

УДК 666.762.11.091

РАЗРАБОТКА СВС-МЕТОДА НА БЕЗВОДНОЙ ОСНОВЕ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОРУНДОВОГО ПОРОШКА

Показано развитие корундовой фазы, размеров кристаллов, степени кристаллизации, удельной поверхности, микроструктуры, указаны данные практического выхода порошков, полученных в ходе горения на поверхности и внутри образцов с применением СВС-метода на безводной основе с использованием двух различных топлив — лимонной кислоты и сахарозы. Горение внутри образцов в большей степени способствует развитию корундовой фазы независимо от выбранного топлива, росту кристаллов, увеличению степени кристаллизации с использованием лимонной кислоты. Большее количество выделяемой теплоты горения и ее большее накопление внутри образца с использованием лимонной кислоты в ходе горения способствуют развитию крупнозернистой микроструктуры с более крупными порами в порошке, немного большей удельной поверхностью (26,5–25,1 м²/г) в отличие от порошка (25,6–23,9 м²/г), полученного в ходе горения с применением сахарозы, и большему практическому выходу корундового порошка соответственно.

Ключевые слова: СВС на безводной основе, корундовый порошок, фазовый состав.

В последнее время достаточно хорошо зарекомендовали себя различные виды СВС-горения на водной основе, обладающие определенной уникальностью и универсальностью [1–4]. Однако они имеют некоторые недостатки [5, 6], ограчивающие их применение на практике. Это связано с использованием только водорастворимых компонентов, внешнего источника нагрева, т. е. плиток для инициации и развития горения, а также с местоположением проведения синтеза горения [1–4, 7]. Для решения данной задачи некоторыми авторами [8–11] был выбран весьма оригинальный способ, базирующийся на изменении агрегатного состояния исходных компонентов. Такой подход предполагает смешивание исходных компонентов не в водорастворимом состоянии, а в виде расплавов. Смешивание исходных компонентов в расплавленном виде, их растворение в образовавшемся расплаве происходят на молекулярном уровне [9, 12], т. е. расплав является своеобразным растворителем [7, 13]. Механизмы комплексообразования и получения горючих комплексов (ГК) существенно не различаются и аналогичны схеме, представленной в работе [14]. Разница лишь в том, что процесс комплексообразования, кислотность и основность получаемой смеси расплавов исходных компонентов регулируются в самом расплаве [8, 9], т. е. *in situ*, а значит, комплексообразование происходит интенсивнее под действием высоких температур расплавов исходных компонентов.

На практике такой подход применим для получения с помощью самораспространяю-

щегося высокотемпературного синтеза (СВС), например, порошка магнезиальной шпинели [8] с использованием в качестве исходных компонентов окислителей и топлива, способных образовывать расплавы. Метод настолько эффективен, что его применяют для синтеза керамических порошков с пьезо-, ферро- и полупроводниковыми свойствами [10, 11]. Развитию метода способствовала возможность синтеза оксидных порошков в среде расплавов [15]. Однако СВС-метод синтеза порошков на безводной основе широко не применяется вследствие его некоторых нижеуказанных недостатков/особенностей [10, 11].

Преимущества:

- использование как водорастворимых, так и водонерастворимых исходных компонентов;
- нет необходимости иметь данные о водорастворимости;
- удобно и просто смешивать исходные компоненты;
- продукт в ходе плавления компонентов получают в виде пастообразной массы;
- удобно и просто хранить и транспортировать пастообразную массу;
- удобно и просто инициировать синтез горения;
- возможно проведение горения в самой пастообразной массе и в отпрессованном образце;
- возможно проведение горения на открытом пространстве.

Недостатки/особенности:

- использование легкоплавких компонентов, не распадающихся, не выделяющих вредные вещества и не образующих взрывчатые смеси;

- соблюдение последовательности смешивания компонентов;
- получение расплавов исходных компонентов с высокой вязкостью;
- необходимость в применении внешнего источника подвода тепла (плиток для плавления исходных компонентов);
- регулирование температуры в ходе плавления, длительности плавления, тщательности и интенсивности перемешивания получаемых расплавов компонентов;
- получение вязкой, пастообразной массы.

В то же время этот способ весьма универсален с практической точки зрения (проведение синтеза горения при пониженных температурах, легкость в осуществлении процесса горения), что позволяет в некоторой степени регулировать свойства получаемых порошков [9]. В данной работе предлагается использование СВС-метода, основанного на приготовлении расплавов смесей окислителей и топлива, на примере получения корундового порошка и изучения его свойств после проведения горения в отпрессованных образцах. Проведены синтез горения в отпрессованных образцах и изучение развития кристаллической фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, размеров кристаллов, степени кристаллизации корундовой фазы, удельной поверхности, микроструктуры и определение практического выхода порошка в зависимости от горения с применением различных топлив на поверхности и внутри образцов.

Для проведения синтеза горения на безводной основе применяли исходные компоненты (табл. 1) в указанных мольных соотношениях (табл. 2).

Способ приготовления горючего комплекса, проведение синтеза горения и стадий «обработки» порошка после синтеза горения на примере сахарозы (аналогично для другого топлива) показаны на рис. 1. Температуры плавления исходных компонентов регулировались по данным табл. 3 и смешивание компонентов проводилось по мере их плавления, а указанные на схеме длительность перемешивания и температура полученной смеси расплавов для



Рис. 1. Схема получения расплавов, проведения синтеза горения и стадий «обработки» порошка

Таблица 1. Характеристика исходных компонентов для синтеза горения

Исходный компонент	Производитель, страна	Степень чистоты, %
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	ACROS Organics, Belgium	98,5
KNO_3	Merck, Germany	97,5
$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ (сахароза)	ACROS Organics, Belgium	97,0
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (лимонная кислота)	Sigma-Aldrich, США	99,0

Таблица 2. Молярные соотношения исходных компонентов для синтеза горения

Состав*	Топливо	Молярные соотношения исходных компонентов	Процесс горения
<i>a</i>	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	4:4:1	На поверхности образца
<i>б</i>	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	1:1:1	То же
<i>a</i> ₁	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	4:4:1	Внутри образца
<i>б</i> ₁	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	1:1:1	» »

* Все составы содержали в качестве окислителей $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} + \text{KNO}_3$.

конкретного из составов определялись, исходя из температур плавления и разложения топлив.

Температуры горения и остывания определяли с использованием оптического пирометра Cусlops модели 300AF с регулируемой в нем термпарой, регистрирующей температуру выделяющихся газов горения. Состав фаз в порошках, полученных после горения на поверхности и внутри образцов, определяли рентгенодифракционным методом (модель PANalytical X'Pert PRO, с Cu K_α-излучением и сканирующим интервалом 2θ = 10÷70° и скоростью 4° в минуту).

Рентгенофазовый анализ проводили отдельно для порошков, полученных в ходе горения на поверхности, и для порошков, полученных в ходе горения внутри образцов, для каждого из составов.

Размеры кристаллов в порошках определяли по рентгенодифракционным максимумам и рассчитывали по формуле Шеррера:

$$D = k\lambda/B \cos \theta,$$

где D — размер кристаллов, нм (мкм); k — постоянная Шеррера, $k = 0,87 \pm 1,0$; λ — длина волны рентгеновского луча, нм, $\lambda = 0,15418$ нм; θ — угол

Таблица 3. Температура плавления и разложения исходных компонентов, °С

Исходный компонент	Температура	
	плавления	разложения
Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	66* ¹	73,5* ²
KNO ₃	334	~400
C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	186	~187
C ₆ H ₈ O ₇	153	175

*¹ Выделение кристаллогидратной воды.
*² Al(NO₃)₃.

отражения, соответствующий максимальной интенсивности пика.

Величину B , рад, рассчитывали по разнице углов отражения рентгеновского луча. Расчет величины B вели по формуле $B = \theta_2 - \theta_1$, которые соответствуют полуинтенсивности пика;

Степень кристаллизации корундовой фазы рассчитывали по формуле

$$W = I_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3} / I_{\text{max}} \cdot 100 \%,$$

где W — степень кристаллизации, %; $I_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}$ — интенсивность пика $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; I_{max} — максимальная интенсивность пика $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

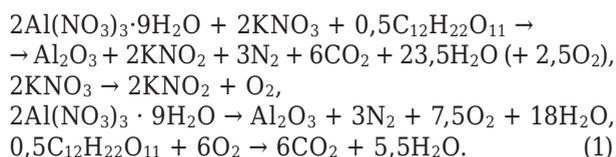
Морфологию частиц, микроструктуру синтезированных порошков определяли, используя сканирующий электронный микроскоп (СЭМ,

модель Tescan Mira / LMU с системой EDS). Удельную поверхность порошков измеряли с помощью Autosorb Quantachrome Instrument модели Nova 1200 E - series в атмосфере азота.

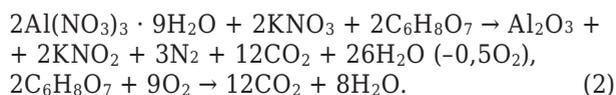
Порошки прокаливали в высокотемпературной муфельной печи модели N 17/HR, С 250.

Температуру горения внутри образцов определяли как разницу между общей температурой горения (расположение термпары над поверхностью образцов) и развиваемой температурой в ходе горения на поверхности образцов (расположение термпары вблизи поверхности образцов на высоте, равной половине высоты образцов). Температуру остывания на поверхности и внутри образцов определяли, размещая оптический пирометр с термпарой вблизи поверхности образцов и помещая оптический пирометр с термпарой на небольшую глубину в образовавшуюся рыхлую (хрупкую) массу, выдерживая определенное время до достижения 500 °С.

Обобщенная реакция горения с участием окислителей и сахарозы в качестве топлива в мольном соотношении 4:4:1 отображена ниже:



Реакция горения с участием окислителей и лимонной кислоты в качестве топлива в мольном соотношении 1:1:1 следующая:



Температура, развивающаяся в ходе горения на поверхности и внутри образцов с использованием различных топлив в мольных соотношениях 4:4:1 и 1:1:1, а также температура и время остывания на поверхности и внутри образцов, влияющие на свойства получаемых порошков, приведены в табл. 4.

Результаты развития кристаллической фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в порошках после синтеза горения на поверхности и внутри образцов показаны на рис. 2.

Порошки, полученные после горения на поверхности образцов, немного различаются по рентгенофазовому составу. В наибольшей степени кристаллизация фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ выражена в ходе горения лимонной кислоты: дифракционные максимумы фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ более узкие, но не слишком интенсивные. На такой результат влияет большая скорость горения лимонной кислоты на поверхности образца, а также теплоконвекция с воздухом. Горение сахарозы более постепенное, развивающиеся дифракци-

онные максимумы полуаморфные и слабокристаллические. Развитие горения внутри образцов формирует порошки с совершенно другими дифракционными максимумами — узкими и наиболее интенсивными с доминирующей кристаллической корундовой фазой. Это связано с более постепенным горением внутри образца независимо от применяемого вида топлива. Вследствие накопления горячих газов, теплоты горения, их излучения внутри образца происходит его лучший прогрев в ходе горения, снижаются тепловые потери. Этот эффект особенно выражен при горении лимонной кислоты (см. табл. 4). При горении сахарозы на развитие корундовой фазы положительно влияет также избыток кислорода (см. реакцию (1)), способствующий более полному выгоранию топлива, т. е. без остатков продукта неполного сгорания (распада) сахарозы (углерода). Поскольку молекула сахарозы более длинная и содержит две циклические структуры (*D*-гликопираноза и *D*-фруктофураноза) в отличие от молекулы лимонной кислоты, то требуется большее количество окислителей для подвода соответствующего количества кислорода (см. табл. 2).

Стоит отметить, что дополнительное развитие образовавшихся в ходе горения дифракционных максимумов корундовой фазы происходит также благодаря накопленной при горении теплоте в получившейся после горения внутри образцов рыхлой массе, т. е. в ходе остывания массы (см. табл. 4). Кроме того, сказывается время остывания, которое зависит от горючих свойств топлив, а также от диффузии кислорода воздуха через образовавшуюся рыхлую массу. Развитие дифракционных максимумов корундовой фазы может происходить не только при остывании, но и при затухании горения образцов (когда фронт горения достигает основания образцов), когда горение уже слабое, но еще наблюдается. В этом заключается преимущество

Таблица 4. Температура горения и остывания образцов

Показатели	Топливо	
	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	C ₆ H ₈ O ₇
Температура горения образца, °C (±10 °C):		
на поверхности	930	~1120
внутри	1180	1260
Температура остывания образца, °C (±10 °C):		
на поверхности	750–500	640–500
внутри	1180–500	1260–500
Время остывания образца:		
на поверхности, с	46	35
внутри, мин	3,45	5,35

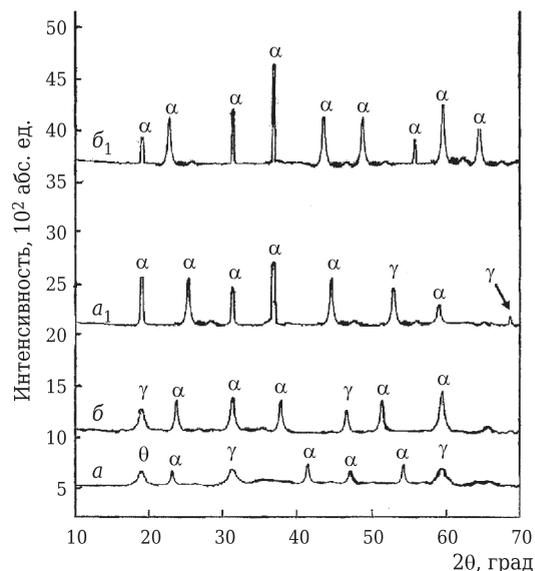


Рис. 2. Результаты рентгенофазового анализа порошков, полученных в ходе горения на поверхности и внутри образцов в мольных соотношениях 4:4:1 и 1:1:1 (см. табл. 2): θ — θ-Al₂O₃; γ — γ-Al₂O₃; α — α-Al₂O₃

горения внутри образцов в отличие от горения на поверхности образцов и горения из водной среды, когда образование и развитие соответствующей фазы происходит в основном в ходе продвижения фронта горения через поверхность образцов и кристаллизация из водной среды горючего комплекса идет на границе контакта с кислородом воздуха, что способствует теплоконвекции с воздухом. В ходе остывания образование новых дифракционных максимумов невозможно, поскольку к этому времени процесс горения полностью завершен.

Исходя из данных рентгенофазового анализа порошков (см. рис. 2), определяли размеры кристаллов корундовой фазы (табл. 5) в зависимости от горения на поверхности или внутри образцов.

Разной интенсивностью горения на поверхности и внутри образцов при использовании различного топлива определяются размеры

Таблица 5. Размеры кристаллов и степень кристаллизации фазы α-Al₂O₃ в порошках

Показатели	Топливо	
	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	C ₆ H ₈ O ₇
Размер кристаллов, мкм, при горении образца:		
на поверхности	13,1–14,3	14,5–15,9
внутри	20,6–22,3	23,5–25,6
Степень кристаллизации, %, при горении образца:		
на поверхности	10,1–11,2	11,0–12,7
внутри	22,5–25,7	26,4–28,7

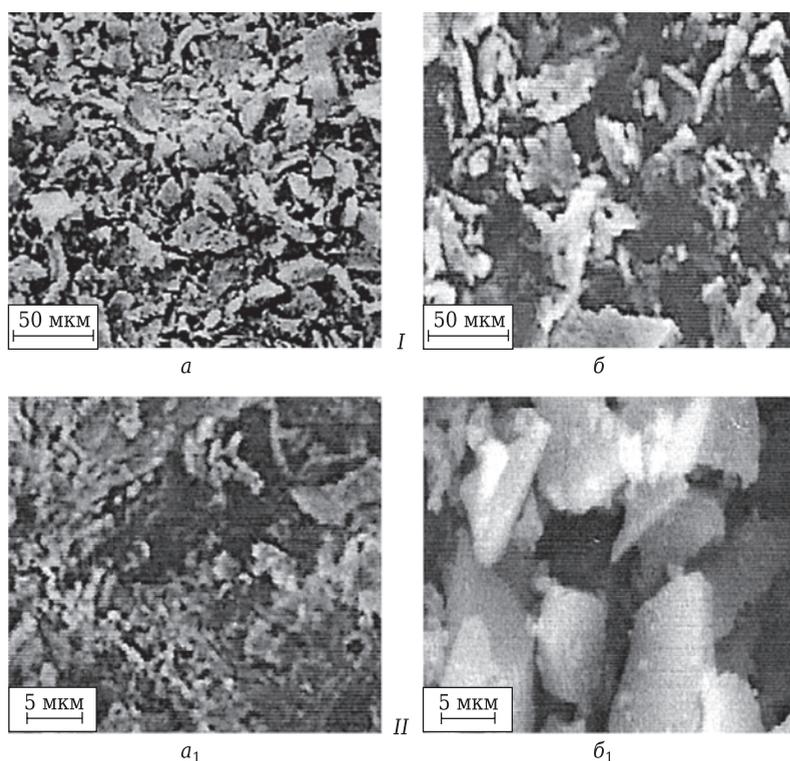


Рис. 3. Микроструктура порошков (СЭМ) после горения на поверхности (I) и внутри образцов (II) с применением в качестве топлива сахарозы (а, а₁) и лимонной кислоты (б, б₁)

кристаллов корундовой фазы. При применении лимонной кислоты и горении на поверхности образцов размеры кристаллов небольшие. Рост кристаллов происходит в ходе горения внутри образцов — более значительно в присутствии лимонной кислоты, чем при использовании сахарозы, и определяется большей интенсивностью горения и накопленной теплотой в ходе горения.

Дополнительно, исходя из интенсивности дифракционных максимумов порошков на рентгенограммах, определяли степень кристаллизации корундовой фазы (см. табл. 5).

Как видно, степень кристаллизации корундовой фазы существенно зависит от места горения — на поверхности или внутри образцов. Развитость корундовой фазы в ходе горения внутри образцов в наибольшей степени способствует увеличению степени кристаллизации, особенно при использовании лимонной кислоты. И, наоборот, степень кристаллизации меньше в порошках после горения на поверхности образцов.

Микроструктура порошков после горения на поверхности и внутри образцов различается в зависимости от используемого топлива (рис. 3).

Заметны некоторые существенные различия в микроструктурах порошков после горения на поверхности образцов (рис. 3, I). На рис. 3, I, а частицы размерами ~ 5–10 мкм имеют чешуйча-

тую или пластинчатую форму. В то же время микроструктура порошка на рис. 3, I, б выглядит раскрошенной, с более крупными частицами (5–20 мкм), что вызвано более интенсивным горением и произошедшим в результате этого крошением частиц выделяющимися газами при горении лимонной кислоты, хотя и не в полной мере, поскольку большая часть газов горения выделяется в окружающее пространство и характер горения определяется теплоконвекцией с воздухом.

Развитие микроструктуры порошков в ходе горения внутри образцов (рис. 3, II) теоретически можно разделить на три этапа: порообразование, связанное с разрыхляющим действием первой части выделяющихся газов горения, развивающийся за этим инфильтрационный этап, связанный с распространением газов горения через образовавшиеся в ходе первого этапа поры внутри образцов, и этап горения образ-

цов изнутри и связанные с ним процессы: накопление теплоты, газов горения внутри образцов, прогрев, разогрев образцов изнутри.

На практике разделить эти этапы весьма трудно. Тем более что назвать их последовательными невозможно, поскольку один этап дополняет другой, а также из-за того, что этапы могут проходить практически одновременно. В ходе инфильтрационного этапа при горении лимонной кислоты интенсивность газовой выделения и количество выделяемой теплоты больше, поскольку она горит быстрее и мощнее (см. табл. 4), а значит, инфильтрация газов горения через поры более интенсивная и вызванное этим заполнение образующихся пор газами и теплотой горения происходит быстро. Это вызывает резкий прогрев образца изнутри, возникает градиент температур между прогретой и холодной частями образца, что способствует росту частиц в отличие от происходящего при горении сахарозы, при котором инфильтрация газов горения через поры носит постепенный характер. Вызванное инфильтрационным этапом горение образцов изнутри также различно в зависимости от используемого топлива. Интенсивная инфильтрация газов через поры при горении лимонной кислоты, обуславливающая развитие мощного горения, с одной стороны, компенсируется, с другой стороны, накоплением

газов и теплоты горения порами внутри образца. В результате поры быстро прогреваются газами горения, а развивающаяся температура в порах становится сравнима с температурой горения топлива. Наступает саморегулирование горения внутри образца, что вызывает снижение скорости горения. Возникает обратный эффект: уменьшение интенсивности газовой выделения, а значит, и крошение частиц. Но создается большое давление газов в порах в ходе инфильтрационного этапа, вследствие чего формируются более крупные поры. Накопление большей теплоты горения внутри образца и меньшей степени крошения частиц при горении лимонной кислоты способствуют росту частиц, на что указывают их значительные размеры (5–25 мкм). В ходе горения сахарозы в силу постепенной инфильтрации газов горения через поры происходит более равномерный прогрев образца изнутри, что не вызывает стремительного роста частиц и способствует формированию отдельных крупных пор из мелких благодаря постепенно возрастающему давлению газов горения в этих порах (рис. 3, II, a_1) и более плотной микроструктуре.

От различий в характере горения на поверхности и внутри образцов с применением двух видов топлива зависит удельная поверхность порошков (табл. 6). Наименьшую удельную поверхность имеют порошки, полученные в ходе горения на поверхности образцов независимо от используемого топлива, что проявляется большей степенью крошения частиц газами горения, так как горение происходит на границе с кислородом воздуха, выделение газов в окружающее пространство интенсивное.

Определенное увеличение удельной поверхности порошков в ходе горения внутри образцов не так однозначно, поскольку развитие удельной поверхности определяется не только крошением частиц при горении, но и вышеуказанными условиями, определяющими развитие микроструктуры (рис. 3) в ходе горения внутри образцов.

Порошки, полученные в ходе горения на поверхности и внутри образцов, характеризуются различным практическим выходом (табл. 7), в частности при мольных соотношениях 4:4:1 и 1:1:1. Практический выход порошков немного меньше после горения на поверхности образцов, что определяется расходом части выделяемых газов и излучаемой ими теплоты горения на теплоконвекцию с воздухом и более низкими температурами в ходе горения. Большой практический выход порошков после горения внутри образцов связан с накоплением газов, теплоты горения, прогревом образцов изнутри. Значимость используемого метода и целесообразность применения его на практике определяются выходом корундового порошка.

Таблица 6. Удельная поверхность порошков

Топливо	Горение образца	Удельная поверхность, м ² /г
C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	На поверхности	19,5–17,6
	Внутри	23,6–22,9
C ₆ H ₈ O ₇	На поверхности	13,6–12,8
	Внутри	26,5–25,1

Таблица 7. Выход порошка Al₂O₃

Топливо	Мольное соотношение	Горение образца	Выход порошка Al ₂ O ₃ , г
Сахароза (C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁)	4:4:1	На поверхности	13,11
		Внутри	14,10
Лимонная кислота (C ₆ H ₈ O ₇)	1:1:1	На поверхности	13,70
		Внутри	14,35

Таким образом, преимущество СВС на безводной основе по сравнению с разновидностями горения на водной основе заключается в следующем:

- возможности приготовления и получения больших порций (до 100 г или до 1 кг) смесей исходных компонентов и продуктов горения (порошков) в ходе одного этапа синтеза горения;
- возможности получения порошка Al₂O₃ в ходе горения из порошка Al путем внедрения его в остывшую пастообразную массу, полученную на основе окислитель/топливо с предварительным перемешиванием компонентов, что может удешевлять себестоимость самого метода и получаемого порошка;
- целесообразности внедрения данного метода горения в производство, что связано с более простым подходом к приготовлению расплавов исходных компонентов, а также с тем, что не требуются реакторы для проведения синтеза горения, аналогичные необходимым при горении на водной основе;
- скорости горения с выделением большой энергии и большого количества теплоты и целесообразности применения пастообразной массы на основе окислитель/топливо без металлосодержащих соединений, что определяет его использование в качестве твердотопливных элементов и ячеек, добавки в топливо для стимуляции горения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проделанной работы изучены развитие кристаллической корундовой фазы, определены, исходя из рентгенограмм, размеры кристаллов фазы α-Al₂O₃, степень кри-

сталлизации в порошках, развитие удельной поверхности и микроструктуры порошков, полученных в ходе горения на поверхности и внутри образцов с применением разных топлив: сахарозы и лимонной кислоты.

Развитие кристаллической корундовой фазы в наибольшей степени наблюдается в порошках, полученных в ходе горения внутри образцов. Такие условия горения способствуют росту кристаллов (23,5–25,6 мкм) и увеличению степени кристаллизации (26,4–28,7 %), особенно при использовании лимонной кислоты, развитию удельной поверхности. Порошки, полученные в ходе горения внутри образцов, отличаются также большим практическим выходом благодаря более развитым и различным видам теплоотдачи в разной степени в зависимости от применяемого топлива.

Наблюдаются отдельные существенные различия в микроструктуре порошков, полученных в ходе горения на поверхности образцов. Микроструктура порошка выглядит раскрошенной и несколько более крупнозернистой при горении лимонной кислоты. Микроструктура порошков, полученных в ходе горения внутри образцов, в значительной мере зависит от используемого топлива. Более интенсивное горение в присутствии лимонной кислоты в определенной степени «гасится» большим накоплением газов и теплоты горения в порах, что способствует увеличению давления в порах и вызывает рост частиц примерно до 25 мкм, развиваются крупные поры. Постепенная инфильтрация газов горения через поры при использовании сахарозы и вызванное этим горение оказывают меньшее разрыхляющее действие на микроструктуру, и она выглядит более плотной, однако одновременно формируются отдельные крупные поры из более мелких.

Библиографический список

1. **Peng, T.** Effect of acidity on the glycine-nitrate combustion synthesis of nanocrystalline alumina powder / *T. Peng, X. Liu, K. Dai* // *Mat. Res. Bul.* — 2006. — Vol. 41, № 9. — P. 1638–1645.
2. **Li, J.** Alumina precursors produced by gel combustion / *J. Li, Y. Wu, Y. Pan, J. Guo* // *Ceramics International.* — 2007. — Vol. 33, № 3. — P. 361–363.
3. **Zhuravlev, V. D.** Solution combustion synthesis of α -Al₂O₃ using urea / *V. D. Zhuravlev, V. G. Vamburov,*

A. R. Beketov, L. A. Perelyaeva // *Ceramics International.* — 2013. — Vol. 39, № 2. — P. 1379–1384.

4. **Zhuravlev, V. D.** Glycine-nitrate combustion synthesis of finely dispersed alumina / *V. D. Zhuravlev, V. G. Vasil'ev, E. V. Vladimirova, I. G. Grigorov* // *Glass Physics and Chemistry.* — 2010. — Vol. 36, № 4. — P. 506–512.

5. **Laishram, K.** A novel microwave combustion approach for single step synthesis of α -Al₂O₃ nanopowders / *K. Laishram, R. Mann, N. Malhan* // *Ceramics International.* — 2012. — Vol. 38, № 2. — P. 1703–1706.

6. **Ganesh, I.** Densification ability of combustion-derived Al₂O₃ powders / *I. Ganesh, M. C. Paula, J. M. Ferreira* // *Ceramics International.* — 2009. — Vol. 35, № 3. — P. 1173–1179.

7. **Li, J.** Agglomeration of α -Al₂O₃ powders prepared by gel combustion / *J. Li, Y. Wu, Y. Pan, Y. Zhu* // *Ceramics International.* — 2008. — Vol. 34, № 6. — P. 1539–1542.

8. **Prakashi, A. S.** Hexamethylenetetramine: A new fuel for solution combustion synthesis of complex metal oxides / *A. S. Prakashi, A. M. Khadar, K. C. Patil, M. S. Hegde* // *J. Mat. Synt. Proc.* — 2002. — Vol. 10, № 3. — P. 135–141.

9. **Liu, G.** Low-temperature self-mixing combustion synthesis of spinel LiMn₂O₄: effect of igniting temperature / *G. Liu, J. Guo, B. Wang* // *Appl. Mech. Mat.* — 2011. — Vol. 80–81, № 4. — P. 440–443.

10. **Liu, G.** Molten salt combustion synthesis of LiMn₂O₄ at 600 °C: the effect of calcination time / *G. Liu, J. Guo, B. Wang, Y. He* // *Adv. Mat. Res.* — 2011. — Vol. 230–232. — P. 457–460.

11. **Huang, M.** Effect of temperature on spinel LiMn₂O₄ by mol-ten-salt flameless combustion synthesis / *M. Huang, Y. Xia, J. Guo, Y. Zhang* // *Appl. Mech. Mat.* — 2011. — Vol. 80–81. — P. 153–157.

12. **Балкевич, В. Л.** Техническая керамика / *В. Л. Балкевич.* — М.: Стройиздат, 1984. — 256 с.

13. **Saket, S.** Solution combustion synthesis of nanocrystalline alumina powders / *S. Saket, S. Rasouli, K. Tahmasebi* // *J. Mat. Sci. Eng.* — 2010. — Vol. 4, № 8. — P. 80–84.

14. **Kaus, J.** Synthesis and characterization of nanocrystalline YSZ powder by smoldering combustion synthesis / *J. Kaus, P. Dahl, J. Mastin* // *Journal of nanomaterials.* — 2006. — Vol. 35. — P. 237–244.

15. **Safaci-Nacini, Y.** Low temperature molten salt synthesis of nanocrystalline MgAl₂O₄ powder / *Y. Safaci-Nacini, F. Colestani-Fard, M. Aminzare, S. Zhang* // *Iran. J. Mat. Sci. Eng.* — 2011. — Vol. 8, № 3. — P. 23–28. ■

Получено 04.04.13
© А. В. Хмелёв, 2013 г.