

Т. Б. Сербенюк^{1,*}, Т. О. Пріхна¹, В. Б. Свердун¹,
В. Є. Мошіль¹, М. В. Карпець^{1,2}, Г. Д. Ільницька¹,
А. А. Марченко¹, В. В. Куш¹, Л. О. Полікарпова¹,
В. В. Білорусець¹, С. П. Старик¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля

НАН України, м. Київ, Україна

²Національний технічний університет України

“Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського”,

м. Київ, Україна

*serbenuk@ukr.net

Структура та механічні властивості композитів на основі AlN з добавками ZrB₂ та алмазного порошку

Досліджено структуру та механічні властивості композиційних керамічних матеріалів AlN–C–ZrB₂ електротехнічного призначення на основі AlN з добавками 2 % (за масою) алмазного порошку та 8–13 % (за масою) ZrB₂, спечених методом гарячого пресування за температури 1920 °C та тиску 20 МПа. За результатами, отриманими із застосуванням сканувального електронного мікроскопа та рентгенівського дифрактометра з розшифровкою дифрактограм за допомогою методу Рітвельда, було визначено, що за різних концентрацій ZrB₂ у вихідній шихті структура композиційних матеріалів містить основні фази – AlN, Al₃(O, N)₄, ZrB₂, ZrC, Y₃Al₅O₁₂ та C у вигляді графіту. Аналіз одержаних даних механічних властивостей показав, що твердість за Вікерсом композитів за навантаження на індентор 9,8 Н становить 11,44±0,53 та 12,18±0,30 ГПа для зразків з вихідним вмістом ZrB₂ 8 та 13 % (за масою) відповідно. Водночас утворення тріщин, що виходять із кутів відбитка піраміди у структурі матеріалу спостерігали за навантаження 49 Н, а рівень тріщиностійкості для обох матеріалів становив 6,03–6,36 МПа·м^{0,5}.

Ключові слова: композиційний матеріал, AlN, алмазний порошок, ZrB₂, механічні властивості, структура.

ВСТУП

Нітрид алюмінію (AlN) – діелектрик, що характеризується великою теплопровідністю (понад 160 Вт/(м·К)), здатний витримувати температуру до 1000 °C та має невелику (3,23 г/см³) питому густину [1–3]. Композиційні матеріали на основі AlN з високими значеннями електродинамічних характеристик, давно відомі як перспективні для використання в галузі електроніки [4–6]. Електропровідні або напівпровідникові компоненти (W, Mo, SiC, ZrB₂, C, TiN) додаються до AlN для досягнення високих значень відносної діелектричної проникності (ϵ') та діелектричних втрат ($\tan\delta$) матеріалів на його основі [7–15]. До того ж, наявність даних фаз у структурі матеріалу на основі AlN здатна підвищити рівень механічних характеристик композитів. Наприклад, завдяки фазам ZrB₂ чи ZrC у структурі алюмонітридних матеріа-

лів підвищується твердість [16], а за невисокої концентрації вуглецю зростає тріщиностійкість керамічних матеріалів [13]. Введення Mo (40 % (за об'ємом)) до AlN підвищує тріщиностійкість від 2,3 до 6,9 МПа·м^{1/2} [17], а додавання TiN (21 % (за об'ємом)) у шихту на основі AlN приводить до збільшення твердості за Віккерсом та тріщиностійкості композитів на 8 та 33 % відповідно [14].

Окрім фазового складу та розміру їхніх включень у структурі, важливу роль відіграє і технологічний процес виготовлення, за якого досягають максимальної щільності матеріалу [13, 18]. Адже досягнення високої щільності алюмонітридної кераміки з підвищенням концентрації тугоплавких добавок у шихті може бути ускладненим або через їхню погану здатність до ущільнення, або через високу температуру плавлення. Це, зі свого боку, також впливатиме на рівень механічних властивостей та на здатність матеріалів витримувати навантаження без пошкоджень чи руйнації під час механічної обробки або експлуатації пристроїв. Тому, важливим аспектом у процесі створення композитів електротехнічного призначення є, у першу чергу, досягнення достатнього рівня щільності та механічних характеристик.

У даній роботі досліджено структуру, визначено твердість та тріщиностійкість нових композиційних керамічних матеріалів, спечених методом гарячого пресування на основі порошку AlN з добавками алмазного порошку та дибориду цирконію (ZrB₂) з різною концентрацією.

МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

В планетарному активаторі змішували суміші на основі порошків AlN і 4 %¹ Y₂O₃ з добавками порошку ZrB₂ у кількості 8 та 13 %, дисперсністю 5 мкм і алмазного порошку у кількості 2 %, дисперсністю 1/0 мкм (попередньо проводили подрібнення алмазних порошків дисперсністю 40 мкм, очищення хімічним способом та поділ на фракції).

Блоки композиційних керамічних матеріалів із суміші AlN–Y₂O₃–C(ПА)–ZrB₂ спікали у графітових формах методом гарячого пресування. Спікання кераміки AlN–C–ZrB₂ проводили відповідно до проходження процесу усадки матеріалу, яка була оптимальною за температури 1920 °C та тиску 20 МПа.

Для дослідження структури матеріалів та визначення їхніх механічних властивостей із спечених керамічних блоків розмірами $D = 25$ мм, $h = 10$ мм отримували зразки розмірами 8×8×1 мм з полірованою поверхнею за допомогою механічної обробки. Проводили гідростатичне зважування зразків та визначали щільність за формулою, що включала зокрема вагу зразків на повітрі та у воді.

Особливості формування структури та карти розподілу елементів у структурі матеріалів досліджували за допомогою сканувальної електронної мікроскопії (мікроскоп Zeiss EVO 50 XVP) з високочутливим 4-квадрантним фазовим CZ BSD-детектором за збільшення зображення у 1000-кратному розмірі. Кількісний склад та періоди кристалічних ґраток фаз у структурі матеріалу визначали за допомогою рентгенівського дифрактометра Ultima IV (Японія, "Rigaku"), а також методом Рітвельда [19]. Рентгенівські дослідження для композитів на основі AlN проводили за відпрацьованим методом з використанням випромінювання CuK α , $\lambda = 1,54184$ Å, кут 2 θ – від 23° до 68°, з кроком сканування ~ 0,05° та тривалістю 2–4 с на крок [9].

¹ Тут і далі вміст матеріалів приведено в % (за масою), якщо не вказано інакше.

Твердість за Віккерсом за навантаження 9,8 та 49 Н визначали за допомогою мікротвердоміра FALCON 500 за загальноприйнятою методикою [20]. Тріщиностійкість розраховували за формулою Еванса–Чарльза [21] – це співвідношення, яке пов’язує твердість за Віккерсом з розмірами тріщин, що виходять з кутів відбитка піраміди. Цей метод визначення тріщиностійкості рекомендовано для використання у разі дослідження крихких матеріалів, зокрема кераміки [22].

РЕЗУЛЬТАТИ

Зразки композиційних матеріалів $\text{AlN}-\text{C}-\text{ZrB}_2$, спечені із суміші порошків $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-\text{C}(\text{ПА})-\text{ZrB}_2$, мали щільність $\sim 3,34 \text{ г/см}^3$ (8 % ZrB_2) та $3,52 \text{ г/см}^3$ (13 % ZrB_2), що вказувало на пористість менше 2 %. На основі даних, отриманих за допомогою рентгенівського дифрактометра було визначено, що за різних концентрацій ZrB_2 у вихідній шихті структура композитних матеріалів містить основні фази – AlN , $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$, ZrB_2 , ZrC , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ та C у вигляді графіту (рис. 1, а, б).

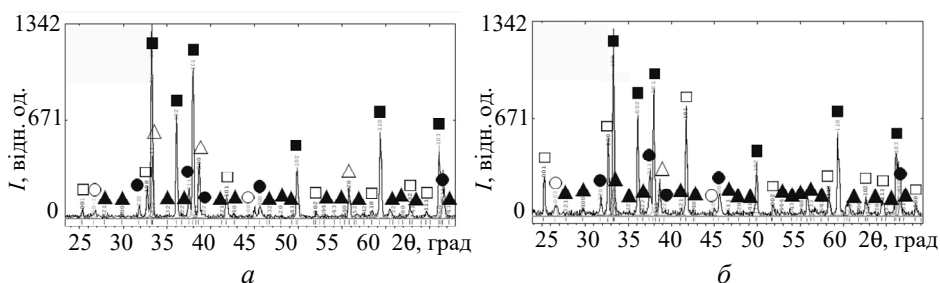


Рис. 1. Рентгенограми зразків композиційних матеріалів $\text{AlN}-\text{C}-\text{ZrB}_2$, вихідна концентрація порошку ZrB_2 – 8 (а) і 13 (б) %: AlN (■), $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$ (●), ZrB_2 (□), $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (▲), C (○), ZrC (Δ).

Завдяки аналізу дифрактограм методом Рітвельда було визначено кількісний склад та періоди кристалічних ґраток фаз у структурі матеріалу (табл. 1). Як видно з результатів, представлених у табл. 1, матричною фазою у структурах обох зразків є AlN , його кількість становить 74,02 % (див. табл. 1, зразок 1) та 63,47 % (див. табл. 1, зразок 2). Менша кількість AlN в структурі зразка 2 на відміну від зразка 1 (див. табл. 1), ймовірно пов’язана з утворенням більшої кількості фази 23,68 % $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$, що приблизно на 6,55 % перевищує вміст у зразку 1 – 17,13 % $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$ (див. табл. 1). Вміст фази ZrB_2 у структурах зразків 1 і 2 композитів становить 3,29 та 7,47 % відповідно (див. табл. 1). Відмічено, що під впливом високих температур відбулася графітизація порошку алмазу, про що свідчать характерні для графіту параметри кристалічної ґратки C : $a = 0,23612\text{--}0,24419 \text{ нм}$, $c = 0,66975\text{--}0,67207 \text{ нм}$. Графітова фаза у структурах обох матеріалів присутня у кількості 0,40–0,47 % (див. табл. 1). Також спостерігали утворення карбідної фази ZrC .

Фаза ZrC , утворена під час взаємодії Zr та графіту, для зразка 1, тобто матеріалу з меншою (8 %) вихідною концентрацією ZrB_2 , представлена у більшій (4,18 % ZrC) кількості, ніж для зразка 2 (13 % ZrB_2), де вміст ZrC становить всього 2,46 %, що свідчить про інтенсивнішу взаємодію між елементами.

Зображення мікроструктури досліджуваних композиційних матеріалів та типові карти розподілу елементів у структурі композитів (зразок 1) представлені на рис. 2 та 3 відповідно.

Таблиця 1. Склад композитів AlN–C–ZrB₂ та періоди ґраток основних фаз-складових

Номер зразка	Фаза	Вміст, %	Період кристалічної ґратки, нм	
			<i>a</i>	<i>c</i>
1	AlN	74,02	0,31143	0,49792
	Al ₃ (O, N) ₄	17,13	0,79567	–
	ZrB ₂	3,29	0,31616	0,35194
	ZrC	4,18	0,46605	–
	Y ₃ Al ₅ O ₁₂	0,92	1,19797	–
	C	0,47	0,23612	0,66975
2	AlN	63,47	0,31142	0,49780
	Al ₃ (O, N) ₄	23,68	0,79590	–
	ZrB ₂	7,47	0,31669	0,35297
	ZrC	2,46	0,46619	–
	Y ₃ Al ₅ O ₁₂	2,52	1,20109	–
	C	0,40	0,24419	0,67207

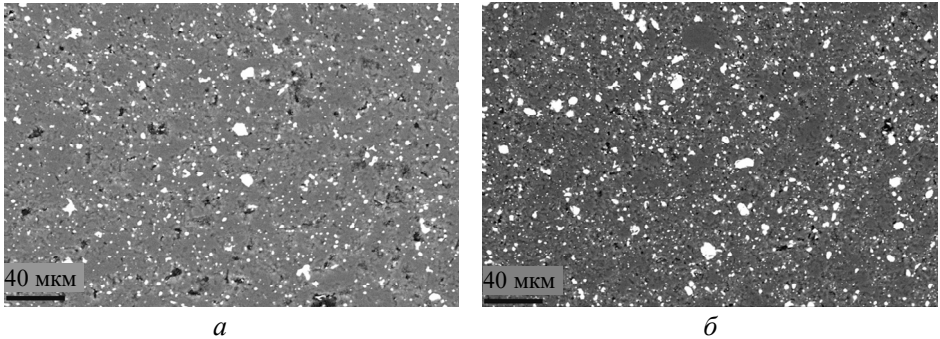


Рис. 2. Зображення мікроструктури композиційних матеріалів AlN–C–ZrB₂ з вихідною концентрацією порошку ZrB₂ – 8 (а) та 13 (б) %.

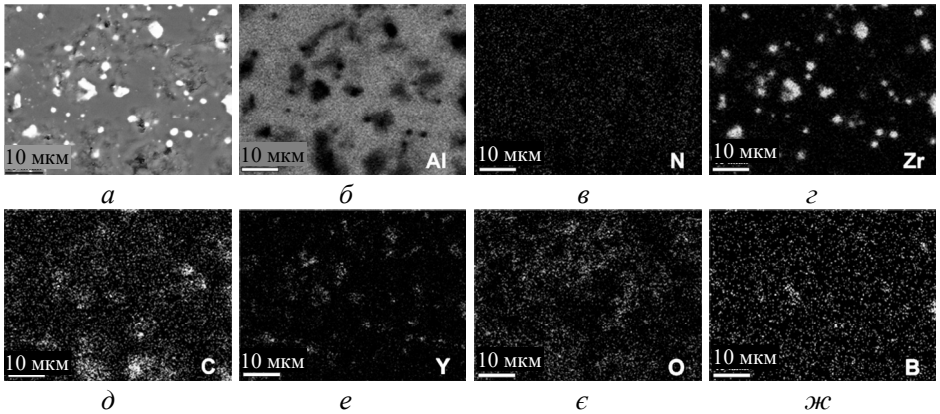


Рис. 3 Типова мікроструктура (а) та карти розподілу елементів Al (б), N (в), Zr (г), C (д), Y (е), O (е), B (ж) у структурі композиційного керамічного матеріалу AlN–C–ZrB₂ (зразок 1).

На зображеннях мікроструктури, отриманих із застосуванням сканувального електронного мікроскопа фаза AlN представлена сірим кольором (див.

рис. 2, а, б, 3, а), це впливає з результатів аналізу розподілу елементів Al та N у структурі (див. рис. 3, б, в). Фаза $\text{Al}_3(\text{O},\text{N})_4$ має вигляд розмитих сіро-білих ділянок, розташованих вздовж межі зерен AlN (див. рис. 2, а, б та 3, а), про це свідчить відповідне розташування елементів Al, N та O на картах (див. рис. 3, б, в, е).

Графітова фаза – це окремі включення чорного кольору, (див. рис. 2 а, б, 3, а), що відповідає розташуванню елемента C на рис. 3, д.

Розташування елементів Zr і B (див. рис. 3, з, ж) та взаємне розміщення Zr та C (див. рис. 3, з, д) на зображеннях карт вказує на те, що фази ZrB_2 і ZrC мають вигляд сфероподібних білих включень на фото мікроструктур (див. рис. 2, а, б, 3, а).

Водночас, алюмоітрієвий гранат представлений у вигляді тонких видовжених прошарків білого кольору вздовж границь зерен AlN (див. рис. 2, а, б, 3, а), на це вказує відповідний розподіл елементів Al, Y, O (див. рис. 3, б, е, є).

Зображення відбитка піраміди у разі дослідження твердості за Віккерсом композитів AlN-C-ZrB_2 за навантаження на індентор 9,8 Н та тріщиностійкості за навантаження на індентор 49Н представлено на рис. 4 та 5 відповідно.

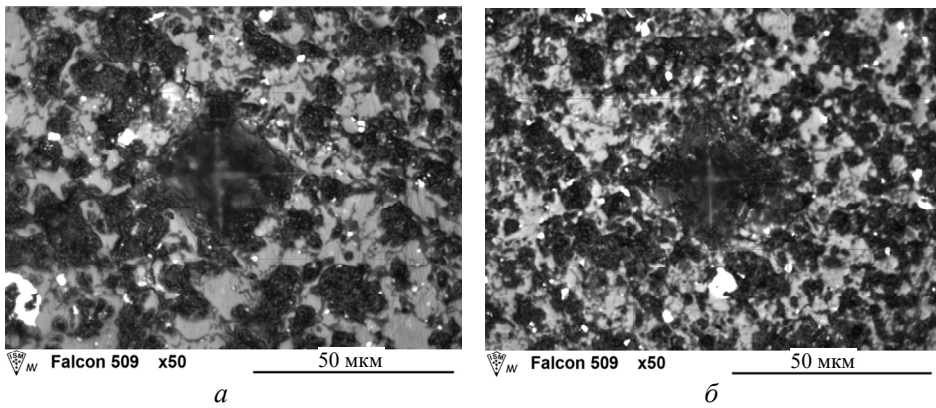


Рис. 4. Зображення відбитка піраміди у зразках 1 (а) та 2 (б) композитів AlN-C-ZrB_2 у разі вимірювання твердості за навантаження на індентор 9,8 Н.

На рис. 5 лініями білого кольору показано границі тріщин, що виходять з кутів відбитка піраміди.

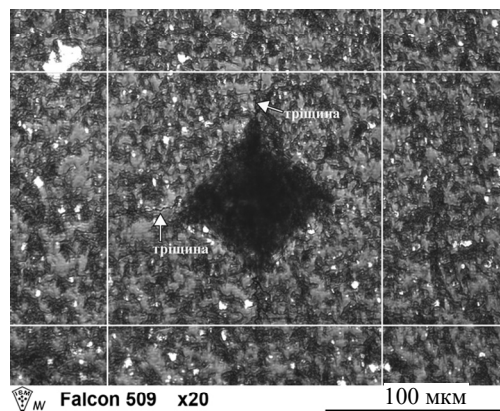


Рис. 5. Типове зображення тріщин, що виходять з відбитка піраміди у зразку 1 композита AlN-C-ZrB_2 за навантаженні на індентор 49 Н.

Вимірювання твердості за навантаження 9,8 Н показало, що твердість композитів становить $11,44 \pm 0,53$ ГПа (зразок 1, табл. 2) і $12,18 \pm 0,30$ ГПа (зразок 2, табл. 2). Тріщини у структурі зразків за даного навантаження не утворюються, а достатньо високі значення твердості ймовірно пов'язані з особливостями формування структури, в якій містяться фази ZrB_2 , $Al_3(O,N)_4$ та ZrC , адже відомо, що дані сполуки мають високий рівень механічних характеристик [16, 23, 24]. До того ж, у алюмонітридній кераміці без добавок за навантаження 9,8Н було відмічено утворення тріщин (див. табл. 2, зразок 0), що свідчить про меншу твердість.

У [16] також встановлено, що наявність фаз ZrC або ZrB_2 у структурі композиту на основі AlN приводить до збільшення твердості. Так, у разі введення 30 % (за об'ємом) ZrC чи ZrB_2 до шихти на основі $AlN-SiC$ відмічено збільшення твердості від $13,8 \pm 0,4$ ГПа (композит $AlN-SiC$, див. табл. 2, зразок 3) до $15,6 \pm 0,5$ ГПа (композит з вмістом ZrC або ZrB_2 , див. табл. 2, зразки 4, 5).

Таблиця 2. Властивості композиційних матеріалів на основі AlN

Номер зразка	Склад шихти, %	Щільність зразка		Навантаження на індентор Віккерса, Н	Твердість HV , ГПа	Тріщиностійкість K_{Ic} , МПа·м ^{0,5}
		г/см ³	%			
0	AlN	3,24	—	1,96	$15,11 \pm 1,43$	—
			—	9,8	$13,32 \pm 1,42$	$4,77 \pm 0,42$
			—	49	$11,34 \pm 0,7$	$4,72 \pm 1,19$
1	$AlN-2PA-8ZrB_2$	3,34	—	9,8	$11,44 \pm 0,53$	—
			—	49	$9,88 \pm 0,26$	$6,03 \pm 0,37$
2	$AlN-2PA-13ZrB_2$	3,52	—	9,8	$12,18 \pm 0,30$	—
			—	49	$11,41 \pm 0,15$	$6,36 \pm 0,51$
3	$AlN-SiC$ [16]	—	100	49	$13,8 \pm 0,4$	$3,06 \pm 0,21^*$
4	$98(55AlN + 15SiC + 30ZrC) + 2Y_2O_3$, % (за об'ємом) [16]	—	99	49	$15,6 \pm 0,5$	$3,69 \pm 0,02^*$
5	$55AlN + 15SiC + 30ZrB_2$, % (за об'ємом) [16]	—	100	49	$15,6 \pm 0,5$	$3,97 \pm 0,07^*$
6	AlN [17]	—	—	—	—	$2,3^*$
7	AlN [13]	3,3	—	—	—	$\sim 3^*$
8	$AlN-2CG$ [13]	$\sim 3,26$	—	—	—	$\sim 3,45^*$
9	$AlN-4CG$ [13]	$\sim 3,23$	—	—	—	$3,8^*$

Примітка. ПА – порошок алмазу; СГ – сферичний графіт, * – визначення характеристик тріщиностійкості під час динамічного навантаження.

Утворення чітких тріщин, що виходять з кутів відбитка піраміди, спостерігали в структурах обох досліджуваних зразків у разі збільшення навантаження до 49 Н (див. рис. 5). Значення тріщиностійкості композитів доволі високі та становлять $6,03 \pm 0,37$ МПа·м^{0,5} (див. табл. 2, зразок 1) та $6,36 \pm 0,51$ МПа·м^{0,5} (див. табл. 2, зразок 2), на відміну від значень чистого AlN , що за даного навантаження становить $4,72$ МПа·м^{0,5} (зразок 0, табл. 2). Загалом, алюмонітридна кераміка (з невисоким вмістом активуючої добавки) має тріщиностійкість $2,3-3$ МПа·м^{0,5} (див. табл. 2, зразки 6, 7) [13, 17].

Очевидно, що вміст графітової фази у структурі матеріалів підвищує здатність матеріалу зупиняти розповсюдження тріщин, як, наприклад, у разі додавання сферичного графіту, де відмічено підвищення тріщиностійкості від 3 до $3,8 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{0,5}$ зі збільшенням вмісту СГ від 0 до 4 % (див. табл. 2, зразки 7–9) [13].

З аналізу результатів дослідження очевидно, що спечені гарячим пресуванням композиційні керамічні матеріали AlN-C-ZrB_2 мають велику щільність – $3,34\text{--}3,52 \text{ г/см}^3$, твердість за навантаження 9,8 Н на рівні від $11,44 \pm 0,53$ до $12,18 \pm 0,30 \text{ ГПа}$ та велику тріщиностійкість від $6,03 \pm 0,37$ до $6,36 \pm 0,51 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{0,5}$ (за навантаження 49 Н). Такий рівень механічних характеристик дозволить матеріалам витримувати навантаження під час практичного використання, тому є доцільним проведення подальших досліджень по визначенню теплопровідності та електродинамічних властивостей матеріалів.

ВИСНОВКИ

На основі отриманих даних було визначено, що за різних концентрацій вихідного порошку ZrB_2 у структурах спечених композиційних керамічних матеріалів AlN-C-ZrB_2 містяться основні фази – AlN , $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$, ZrB_2 , ZrC , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ та C (графіт), проте є відмінності за вмістом даних фаз.

Встановлено, що за навантаження 9,8 Н на індентор не утворюються тріщини, а твердість композитів становить $11,44 \pm 0,53 \text{ ГПа}$ та $12,18 \pm 0,30 \text{ ГПа}$ для зразків з вихідним вмістом 8 та 13 % ZrB_2 відповідно. Тріщиностійкість композитів, отримана за навантаження 49 Н, є великою – на рівні $6,03\text{--}6,36 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{0,5}$.

ФІНАНСУВАННЯ

Дослідження мали фінансування в рамках бюджетної теми (III-5-25) 0790 “Дослідження процесів синтезу композиційних матеріалів на основі AlN та МАХ-фаз системи Ti-Al-C з високою здатністю до поглинання мікрохвильового випромінювання” РК 0125U000041.

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори роботи заявляють, що не мають конфлікту інтересів.

T. B. Serbeniuk¹, T. O. Prikhna¹, V. B. Sverdun¹, V. E. Moshchil¹,
M. V. Karpets^{1,2}, H. D. Ilnytska¹, A. A. Marchenko¹, V. V. Kushch¹,
L. O. Polikarpova¹, V. V. Bilorusets¹, S. P. Starik¹

¹Bakul Institute for Superhard Materials,

National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

²National Technical University of Ukraine

“Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute”, Kyiv, Ukraine

The structure and mechanical properties of composites based
on AlN with additives of ZrB_2 and diamond powder

The structure and mechanical properties of AlN-C-ZrB_2 composite ceramic materials for electrical purposes based on AlN with additives of 2 wt % of diamond powder and 8–13 wt % of ZrB_2 , sintered by hot pressing method at a temperature of 1920 °C and a pressure of 20 MPa, were investigated. According to the results obtained using a scanning electron microscope and an X-ray diffractometer with interpretation of diffractograms using the Rietveld method, it was determined that at different concentrations of zirconium diboride in the initial charge, the structure of the composite materials contains the main phases – AlN , $\text{Al}_3(\text{O}, \text{N})_4$, ZrB_2 , ZrC , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ and C in the form of graphite. Analysis of the obtained mechanical properties data showed that the Vickers hardness of the composites at an indenter load of 9.8 N is $11.44 \pm 0.53 \text{ GPa}$ and $12.18 \pm 0.30 \text{ GPa}$ for samples with an initial ZrB_2 content of 8 and 13%, respec-

tively. At the same time, the formation of cracks emanating from the corners of the pyramid imprint in the material structure is observed at a load of 49N, and the level of fracture toughness for both materials is $6.03\text{--}6.36\text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$.

Keywords: composite material, AlN, diamond powder, ZrB₂, mechanical properties, structure.

1. Tajika M., Matsubara H., Rafaniello W. Effect of grain contiguity on the thermal diffusivity of aluminum nitride. *J. Am. Ceram. Soc.* 1999. Vol. 82, no. 6. P. 1573–1575.
2. Nakano H., Watari K., Hayashi H., Urabe K. Microstructural characterization of high-thermal-conductivity aluminum nitride ceramic, *J. Eur. Ceram. Soc.* 2002. Vol. 85, no. 12. P. 3093–3095.
3. Thorp J.S., Evans D., Al-Naief M., Akhtaruzzaman M. The dielectric properties of aluminium nitride substrates for microelectronics packaging. *J. Mater. Sci.* 1990. Vol. 25. P. 4965–4971.
4. Calame J.P., Abe D.K. Applications of advanced materials technologies to vacuum electronic devices. *Proc. IEEE.* 1999. Vol. 87, no. 5. P. 840–864.
5. Calame J.P., Garven M., Lobas D., Myers R.E., Wood F., Abe D. Broadband microwave and W-band characterization of BeO–SiC and AlN-based lossy dielectric composites for vacuum electronics. *Int. Vacuum Electron Sources Held in Monterey, California*, 25–27 April, 2006. P. 37–38.
6. Liu J., Yuan Y., Ren Z., Tan Q., Xiong J High-temperature dielectric properties of aluminum nitride ceramic for wireless passive sensing applications. *Sensors.* 2015. Vol. 15. P. 22660–22671.
7. Wang J., Jia X., Jia Ch., Dong G., Zhang Yu., Jia L. Dielectric properties of spark plasma sintering AlN–W composite ceramics. *Rare Metals.* 2011. Vol. 30. P. 633–638.
8. Chasnyk V.I., Fesenko I.P., Kaidash O.M., Kushch V.I., Zakharchuk G.P. Theoretical and experimental estimations of the dielectric permittivity of AlN–Mo pressureless sintered composites at the frequencies of 3.2–10.0 GHz. *J. Superhard Mater.* 2017. Vol. 39. P. 230–242.
9. Prikhna T.O., Serbenyuk T.B., Sverdun V.B., Chasnyk V.I., Karpets M.V., Basyuk T.V., Dellikh J. Formation regularities of structures of AlN–SiC-based ceramic materials. *J. Superhard Mater.* 2015. Vol 37, no. 5. P. 293–299.
10. Kobayashi R., Tatami J., Wakihara T., Meguro T., Komeya K. Electrical properties of AlN–SiC ceramics. *Key Eng. Mater.* 2006. Vol. 317–318. P. 641–644.
11. Patel M., Reddy J.J., Prasad V.V.B. High thermal conductivity aluminium nitride–zirconium diboride (AlN–ZrB₂) composite as microwave absorbing material. *Ceram. Int.* 2021. Vol. 47, no. 15. P. 21882–21889.
12. Chen D., Chen G., Deng M., Wang H., Huang Zh., Qi J., Lu T. Fabrication and mechanical properties of multi-walled carbon nanotubes doped AlN ceramics prepared by spark plasma sintering. *Ceram. Int.* 2022. Vol. 48, no. 4. P. 4505–4511.
13. Fang X., Jiang L., Pan L., Yin S., Qiu T., Yang J. High-thermally conductive AlN-based microwave attenuating composite ceramics with spherical graphite as attenuating agent. *J. Adv. Cer.* 2021. Vol. 10. P. 301–319.
14. Tange I.-L., Yu Y. D., Grande T., Hoier R., Einarsrud M.-A. Preparation and characterization of aluminium nitride–titanium nitride composites. *J. Europ. Ceram. Soc.* 2004. Vol. 24. P. 2169–2179.
15. Serbeniuk T.B., Prikhna T.O., Kalenyuk O.A., Sverdun V.B., Futimsky S.I., Shapovalov A.P., Karpets M.V. The structure and dielectric properties of composite materials based on AlN–C–ZrB₂ and AlN–C–TiN. *International Research and Practice Conference «Nanotechnology and nanomaterials» (NANO-2024). Abstract book.* Uzhhorod, Ukraine 21–24 Aug., 2024. P. 52.
16. Sciti D., Guicciardi S., Melandri C., Bellosi A. Processing and properties of novel electroconductive ceramic composites. *Key Eng. Mater.* 2004. Vol. 264–268. P. 913–916
17. Khan A. A., Labbe J. C. Aluminum nitride-molybdenum ceramic matrix composites: influence of molybdenum addition on electrical, mechanical and thermal properties. *J. Eur. Ceram. Soc.* Vol. 17. P. 1885–1890.
18. Guo S.Q. Densification of ZrB₂-based composites and their mechanical and physical properties: A review. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009. Vol. 29. P. 995–1011.
19. McCusker L.B., Von Dreele R.B., Cox D.E., Louer D., Scardi P. Rietveld refinement guidelines. *J. Appl. Cryst.* 1999. Vol. 32, no. 1. P. 36–50.
20. International Standard ISO 6507-1:2023. Metallic materials – Vickers hardness test. Part 1: Test method. Edition 5. 2023.

21. Evans A.G., Charles E.A. Fracture toughness determination by indentation. *J. Am. Ceram. Soc.* 1976. Vol. 59. P. 371–372.
22. Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., Marshall D.B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements. *J. Am. Ceram. Soc.* 1981. Vol. 64, no. 9. P. 533–538.
23. Willems H.X., Van Hal P.F., De With G., Metselaar R. Mechanical properties of γ -aluminium oxynitride. *J. Mater. Sci.* 1993. Vol. 28. P. 6185–6189.
24. Xie W., Zhang B., Zhang X., Wei Zh., Yang W., Xiao Zh., Shi Zh. Mechanical and ablation properties of three-dimensional ZrC skeleton-reinforced graphite-based composites. *J. Adv. Ceram.* 2024. Vol. 13, no.10. P. 1553–1565.

Надійшла до редакції 10.11.25

Після доопрацювання 17.11.25

Прийнята до опублікування 20.11.25