

К. т. н. **А. В. Галахов** (✉), к. ф.-м. н. **В. А. Зеленский**

ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения
имени А. А. Байкова РАН», Москва, Россия

УДК 666.3:546.62-31'171]:623-1/8

СПЕКАНИЕ ПОРОШКОВ ОКСИНИТРИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ СВС-МЕТОДОМ В АЗОТСОДЕРЖАЮЩЕМ ГЕЛЕ

Приведены результаты исследования процесса спекания порошков оксинитрида алюминия, полученных СВС-методом в азотсодержащем геле. Установлено, что без интенсивного механического измельчения использование порошков оксинитрида алюминия, полученных СВС-методом в азотсодержащем алюмогеле, из-за их невысокой удельной поверхности проблематично. Для решения этой проблемы необходимо оборудование, оснащенное помольными емкостями, футерованными высокоплотными пластинами, с помольными телами из материала того же состава — $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{AlN}$.

Ключевые слова: порошки оксинитрида алюминия, керамика из оксинитрида кремния (алон), азотсодержащий гель, СВС-процесс, удельная поверхность порошка.

Внимание разработчиков техники, в которой используется прозрачная керамика с высокими механическими свойствами, привлекает поликристаллическая керамика из оксинитрида алюминия $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{AlN}$ ($\text{Al}_{23}\text{O}_{27}\text{N}_5$), именуемая алоном. Эта керамика обладает уникальным комплексом свойств, необходимых для применения во многих областях современной техники. В настоящее время имеется область применения, в которой алону нет альтернативы — это прозрачная керамика для элементов бронезащиты [1]. Кроме того, есть другое перспективное применение алона, тоже в военной области, — прозрачные колпаки гиперзвуковых ракет с лазерным наведением [2]. Благодаря использованию колпаков из этого материала скорость таких ракет может быть повышена до 5 махов без риска плавления колпаков и потери их прозрачности при трении в атмосфере.

Обычная технология получения изделий из алона описана в публикациях [3, 4]. Она заключается в реакционном спекании под давлением (горячее прессование) смеси порошков Al_2O_3 и AlN с добавкой порошкового углерода. Этот способ накладывает ограничения на форму изделий и их размер. Горячее прессование позволяет получать изделия только плоской формы ограниченных размеров. В то же время был разработан метод получения порошков алона

путем проведения СВС-процесса в азотсодержащих алюмогелях [5–7]. Это открывает хорошие возможности применить для получения изделий обычные методы керамической технологии — формование порошковой заготовки любыми методами и ее спекание.

Синтезировав партию порошков, достаточную для проведения исследований спекания и получения опытных образцов, авторы настоящей статьи провели эти исследования. Результаты рентгенофазового анализа показали, что в составе синтезированных порошков нет каких либо примесей (рис. 1). В работе использовали порошки с минимальной предварительной подготовкой. Исходное порошковое сырье имело невысокую дисперсность — $S_{уд} = 1,25 \text{ м}^2/\text{г}$ (метод БЭТ, анализатор ASAP 2020 фирмы Микрометрикс, США). Из-за отсутствия помольных тел из алона и емкостей, футерованных этим материалом, исходное сырье измельчали вручную в агатовой ступке с дальнейшим рассеиванием через сито с размером ячейки 0,28 мм. Непросеянный остаток составил 18 мас. %. Удельная поверхность просеянного порошка незначительно отличалась от удельной поверхности исходного ($1,32 \text{ м}^2/\text{г}$).

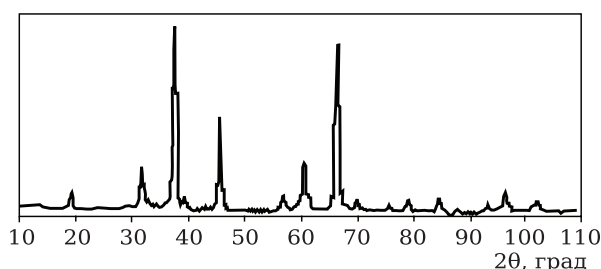


Рис. 1. Рентгенограмма синтезированных порошков алона

✉
А. В. Галахов
E-mail: aleksander.galakhov@yandex.ru

Из просеянного порошка под давлением 12 кг/мм² (120 МПа) прессовали таблетки диаметром 18 мм без добавки связующего. Таблетки устанавливали на молибденовые подложки и помещали в печь 916G-HP60 (Thermal Technology, LLC, США). Спекание проводили в атмосфере азота при 1900 °С, варьируя длительность выдержки — от 6 до 14 ч через 2 ч. После спекания методом гидростатического взвешивания определяли плотность. Рост плотности спеченного материала в функции длительности выдержки τ показан на рис. 2. Возрастание плотности образцов наблюдалось при τ от 6 до 10 ч; при дальнейшем увеличении τ плотность сохранялась на одном уровне — 80–82 % от теоретической. Снимок спеченной таблетки показан на рис. 3.

Как отмечено выше, удельная поверхность использованных порошков была невысокой — 1,32 м²/г. В то же время согласно расчетам по известной формуле $d = 6 / S\rho$ (S — удельная поверхность; ρ — плотность частиц) средний размер d частиц, соответствующий этой удельной поверхности, составляет примерно 12 мкм. Разумеется, остаток на сите с размером ячейки 0,28 мм = 280 мкм (18 мас. %) свидетельствует о том, что используемые порошки сильно агломерированы. Присутствие в порошках агломератов дает негативный эффект как при формовании заготовки, так и при ее спекании [8, 9]. Таким образом, для увеличения дисперсности и разрушения агломератов в оксинитриде алюминия, синтезированном СВС-методом, необходимо организовать процесс механического измельчения в помольных емкостях, футерованных ало-

Библиографический список

1. Aluminum oxynitride armor. Production and modeling of next generation transparent armor for the global war on terror // Austin Parker. December, 2011.
2. **Joseph, M. Wahl** [et al.] Recent advances in ALON™ optical ceramic, Surmet (http://en.wikipedia.org/wiki/Aluminium_oxynitride#cite_note-r2-3).
3. **Yawei, L.** The formation and stability of aluminium oxynitrid spinel in carbotermal reduction and reaction sintering processes / L. Yawei, L. Nan, Y. Runihana // J. Mater. Sci. — 1997. — Vol. 32, № 4. — P. 979–982.
4. **Yawei, L.** Carbotermal reduction synthesis of aluminium oxynitride spinel powders at low temperature / L. Yawei, L. Nan, Y. Humbug // J. Mater. Sci. Lett. — 1997. — Vol. 16, № 3. — P. 185, 186.
5. **Галахов, А. В.** Синтез оксинитрида алюминия из исходных органических соединений / А. В. Галахов, В. А. Зеленский, Л. В. Виноградов [и др.] // Новые огнеупоры. — 2012. — № 8. — С. 56–58.
6. **Galakhov, A. V.** Synthesis of aluminum oxynitride from starter organic compounds / A. V. Galakhov, V. A. Zelenskii, L. V. Vinogradov [et al.] // Refractories and Industrial Ceramics. — 2012. — Vol. 53, № 4. — P. 269–271.
7. **Галахов, А. В.** Синтез оксинитрида алюминия СВС-методом в азотсодержащих алюмогелях ; тез. докл.

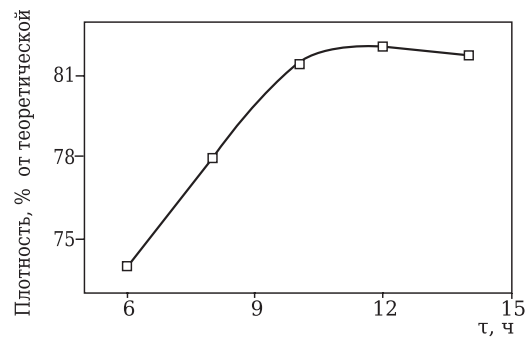


Рис. 2. Плотность спеченного при 1900 °С материала в функции τ



Рис. 3. Таблетка, спеченная в атмосфере азота при 1900 °С и τ 14 ч

ном, с помольными телами того же состава. Такие работы в настоящее время проводятся.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН ПРАН 1.14П.

Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (3–4 апреля 2014 г., Москва) / А. В. Галахов, В. А. Зеленский, Л. В. Коваленко, М. И. Алымов // Новые огнеупоры. — 2014. — № 3. — С. 47, 48.

7. **Galakhov, A. V.** Powders for fabricating polycrystalline optical ceramics: synthetic procedures (an overview) / A. V. Galakhov, V. A. Zelenskii, E. V. Shelekhov [et al.] // Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth. — 2017. — Vol. 26, № 2. — P. 129–133.

8. **Галахов, А. В.** Агломераты в нанопорошках и технология керамики / А. В. Галахов // Новые огнеупоры. — 2009. — № 9. — С. 20–25.

Galakhov, A. V. Agglomerates in nanopowders and ceramic technology / A. V. Galakhov // Refractories and Industrial Ceramics. — 2009. — Vol. 50, № 5. — P. 348–353.

9. **Галахов, А. В.** Структура порошкового компакта. Часть 1. Неоднородность упаковки частиц / А. В. Галахов // Новые огнеупоры. — 2014. — № 5. — С. 22–32.

Galakhov, A. V. Powder compact structure. Part 1. Particle packing inhomogeneity / A. V. Galakhov // Refractories and Industrial Ceramics. — 2014. — Vol. 55, № 3. — P. 199–208. ■

Получено 30.09.17

© А. В. Галахов, В. А. Зеленский, 2018 г.