Влияние высокотемпературной обработки на механические характеристики углерод-углеродных композиционных материалов на основе пироуглеродной матрицы / М.В. Магнитская, И.В. Магнитский, С.В. Тащилов, Д.А. Цветков // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2022. – № 4. – С. 5–12. DOI: 10.15593/perm.mech/2022.4.01

Magnitskaya M.V., Magnitsky I.V., Tashchilov S.V., Tsvetkov D.A. Influence of high temperature treatment on the mechanical characteristics of carbon-carbon composite materials withpyrocarbon matrix. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2022, no. 4, pp. 5–12. DOI: 10.15593/perm.mech/2022.4.01



# ВЕСТНИК ПНИПУ. МЕХАНИКА № 4, 2022 PNRPU MECHANICS BULLETIN

https://ered.pstu.ru/index.php/mechanics/index



Научная статья

DOI: 10.15593/perm.mech/2022.4.01 УДК 661.666.22

# ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ОБРАБОТКИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПИРОУГЛЕРОДНОЙ МАТРИЦЫ

# М.В. Магнитская, И.В. Магнитский, С.В. Тащилов, Д.А. Цветков

Акционерное общество «Композит», Королев, Московская область, Россия

# О СТАТЬЕ

## аннотация

Получена: 30 марта 2022 г. Одобрена: 05 декабря 2022 г. Принята к публикации: 12 декабря 2022 г.

Ключевые слова: пироуглерод, ПУ, механические характеристики материала, разрушающее напряжение. углерод-углеродных композиционных материалов. При использовании таких материалов в условиях высоких температур, например в качестве элементов нагревателей, необходимо учитывать влияние высоких температур на их механические характеристики. В данной работе было исследовано влияние высокотемпературной обработки на механические характеристики и рассмотрен механизм разрушения образцов материала «Арголон ГР» производства АО «Композит». Показано, что при увеличении температуры обработки с 1800 до 2400 °С происходит возрастание открытой пористости образцов пропорционально увеличению количества и размера трещин в образцах. Разрушающее напряжение при сжатии зависит от температуры весьма слабо, однако на графике соответствующей зависимости отчетливо видно некоторое его снижение при повышении температуры обработки с 2000 до 2400 °C, что соответствует накоплению в матрице материала повреждений, снижающих его прочность. Обращает на себя внимание существенное возрастание предела прочности материала при растяжении после проведения высокотемпературной обработки, что нетипично для углеродуглеродных композиционных материалов. Зависимость разрушающего напряжения при растяжении с возрастанием температуры обработки для образцов материала имеет выраженный максимум при 2000 °C. Проведенный анализ изменения ударной вязкости, параметра шероховатости поверхности разрушения образцов и разрушающего напряжения при растяжении показал, что доминирующим механизмом при разрушении является механизм возрастания прочности, связанный с нарушением условия совместности деформаций в компонентах материала, влияние же релаксации термонапряжений весьма мало.

Пиролитическое уплотнение пористых подложек является одним из методов получения

© ПНИПУ

© Магнитская Мария Владимировна – к.т.н., e-mail: masshka1@gmail.com. Магнитский Илья Владимирович – к.т.н., e-mail: info@kompozit-mv.ru. Тащилов Сергей Васильевич – к.т.н., e-mail: info@kompozit-mv.ru. Цветков Дмитрий Алексеевич – инж., e-mail: info@kompozit-mv.ru.

Maria V. Magnitskaya – CSc in Technical Sciences, e-mail: masshka1@gmail.com. Ilya V. Magnitsky – CSc in Technical Sciences, e-mail: info@kompozit-mv.ru. Sergei V. Tashchilov – CSc in Technical Sciences, e-mail: info@kompozit-mv.ru. Dmitriy A. Tsvetkov – Engineer, e-mail: info@kompozit-mv.ru.





Эта статья доступна в соответствии с условиями лицензии Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0) This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)

# INFLUENCE OF HIGH TEMPERATURE TREATMENT ON THE MECHANICAL CHARACTERISTICS OF CARBON-CARBON COMPOSITE MATERIALS WITHPYROCARBON MATRIX

# M.V. Magnitskaya, I.V. Magnitsky, S.V. Tashchilov, D.A. Tsvetkov

Joint-StockCompany "Kompozit", Korolyov, Moscow Region, Russia

ARTICLE	INFO

### ABSTRACT

Received: 30 March 2022 Approved: 05 December 2022 Accepted for publication: 12 December 2022

Keywords: pyrocarbon, PC, mechanical characteristics of the material, breaking stress.

Pyrolytic compaction of porous substrates is one of the methods for obtaining carbon-carbon composite materials. When using such materials at high temperatures, for example, as elements of heaters, it is necessary to take into account the effect of high temperatures on their mechanical characteristics. In this work, the influence of high-temperature treatment on mechanical characteristics was studied and the mechanism of destruction of samples of the material "Argolon GR" produced by JSC "Composite" was considered. It is shown that with an increase in the processing temperature from 1800 to 2400 °C, the open porosity of the samples increases in proportion to the increase in the number and size of cracks in the samples. The compressive failure stress depends very weakly on temperature, however, the graph of the corresponding dependence clearly shows its slight decrease with an increase in the processing temperature from 2000 to 2400 °C, which corresponds to the accumulation of damage in the material matrix that reduces its strength. Attention is drawn to a significant increase in the tensile strength of the material after high-temperature treatment, which is not typical for carbon-carbon composite materials. The dependence of the breaking stress in tension with an increase in the processing temperature for material samples has a pronounced maximum at 2000 °C. The analysis of the change in impact strength, the roughness parameter of the fracture surface of the samples, and the breaking stress in tension showed that the dominant mechanism during fracture is the mechanism of strength increase associated with the violation of the compatibility condition of deformations in the components of the material, while the effect of thermal stress relaxation is very small.

#### © PNRPU

### Введение

Углерод-углеродные композиционные материалы (УУКМ) благодаря весогабаритным и высоким прочностным характеристикам, а также длительному сроку службы в условиях высоких температур без выгорания являются перспективными конструкционными материалами, которые находят свое применение в различных областях народного хозяйства [1–4]. УУКМ, изготовленные газофазным уплотнением армирующих углеродных каркасов пироуглеродной (ПУ) матрицей, приходят на смену хрупким графитовым изделиям в машиностроении, таким как нагреватели термического оборудования, высокотемпературные крепежные элементы и др.

Значительное влияние на механико-прочностные характеристики УУКМ помимо армирующего наполнителя [5; 6] оказывает ПУ-матрица, классификация которой основана на понятии оптической анизотропии и угла экстинкции, определяемого при анализе микрофотографий, полученных в плоскополяризованном свете [7–15].

В ряде работ рассматривается влияние типа текстуры ПУ-матрицы на механико-прочностные характеристики УУКМ. В работе [16] авторы для двух образцов УУКМ с грубой ламинарной ПУ-матрицей и смешанной ПУ-матрицей отмечают различие в пределе прочности при изгибе (99  $\pm$  13 и 126  $\pm$  17 МПа соответственно), модуле упругости (13,9 и 14,4 ГПа соответственно). Более высокие прочностные характеристики УУКМ со смешанной ПУ-матрицей связаны, по мнению авторов, с наличием дефектов в ПУ-матрице в виде конусов нарастания, что обеспечивает лучшее механическое сцепление матрицы. Для УУКМ с гладкой ламинарной ПУматрицей предел прочности при изгибе составляет 208,8  $\pm$  19,8 МПа, межслойный сдвиг 26,4  $\pm$  3,1 МПа, в то время как для УУКМ с грубой ламинарной ПУ-матрицей предел прочности при изгибе – 149,5  $\pm$  17,0 МПа, межслойный сдвиг – 22,5  $\pm$  2,5 МПа [17]. Зависимость прочности на изгиб для образцов УУКМ с различным типом ПУ-матрицы отмечают в работе [18].

Влиянию высокотемпературной обработки (ВТО) на механико-прочностные характеристики УУКМ посвящено лишь небольшое количество работ. Хотя это важно учитывать при использовании УУКМ с ПУ-матрицей в условиях высоких температур. Так, авторы отмечают, что после ВТО в ПУ-матрице появились трещины, что отрицательно сказалось на механических свойствах УУКМ [19]. Ухудшение прочности на изгиб образцов УУКМ после ВТО отмечают авторы в работе [20], что, по их мнению, связано с ухудшением прочности связи на границе «волокно – ПУ-матрица». А в работе [21] прочность УУКМ на изгиб не изменилась после ВТО. Следует отметить, что предел прочности материала при изгибе комплексная величина, на которую влияют как прочностные, так и упругие характеристики материала при растяжении и сжатии, а также склонность материала к масштабным эффектам жесткости и прочности. Таким образом, определение механических свойств при растяжении и сжатии более информативно.

В работах, посвященным влиянию ВТО на механикопрочностные характеристики УУКМ, не рассматривается механизм разрушения материала, а изменение прочностных характеристик обычно связывают с изменением структурных характеристик, таких как межплоскостное расстояние d<sub>002</sub>, размер кристаллитов в направлении укладки графитовых слоев L<sub>c</sub> и средний размер графитовых плоскостей параллельно слою в кристаллитах L<sub>a</sub>, степень графитации.

Данная статья посвящена определению влияния ВТО на образование трещин в ПУ-матрице УУКМ и механико-прочностные характеристики УУКМ.

## 1. Методика эксперимента

Образцы УУКМ с пироуглеродной матрицей марки «Арголон ГР» производства АО «Композит» были получены по методике, изложенной в работе [22], уплотнением иглопробивного углеродного каркаса на основе углеродной биаксиальной ткани марки АСМ С400В из высокопрочного карбонизованного волокна ПУ-матрицей, получаемой из природного газа в условиях радиально движущейся зоны пиролиза.

Высокотемпературную обработку образцов проводили в водоохлаждаемой печи графитации при температурах 1800°; 2000°; 2100°; 2200°; 2400 °С при форвакууме. Нагрев до максимальной температуры проходил со скоростью 350 °С/ч. Изотермическая выдержка на максимальной температуре составляла 2 ч.

Микрофотографии поверхности образцов получали для металлографических шлифов с помощью оптического микроскопа. Открытую пористость  $\sigma_w$  (%) определяли гидростатическим взвешиванием по ГОСТ Р ИСО 12985-2-2014.

Материал «Аргалон ГР» по типу анизотропии свойств ортотропный. Образцы для определения характеристик материала вырезались в основном направлении армирования.

Среднюю величину теплопроводности λ (Вт/м·К) измеряли эталонным стационарным методом с помощью прибора A-26M.

Среднее значение разрушающего напряжения при растяжении  $\sigma_p$  (МПа), среднее значение разрушающего напряжения при сжатии  $\sigma_c$  (МПа) определяли на машине для испытания конструкционных материалов модификации УТС 111.2-50-22 при комнатной температуре.

Среднее значение ударной вязкости  $a_n$  (Дж/см<sup>2</sup>) определяли с помощью копра маятникового КМ-5 по ГОСТ 473.11-81 при комнатной температуре.

Характеристики шероховатости поверхностей разрушения образцов определялись с помощью 3D-сканера RangeVision PRO 2M.

## 2. Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены микрофотографии образцов УУКМ с ПУ-матрицей при различных температурах ВТО. В нашей работе [23] было определено, что ПУ-матрица является грубым ламинарным ПУ, а угол экстинкции для данного образца составляет 19°.



Рис. 1. Микрофотографии образцов при различной температуре ВТО: *1* – нарушение связи «волокно – ПУ-матрица», *2* – концентрические трещины в ПУ-матрице, *3* – радиальные трещины в ПУ-матрице, *4* – магистральные трещины

Fig. 1. Micrographs of samples at different temperatures of the HTT: 1 – debonding of the fiber – PC matrix, 2 – concentric cracks in the PC matrix, 3 – radial cracks in the PC matrix, 4 – the main cracks





Fig. 2. Dependence of open porosity and thermal conductivity of the samples with a PC matrix on the HTT temperature



Рис. 3. Зависимости разрушающих напряжений от температуры ВТО: 1 – разрушающего напряжения при растяжении; 2 – разрушающего напряжении при сжатии; 3 – ударной вязкости



Так, из рис. 1 видно, что углеродное волокно окружено ПУ-матрицей в виде сферолитов и дефекты на границе «волокно – ПУ-матрица» отсутствуют. При ВТО 1800 °С появляются небольшие дефекты в виде нарушения связи на границе «волокно – ПУ-матрица», небольших концентрических и радиальных трещин на сферолитах ПУ-матрицы. При ВТО 2000 °С проявляется нарушение связи на границе «волокно – ПУ-матрица» и концентрические трещины, размеры которых увеличиваются. При ВТО 2100°; 2200° и 2400 °С проявляются все три типа дефектов, при этом их размеры значительно больше, чем в предыдущих случаях. Также следует отметить, что при ВТО 2100 °С в большей степени выражены концентрические трещины, при ВТО 2200 °С - радиальные, которые начинают сливаться с концентрическими, а при ВТО 2400 °С на микрофотографиях наблюдаются большие магистральные трещины, которые проходят через несколько сферолитов ПУ-матрицы.

На рис. 2 приведены зависимости изменения открытой пористости и теплопроводности образцов УУКМ с ПУ-матрицей от температуры ВТО. Характеристики образцов, не прошедших ВТО, здесь и далее условно показаны при температуре изготовления материала 1050 °C.

С увеличением температуры ВТО происходит увеличение открытой пористости и теплопроводности. Увеличение открытой пористости происходит пропорционально увеличению количества и размера трещин в образцах.

На рис. 3 представлены зависимости механикопрочностных характеристик, таких как разрушающее напряжение при растяжении и сжатии, ударной вязкости образцов УУКМ с ПУ-матрицей от температуры ВТО.

Зависимость разрушающего напряжения при растяжении от температуры ВТО для образцов УУКМ с ПУ-матрицей имеет выраженный максимум при 2000 °C. Обращает на себя внимание существенное возрастание предела прочности материала при растяжении после проведения ВТО, что нетипично для УУКМ. Данный эффект может определяться двумя основными механизмами.

Первый из них следует из того обстоятельства, что углеродная матрица имеет весьма малые значения предельной деформации при растяжении, что при наличии прочной связи на границе «волокно – ПУ-матрица» приводит к разрушению от растяжения сначала матрицы, а затем волокна. Таким образом, прочность материала при растяжении весьма низка за счет того, что он разрушается задолго до того, как в волокнах реализуются предельные для них напряжения [24; 25]. Одним из наблюдаемых следствий такого механизма является снижение хрупкости материала за счет появления в нем трещин, в которых эффективно рассеивается энергия при его деформировании. Результатом этого рассеивания является большое сопротивление материала распространению в нем магистральной трещины, что в свою очередь ведет к росту наблюдаемого значения предела прочности при растяжении.

Другим возможным механизмом является снижение в компонентах материала – матрице и волокне – термических напряжений, возникающих за счет разницы их температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) в направлении оси волокон, другими словами, остаточными или технологическими напряжениями, обусловленными разностью температуры формирования ПУ-матрицы и температурой испытаний материала. Образующиеся в материале трещины приводят к возможности проскальзывания на границе «волокно – ПУ-матрица», которое в свою очередь разгружает компоненты от термических напряжений.

Для определения доминирующего в нашем случае механизма были дополнительно проанализированы ряд аспектов деформирования и разрушения материала.

Так, расчетным путем были оценены величины термических напряжений, возникающих в компонентах материала при охлаждении с температуры формирования матрицы, равной 1000 °C, до комнатной температуры. Для этого был рассмотрен однонаправленный композит, представляющий собой единичный филамент углеродного волокна в виде бесконечного цилиндра, покрытый однородным слоем ПУ-матрицы. Введем два допущения, позволяющие упростить задачу ценой некоторого огрубления получаемых результатов. Во-первых, пренебрежем влиянием радиальных и окружных напряжений в компонентах на их осевую деформацию, что делает задачу одномерной. Во-вторых, примем, что при температуре  $\vartheta_0 = 1000$  °C , соответствующей температуре формирования ПУ-матрицы, внутренние напряжения равны нулю.

В этом случае соотношения Дюамеля – Неймана для компонентов можно записать в виде:

$$\begin{cases} \varepsilon_f = \frac{\sigma_f}{E_f} + \overline{\alpha}_f \Delta \vartheta; \\ \varepsilon_m = \frac{\sigma_m}{E_m} + \overline{\alpha}_m \Delta \vartheta. \end{cases}$$
(1)

Здесь  $\sigma$  и  $\varepsilon$  – напряжения и деформации в направлении оси волокна соответственно, E – модуль упругости, а  $\overline{\alpha}$  – средний ТКЛР в интервале температур  $\Delta \vartheta$  от  $\vartheta_0$  до комнатной в том же направлении соответственно, а индексы «f» и «m» относят величины к волокну и матрице соответственно. Поскольку в условиях идеального интерфейса «волокно – матрица» деформации в компонентах равны, то

$$\frac{\mathbf{\sigma}_f}{E_f} + \overline{\alpha}_f \Delta \vartheta = \frac{\mathbf{\sigma}_m}{E_m} + \overline{\alpha}_m \Delta \vartheta. \tag{2}$$

С другой стороны, сумма продольных сил в компонентах должны быть равна нулю, то есть

$$\sigma_f A_f + \sigma_m A_m = 0, \qquad (3)$$

где A – площадь поперечного сечения компонента. Тогда

$$\sigma_f = -\frac{A_m}{A_f} \sigma_m = \frac{\mu - 1}{\mu} \sigma_m = -\xi \sigma_m, \qquad (4)$$

где  $\mu$  – коэффициент армирования рассматриваемого однонаправленного композита. Коэффициент  $\mu$  в пределах заготовки может сильно варьироваться, однако в среднем для рассматриваемого УУКМ можно принять  $\mu = 0, 4$ , следовательно, коэффициент  $\xi$  можно считать равным  $\xi = 1, 5$ .

Проведя некоторые преобразования данных выражений, получим

$$\frac{\sigma_m}{E_m} \left( 1 + \xi \frac{E_m}{E_f} \right) = \left( \overline{\alpha}_f - \overline{\alpha}_m \right) \Delta \vartheta.$$
(5)

Введя обозначение

$$\chi = \frac{E_m}{E_f},\tag{6}$$

окончательно будем иметь

$$\sigma_m = \frac{\overline{\alpha}_f - \overline{\alpha}_m}{1 + \xi \chi} \Delta \vartheta E_m. \tag{7}$$

В качестве исходных данных о характеристиках компонентов будем использовать следующие значения. В соответствии со сведениями, приведенными в [24], примем для волокна  $E_f = 294 \ \Gamma \Pi a$  $\overline{\alpha}_{f} = 1,10 \cdot 10^{-6}$  1/К. Данные, касающиеся типичных значений модуля упругости и ТКЛР ПУ-матрицы, показывают существенную зависимость от ее вида. Для грубо ламинарного (RL) ПУ, как правило, принимаются значения, близкие к таковым для пирографита Следовательно, целесообразно принять [27–29].  $E_m = 28 \ \Gamma \Pi a$  согласно [27] и  $\overline{\alpha}_m \approx 0,17 \cdot 10^{-6} \ 1/K$ , экстраполируя данные [30]. Подставляя эти значения в полученную формулу, получим  $\sigma_m = -22 \text{ M}\Pi a$ . Аналогично для напряжений в волокне будем иметь  $\sigma_f = 33$  МПа. Таким образом, в ПУ-матрице реализуются сжимающие, а в волокнах – растягивающие напряжения, причем их значения сравнительно невелики, что позволяет предположить слабое влияние внутренних напряжений на предел прочности УУКМ.

Также был проанализирован характер изменения ударной вязкости в зависимости от температуры ВТО. Данная величина возрастает по сравнению с исходным материалом, хотя и меняется не столь значительно, как предел прочности при растяжении. Данное обстоятельство свидетельствует о возрастании поглощения энергии при разрушении материала и, следовательно, большем сопротивлении прохождению магистральной трещины. Об этом же говорит и повышение параметра шероховатости Ra поверхности разрушения образцов на растяжение для УУКМ, прошедших ВТО, как это показано в таблице.

Значение шероховатости поверхности образцов Ra

The value of the surface roughness of the samples

№ п/п	T BTO, °C	Ra, мм
1	20	0,51
2	1800	1,18
3	2000	1,33
4	2100	1,86
5	2200	1,48
6	2400	1,11

Таким образом, проведенный анализ позволяет предположить, что доминирующим в нашем случае является первый механизм возрастания прочности, связанный с нарушением условия совместности деформаций в компонентах материала, влияние же релаксации термонапряжений в УУКМ весьма мало.

Разрушающее напряжение при сжатии зависит от температуры весьма слабо, однако на графике соответствующей зависимости отчетливо видно некоторое его снижение при повышении температуры ВТО с 2000 до 2400 °C, что соответствует накоплению в матрице материала повреждений, снижающих его прочность [31].

### Библиографический список

1. Фиалков А.С. Углерод, межслоевые соединения и композиты на его основе. – М.: АспектПресс, 1997. – 718 с.

2. Щурик А.Г. Искуственные углеродные материалы. – Пермь, 2009. – 342 с.

3. Morgan P. Carbon Fibers and their Composites. – Boca Raton: CRC Press, 2005. – 1131 p. DOI: 10.1201/9781420028744.

4. Effect of heat treatment on cracking and strength of carbon/carbon composites with smooth laminar pyrocarbon matrix / L. Xia [et al.] // Materials and design. – 2016. – Vol. 107. – P. 33–40. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.06.017.

5. Effect of high temperature treatment on the microstructure and elastoplastic properties of polyacrylonitrile-based carbon fibers / F. Yang [et al.] // Carbon. – 2020. – Vol. 158. – P. 783–794. DOI: 10.1016/j.carbon.2019.11.055.

6. New discovery on the relationship between microstructure and tensile strength of PAN-based carbon fibers / T. Wu [et al.] // Microporous and Mesoporous Materials. – 2022. – Vol. 330. – P. 111548. DOI: 10.1016/j.micromeso.2021.111584.

7. Diefendorf R.J., Tokarsky W.E. The relationships of structure to properties in graphite fibers Part I. – US Air Force report. AFML-TR-72-133, 1972. – 84 p.

8. Lieberman M.L., Noles G.T. Effect of flow rate on gas composition during the isothermal pyrolysis of methane // Carbon. – 1974. – Vol. 12. – P. 689–693.

9. Regenerative laminar pyrocarbon / X. Bourrat [et al.] // Carbon. - 2002. - Vol. 40, is. 15. - P. 2931-2945. DOI: 10.1016/S0008-6223(02)00230-0.

## Заключение

Проведено исследование по определению влияния ВТО на механико-прочностные характеристики УУКМ с ПУ-матрицей марки «Арголон ГР» производства АО «Композит». Установлено, что характер трещин в ПУ-матрице изменяется с температурой ВТО и влияет на механико-прочностные характеристики образцов УУКМ. Анализ изменения разрушающего напряжения при растяжении и ударной вязкости позволил предположить, что доминирующим механизмом при разрушении является механизм возрастания прочности, связанный с нарушением условия совместности деформаций в компонентах материала, при этом влияние релаксации термонапряжений в УУКМ весьма мало. Небольшое снижение разрушающего напряжении при сжатии при повышении температуры ВТО с 2000° до 2400 °C, объясняется накоплением в матрице материала повреждений, снижающих его прочность.

Рассматриваемый композиционный материал – многоуровневая система. Процесс его разрушения охватывает как мезо-, так и микроуровень. Совместное моделирование этого процесса – сложная задача, решение которой является конечной целью цикла статей. В рамках данной работы получен ряд данных об особенностях механического поведения материала и некоторые экспериментальные исходные данные о его характеристиках. Эти сведения будут использованы в дальнейшем при построении полной модели разрушения материалов данного класса.

10. Vallerot J.-M. De pyrocarbone: propri'et'es, structure et anisotropieoptique. – L'universite Bordeaux I, 2004. – 276 p.

11. Vallerot J.-M., Bourrat X. Pyrocarbon optical properties in reflected light // Carbon. – 2006. – Vol. 44, no. 8. – P. 1565–1571. DOI: 10.1016/j.carbon.2005.12.046.

12. Quantitative structural and textural assessment of laminar pyrocarbons through Raman spectroscopy, electron diffraction and few other techniques / J.-M. Vallerot, X. Bourrat, A. Mouchon, G. Chollon // Carbon. – 2006. – Vol. 44, no. 9. – P. 1833–1844. DOI: 10.1016/j.carbon.2005.12.029.

13. Measurement of the extinction angle about laminar pyrocarbons by image analysis in reflection polarized light / M.-L. Li [et al.] // Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Vol. 448, no. 1. – P. 80–87. DOI: 10.1016/j.msea.2006.11.104.

14. Xu M., Guo L., Fu Y. Effect of pyrocarbon texture on the mechanical and oxidative erosion property of SiC coating for protecting carbon/carbon composites // Ceramics International. – 2021. – Vol. 47, no. 23. – P. 32657–32665. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.08.162.

15. Friction properties of bulk isotropic pyrocarbon materials based on different composite microstructures / Y. Wang [et al.] // Journal of Materials Research and Technology. – 2022. – Vol. 21. – P. 4079–4092. DOI: 10.1016/j.jmrt.2022.11.021.

16. Effect of structure of pyrocarbon on the static and dynamic mechanical properties of carbon/carbon composites / M. Hao [et al.] // Materials science and engineering: A. – 2014. – Vol. 614. – P. 156–161. DOI: 10.1016/j.msea.2014.07.038. 17. Mechanical and thermal conduction properties of carbon/carbon composites with different carbon matrix microstructures / X. Liu [et al.] // New carbon materials. – 2020. – Vol. 35, is. 5. – P. 576–584. DOI: 10.1016/S1872-5805(20)60511-X.

18. Optimizing mechanical and thermal expansion properties of carbon/carbon composites by controlling textures / T. Wang [et al.] // Current applied physics. – 2020. – Vol. 20, is. 10. – P. 1171–1175. DOI: 10.1016/j.cap.2020.08.002.

19. Granoff B., Pierson H.O., Schuster D.M. The effect of chemical-vapor-deposition conditions on the properties of carbon-carbon composites // Carbon. -1973. - Vol. 11, is. 3. - P. 177–180. DOI: 10.1016/0008-6223(73)90019-5.

20. Yu S.Q., Zhang W.G. Effect of heat-treatment temperature on mechanical properties of pyrocarbon and carbon/carbon composites // Journal of inorganic materials. – 2010. – Vol. 25. – P. 315–320. DOI: 10.3724/SP.J.1077.2010.00315.

21. Guellali M., Oberacker R., Hoffmann M.J. Influence of heat treatment on microstructure and mechanical properties of CVI-CFC composites with medium and highly textured pyrocarbon matrices // Composites Science and Technology. – 2008. – Vol. 68, is. 5. – P. 1115–1121. DOI: 10.1016/j.compscitech.2007.07.013.

22. Бушуев В.М., Мусин Р.К., Синани И.Л. Закономерности пироуплотнения тканопрошивных углеродных каркасов в термоградиентном режиме для изготовления герметичных конструкций // Научно-технический вестник Поволжья. – 2012. – № 1. – С. 125–130.

 Определение характеристик пироуглеродной матрицы в углерод-углеродных композиционных материалах / М.В. Папкова [и др.] // Известия высших учебных заведений.

### References

1. Fialkov A.S. Uglerod, mezhsloevye soedineniia i kompozity na ego osnove [Carbon, interlayer compounds and composites based on it]. *Moscow: AspektPress*, 1997, 718 p.

2. Shchurik A.G. Iskustvennye uglerodnye materialy [Artificial carbon materials]. *Perm*, 2009, 342 p.

3. Morgan P. Carbon Fibers and their Composites. Boca Raton, *CRC Press*, 2005, 1131 pp. doi: 10.1201/9781420028744.

4. Xia L., Huang B., Zhang F., Liu Z., Chen T. Effect of heat treatment on cracking and strength of carbon/carbon composites with smooth laminar pyrocarbon matrix. *Materials and design*, 2016, Vol. 107, pp. 33-40. doi: 10.1016/j.matdes.2016.06.017.

5. Yang F., Liu W., Yi M., Ran L., Ge Y., Peng K. Effect of high temperature treatment on the microstructure and elastoplastic properties of polyacrylonitrile-based carbon fibers *Carbon*, 2020, Vol. 158, pp. 783-794. doi: 10.1016/j.carbon.2019.11.055.

6. Wu T., Lu C., Sun T., Li Y., Yuan S., li D., Wang G., Ren X. New discovery on the relationship between microstructure and tensile strength of PAN-based carbon fibers *Microporous and Mesoporous Materials*, 2022, Vol. 330, pp. 111548. doi: 10.1016/j.micromeso.2021.111584.

7. Diefendorf R.J., Tokarsky W.E. The relationships of structure to properties in graphite fibers Part I. – US Air Force report. AFML-TR-72-133, 1972, 84 pp.

8. Lieberman M.L., Noles G.T. Effect of flow rate on gas composition during the isothermal pyrolysis of methane. *Carbon*, 1974, Vol. 12, pp. 689-693.

9. Bourrat X., Fillion A., Chollon G., Brendle M. Regenerative laminar pyrocarbon. *Carbon*, 2002, Vol. 40, Is. 15, pp. 2931-2945. doi: 10.1016/S0008-6223(02)00230-0.

Серия: Химия и химическая технология. – 2021. – № 5. – С. 44–49. DOI: 10.6060/ivkkt.20216405.6352.

24. J.D. Buckley, D.D. Edie. Carbon-carbon materials and composites. – New Jersey, USA: Noyes Publications, 1993. – 281 p.

25. Технология и проектирование углерод-углеродных композитов и конструкций / Ю.В. Соколкин [и др.]. – М.: Наука, 1996. – 236 с.

26. Honjo K. Fracture toughness of PAN-based carbon fibers estimated from strength-mirror size relation // Carbon. – 2003. – Vol. 41, is. 5. – P. 979–984. DOI: 10.1016/S0008-6223(02)00444-X.

27. Song Y.S., Qi L.H., Li Y.X. Prediction of elastic properties of pyrolytic carbon based on orientation angle // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 213. DOI: 10.1088/1757-899X/213/1/012030.

28. Piat R., Schnack E. Identification of Coefficients of Thermal Expansion of Pyrolytic Carbon with Different Texture Degrees // Key Engineering Materials. – 2003. – Vol. 251–252. – P. 333–338. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.251-252.333.

29. Thermal expansion of pyrolytic carbon with various textures / W. Zhang [et al.] // ZAMM – Journal of Applied Mathematics and Mechanics. – 2013. – Vol. 93, is. 5. – P. 338–345. DOI: 10.1002/zamm.201100132.

30. Entwisle F. Thermal expansion of pyrolytic graphite // Physics Letters. – 1962. – Vol. 2, is. 5. – P. 236–238. DOI: 10.1016/0031-9163(62)90243-3.

31. Малмейстер А.К., Тамуж В.П., Тетерс Г.А. Сопротивление полимерных и композитных материалов. – Рига: Зинатне, 1980. – 572 с.

10. Vallerot J.-M. De pyrocarbone: propri'et'es, structure et anisotropieoptique. *L'universite Bordeaux I*, 2004, 276 pp.

11. Vallerot J.-M., Bourrat X. Pyrocarbon optical properties in reflected light. *Carbon*, 2006, Vol. 44, No. 8, pp. 1565-1571. doi: 10.1016/j.carbon.2005.12.046.

12. Vallerot J.-M., Bourrat X., Mouchon A., Chollon G. Quantitative structural and textural assessment of laminar pyrocarbons through Raman spectroscopy, electron diffraction and few other techniques. *Carbon*, 2006, Vol. 44, No. 9. pp. 1833-1844. doi: 10.1016/j.carbon.2005.12.029.

13. Li M.-L., Qi L.-H., Li H.-J., Xu G.-Z. Measurement of the extinction angle about laminar pyrocarbons by image analysis in reflection polarized light. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, Vol. 448. No. 1. pp. 80–87. doi: 10.1016/j.msea.2006.11.104.

14. Xu M., Guo L., Fu Y. Effect of pyrocarbon texture on the mechanical and oxidative erosion property of SiC coating for protecting carbon/carbon composites. *Ceramics International*, 2021, Vol. 47, No. 23, pp. 32657-32665. doi: 10.1016/j.ceramint.2021.08.162.

15. Wang Y., Fan Z., Zhou X., Zeng C., Xu P., Xie X., Wang X., Zhang M., Su Z., Huang Q. Friction properties of bulk isotropic pyrocarbon materials based on different composite microstructures. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, Vol. 21, pp. 4079 – 4092. doi: 10.1016/j.jmrt.2022.11.021.

16. Hao M., Luo R., Hou Z., Zhang Y., Yang C. Effect of structure of pyrocarbon on the static and dynamic mechanical properties of carbon/carbon composites. *Materials science and engineering: A*, 2014, Vol. 614, pp. 156-161. doi: 10.1016/j.msea.2014.07.038.

17. Liu X., Deng H.-L., Zheng J.-H., Sun M., Zhang X.-H., Song G.-S. Mechanical and thermal conduction properties of carbon/carbon composites with different carbon matrix microstructures. *New carbon materials*, 2020, Vol. 35, Is. 5, pp. 576-584. doi: 10.1016/S1872-5805(20)60511-X.

18. Wang T., Zhang S., Ren B., Li K., Li H. Optimizing mechanical and thermal expansion properties of carbon/carbon composites by controlling textures. *Current applied physics*, 2020, Vol. 20, Is. 10, pp. 1171-1175. doi: 10.1016/j.cap.2020.08.002.

19. Granoff B., Pierson H.O., Schuster D.M. The effect of chemical-vapor-deposition conditions on the properties of carbon-carbon composites. *Carbon*, 1973, Vol. 11, Is. 3, pp. 177-180. doi: 10.1016/0008-6223(73)90019-5.

20. Yu S.Q., Zhang W.G. Effect of heat-treatment temperature on mechanical properties of pyrocarbon and carbon/carbon composites. *Journal of inorganic materials*, 2010, Vol. 25, pp. 315-320.doi: 10.3724/SP.J.1077.2010.00315.

21. Guellali M., Oberacker R., Hoffmann M.J. Influence of heat treatment on microstructure and mechanical properties of CVI-CFC composites with medium and highly textured pyrocarbon matrices. *Composites Science and Technology*, 2008, Vol. 68, Is. 5, pp. 1115-1121. doi: 10.1016/j.compscitech.2007.07.013.

22. Bushuev V.M., Musin R.K., Sinani I.L. Zakonomernosti pirouplotneniia tkanoproshivnykh uglerodnykh karkasov v termogradientnom rezhime dlia izgotovleniia germetichnykh konstruktsii [Patterns of pyro compaction of fabric-pierced carbon frames in a thermal gradient mode for the manufacture of hermetic structures]. *Nauchno-tekhnicheskii vestnik Povolzh'ia– Scientific and Technical Volga region Bulletin*, 2012, No. 1, pp. 125-130.

23. Papkova M.V., Magnitskiĭ I.V., Tashchilov S.V., Dvoretskiĭ A.E. Opredelenie kharakteristik pirouglerodnoĭ matritsy v uglerod-uglerodnykh kompozitsionnykh materialakh. [Determination of the pirocarbon matrix characteristics in carbon/carbon composites]. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Seriya Khimiya i Khimicheskaya Tekhnologiya – ChemChemTech*, 2021, No. 5, pp. 44-49. doi: 10.6060/ivkkt.20216405.6352.

24. J.D. Buckley, D.D. Edie. Carbon-carbon materials and composites. New Jersey, USA: Noyes Publications, 1993, 281 pp.

25. Sokolkin Iu.V., Tashkinov A.A., Votinov A.M., Postnykh A.M., Chekalkin A.A. Tekhnologiia i Proektirovanie Uglerod-Uglerodnykh Kompozitov i Konstruktsii [Technology and Design of Carbon-carbon Composite Materials and Structures]. Moscow, Nauka – Science, 1996, 236 pp.

26. Honjo K. Fracture toughness of PAN-based carbon fibers estimated from strength-mirror size relation. *Carbon*, 2003, Vol. 41, Is. 5, pp. 979-984. doi: 10.1016/S0008-6223(02)00444-X.

27. Song Y.S., Qi L.H., Li Y.X. Prediction of elastic properties of pyrolytic carbon based on orientation angle. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2017, Vol. 213.doi: 10.1088/1757-899X/213/1/012030

28. Piat R., Schnack E. Identification of Coefficients of Thermal Expansion of Pyrolytic Carbon with Different Texture Degrees. *Key Engineering Materials*, 2003, Vol. 251-252, pp. 333-338. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.251-252.333.

29. Zhang W., Li A., Deutschmann O. Thermal expansion of pyrolytic carbon with various textures. *ZAMM – Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 2013, Vol. 93, Is. 5, pp. 338-345. doi: 10.1002/zamm.201100132.

30. Entwisle F. Thermal expansion of pyrolytic graphite.*Physics Letters*, 1962, Vol. 2, Is. 5, pp. 236-238.doi: 10.1016/0031-9163(62)90243-3.

31. Malmeĭster A.K., Tamuzh V.P., Teters G.A. Soprotivlenie polimernykh i kompozitnykh materialov [Resistance of polymer and composite materials]. Riga: Zinatne, 1980, 572 pp.

**Финансирование.** Исследование не имело спонсорской поддержки. Конфликт интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Financing. The study was not sponsored.

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.