.2	1410	5	60
H0199	0.3	1300	10	69
H0200		1300	10	67
P0206	0.05	1410	6	32

занижены, при $V_t < 0.2$ – завышены. Это указывается стрелками на Рис. 7 и приближает зависимость к линейной вплоть до сравнительно больших объёмных содержаний волокна, что характерно для композитов с прочной связью между волокном и матрицей. Рассматриваемые композиты относятся к указанному классу.

Разброс величин сопротивления ползучести при температуре 1300 °C оказывается столь большим (Табл. 2), что вообще характерно для свойств ползучести, что представление этих данных в виде графика лишено смысла. Существенно при этом заметить, - что повышение температуры испытаний от 1300 до 1410 °C не приводит к заметному снижению сопротивления ползучести. Это соответствует гипотезе о слабой зависимости прочности волокна, основанного на силициде Mo₃Si от температуры в этом интервале.

5. Выводы

1. Показана принципиальная возможность использования метода внутренней кристаллизации для получения композитов с молибденовой матрицей и силицидными волокнами



Рис. 7. Сопротивление ползучести композита Мо₃Si-Мо в зависимости от объёмного содержания волокна. Температура испытаний 1410 °C

Creep resistance at 1410 °C of Mo Si-Mo composites versus fibre volume fraction

2. Полученные композитные образцы характеризуются структурой, типичной для волокнистых композитов с некоторыми отличиями, связанными с особенностями выбранной системы волокно-матрица.

3. Силицид-молибденовые композиты характеризуются высокими величинами крипостойкости при температурах до 1400°С.

4. Описанные композиты являются модельными, поскольку не обладают необходимой трещиностойкостью. Полученные в их исследовании результаты указывают на пути конструирования реальных высокожаропрочных композитов.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 14-08-01254). Активную помощь в работе оказывали и оказывают А Я Мицкевич, В А Чумичёв, Н А Прокопенко, К В Ван, О Ф Шахлевич и И В Новиков – авторам приятно выразить им искреннюю благодарность.

Библиографический список

1. M. Fujikura, A. Kasama, R. Tanaka and Sh. Hanada, Effect of alloy chemistry on the high temperature strengths and room temperature fracture toughness of advanced Nb-based alloys, *Materials Transactions*, **45**, (2004) 493 – 501.

2. I. Grammenos, P. Tsakiropoulos, Study of the role of Hf, Mo and W additions in the microstructure of Nb-20Si silicide based alloys, *Intermetallics* **19** (2011) 1612-1621.

3. US Patent 7,704,335 published April 27, 2010.

4. P. Jain, K.S. Kumar, Tensile creep of Mo-Si-B alloys, Acta Materialia 58 (2010) 2124-2142.

5. J.A. Lemberg, M.R. Middlemas, T. Weingärtner, B. Gludovatz, J.K. Cochran, R.O. Ritchie, On the fracture toughness of fine-grained Mo-3Si-1B (wt.%) alloys at ambient to elevated (1300°C) temperatures, *Intermetallics* **20** (2012) 141-154.

6. S.T. Mileiko, Metal and Ceramic Based Composites, Elsevier, Amsterdam, 1997.

7. T. Nakano, K. Hagihara, Y. Nakai, Y. Umakoshi, Plastic deformation behavior of NbSi₂/MoSi₂ crystals with oriented lamellae, *Intermetallics* **14** (2006) 1345-1350.

8 K. Hagihara, T. Nakano, Fracture behavior and toughness of $NbSi_2$ -based single crystals and $MoSi_2(C11b)/NbSi_2(C40)$ duplex crystals with a single set of lamellae, *Acta Materialia* **59** (2011) 4168–4176.

9. A.A. Sharif, A. Misra, T.E. Mitchell, Strength of MoSi₂-based crystals at ultra-high temperature, *Scripta Materialia* **52** (2005) 399–402.

10. P.K. Ray, Y.Y. Ye, M. Akinc, M.J. Kramer, Effect of Nb and W substitutions on the stability of the A15 Mo₂Si phase, *J Alloys and Compounds* **537** (2012) 65–70.

11. J.H. Schneibel, High temperature strength of $Mo-Mo_3Si-Mo_5SiB_2$ molybdenum silicides, *Intermetallics* 11 (2003) 625–632.

12. J. Aveston and A. Kelly, Theory of multyple fracture of fibrous composites, J Mater Sci., 8 (1973) 352-362.

13 R. Naslain, Fibrous ceramic-ceramic composite materials processing and properties. *J de Physique Colloques*, 1986, **47** (C1), 703-715.

14. С.Т. Милейко и В.И. Казьмин, Получение композитов методом внутренней кристаллизации, *Mexa*ника композитных материалов, 1991, №5, 898-908.

15. S.T.Mileiko, Single crystalline oxide fibres for heat-resistant composites, Compos. Sci. and Technol., 2005, 65, 2500-2513.

16. С.Т. Милейко, В.М. Кийко, А.А. Колчин, Н.И. Новохатская, К. В. Ван, О.А. Базылева, Ю.А. Бондаренко, Ползучесть оксид-никелевых композитов, *Композиты и Наноструктуры*, 2009, №4, 5-18.

17. Н.И. Новохатская, А.Н. Толстун, В.М. Кийко, А.А. Колчин, С.Т. Милейко, Влияние неоднородности упаковки волокон на механические свойства оксид-никелевых композитов, *Композиты и Наноструктуры*, 2011, №1, 5-17.

18. С.Т. Милейко и Н.И. Новохатская, Об одной возможности построения жаропрочных жаростойких композитов с тугоплавкой металлической матрицей, *Композиты и наноструктуры*, 2012, № 4, 5-14.

19. А.Г. Мержанов, Процессы горения и синтез материалов, ред. В.Т. Телепа, А.В. Хачоян, Черноголовка: ИСМАН, 1998.

20. С.Н. Галышев, П.М. Бажин, А.М. Столин, А.Е.Сычев. Синтез металлокерамики на основе Ti-Al-C в условиях свободного CBC-сжатия, *Перспективные материалы*, 2010, №2, 81-86.

21. Анализ выполнен О.Ф. Шахлевич.

22. S.T.Mileiko, Oxide-fibre/Ni-based matrix composites – III: A creep model and analysis of experimental data, *Compos. Sci. and Technol.*, 2002, **62**, 195-204.

23. S.T. Mileiko, Speeding up creep tests of novel high temperature composites, Proc. of 15th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM-15), Porto, 22-27 July 2012, eds J.F.Silva Gomes and Mario A.P. Vaz, INEGI, 13-14.

References

1. M. Fujikura, A. Kasama, R. Tanaka and Sh. Hanada, Effect of alloy chemistry on the high temperature strengths and room temperature fracture toughness of advanced Nb-based alloys, *Materials Transactions*, **45**, (2004) 493 – 501.

2. I. Grammenos, P. Tsakiropoulos, Study of the role of Hf, Mo and W additions in the microstructure of Nb-20Si silicide based alloys, *Intermetallics* **19** (2011) 1612-1621.

3. US Patent 7,704,335 published April 27, 2010.

4. P. Jain, K.S. Kumar, Tensile creep of Mo-Si-B alloys, Acta Materialia 58 (2010) 2124-2142.

5. J.A. Lemberg, M.R. Middlemas, T. Weingärtner, B. Gludovatz, J.K. Cochran, R.O. Ritchie, On the fracture toughness of fine-grained Mo-3Si-1B (wt.%) alloys at ambient to elevated (1300°C) temperatures, *Intermetallics* **20** (2012) 141-154.

6. S.T. Mileiko, Metal and Ceramic Based Composites, Elsevier, Amsterdam, 1997.

7. T. Nakano, K. Hagihara, Y. Nakai, Y. Umakoshi, Plastic deformation behavior of NbSi₂/MoSi₂ crystals with oriented lamellae, *Intermetallics* **14** (2006) 1345-1350.

8. K. Hagihara, T. Nakano, Fracture behavior and toughness of $NbSi_2$ -based single crystals and $MoSi_2(C11b)/NbSi_2(C40)$ duplex crystals with a single set of lamellae, *Acta Materialia* **59** (2011) 4168–4176.

9. A.A. Sharif, A. Misra, T.E. Mitchell, Strength of MoSi₂-based crystals at ultra-high temperature, *Scripta Materialia* **52** (2005) 399–402.

10.P.K. Ray, Y.Y. Ye, M. Akinc, M.J. Kramer, Effect of Nb and W substitutions on the stability of the A15 Mo_3Si phase, *J Alloys and Compounds* **537** (2012) 65–70.

11. J.H. Schneibel, High temperature strength of $Mo-Mo_3Si-Mo_5SiB_2$ molybdenum silicides, *Intermetallics* **11** (2003) 625–632.

12.J. Aveston and A. Kelly, Theory of multyple fracture of fibrous composites, J Mater Sci., 8 (1973) 352-362.

13.R. Naslain, Fibrous ceramic-ceramic composite materials processing and properties. *J de Physique Colloques*, 1986, **47** (C1), 703-715.

14.S.T.Mileiko and V.I Kazmin, Fabrication of composites by internal crystallization method. *Mehanika* kompozitnyh materialov - Mechanics of composite materials, 1991, No. 5, pp 898-908, (in Russian)

15.S.T.Mileiko, Single crystalline oxide fibres for heat-resistant composites, *Compos. Sci. and Technol.*, 2005, **65**, 2500-2513.

16.S.T. Mileiko, V.M. Kiiko, A.A. Kolchin, N.I. Novohatskaya, K. V. Van, O.A. Bazyleva, Yu.A. Bondarenko, Creep of oxide-Nickel composites, *Kompozity i Nanostruktury - Composites and Nanostructures*, 2009, no 4, pp 5-18, (in Russian)

17.N.I. Novohatskaya, A.N. Tolstun, V.M. Kiiko, A.A. Kolchin, S.T. Mileiko, An effect of non-homogeneous fibre packing on mechanical properties of oxide/nickel composites, *Kompozity i Nanostruktury - Composites and Nanostructures*, 2011, no 1, pp 5-17, (in Russian)

18.S.T. Mileiko, N.I. Novohatskaya, On a possibility to make heat resistant composites of high gas corrosion resistance based on refractory metal matrix, , *Kompozity i Nanostruktury - Composites and Nanostructures*, 2012, no 4, pp 5-14.

19.A.G. Merzhanov, *Protsessy goreniya i sintez materialov* [Burning processes and materials synthesis]. ed. V.T. Telepa, A.V. Hachoyan, Chernogolovka: ISMAN, 1998.

20.S.N. Galyshev, P.M. Bazhin, A.M. Stolin, A.E.Sychev, Synthesis of Ti-Al-C-based ceramics under combined SHS and compression, *Perspektivnye materialy - Advanced materials*, 2010, no 2, pp 81-86.

21.S.T.Mileiko, Oxide-fibre/Ni-based matrix composites – III: A creep model and analysis of experimental data, Compos. Sci. and Technol., 2002, **62**, 195-204.

22.S.T. Mileiko, Speeding up creep tests of novel high temperature composites, Proc. of 15th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM-15), Porto, 22-27 July 2012, eds J.F.Silva Gomes and Mario A.P. Vaz, INEGI, 13-14.

Сведения об авторах

С.Т.Милейко: д-р техн. наук, гл. научный сотрудник Института физики твёрдого тела РАН, Черноголовка Московской области, Россия; <u>mileiko@issp.ac.ru</u>, тел/факс +7(49652) 2 24 93.

Н.И.Новохатская: канд. техн. наук, ст. научный сотрудник Института физики твёрдого тела РАН, Черноголовка Московской области, Россия; <u>novokh@issp.ac.ru</u>, тел/факс +7(49652) 28

П. М.Бажин: канд. техн. наук, ст. научный сотрудник, Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, 142432, Черноголовка Московской области, ул. Академика Осипьяна, д.8; тел. +7(496)5246346, <u>olimp@ism.ac.ru</u>.

А.М.Столин: д-р физ.-мат. наук, зав. лаб. Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, 142432, Черноголовка Московской области, ул. Академика Осипьяна, д.8; тел. +7(496)5246395, <u>amstolin@ism.ac.ru</u>.