

К. т. н. **Д. А. Иванов**<sup>1</sup> (✉), к. т. н. **А. И. Ситников**<sup>2</sup>, **Г. Е. Вальяно**<sup>3</sup>,  
к. ф.-м. н. **Т. И. Бородина**<sup>3</sup>, д. т. н. **С. Д. Шляпин**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт  
(национальный исследовательский университет)»,  
Москва, Россия

<sup>2</sup> ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения  
имени А. А. Байкова РАН», Москва, Россия

<sup>3</sup> ФГБУН «Объединенный институт высоких температур  
РАН», Москва, Россия

УДК 666.3-127:546.62-31

## ПОЛУЧЕНИЕ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ $Al_2O_3$ В РЕЗУЛЬТАТЕ ЗОНАЛЬНОГО УПЛОТНЕНИЯ ПРИ СПЕКАНИИ ПОРОШКОВЫХ ЗАГОТОВОК ИЗ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПРОДУКТОВ СГОРАНИЯ АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКА ПАП-2

Рассмотрены технологические аспекты получения пористой керамики на основе  $\alpha-Al_2O_3$  с использованием эффекта зонального уплотнения при спекании порошковых заготовок из высокодисперсных продуктов сгорания на воздухе чешуйчатых частиц алюминиевого порошка ПАП-2. Показано, что формирование пористой структуры в спеченном материале идет по механизму локального отрыва по границам агломератов с образованием открытых межагломератных пор, а также из-за возникновения системы закрытых внутризеренных пор. Свойства полученной керамики: плотность 2,45 г/см<sup>3</sup>, пористость общая 39 %, открытая 30 %, закрытая 9 %, предел прочности при изгибе 50–60 МПа.

**Ключевые слова:** пористая алюмооксидная керамика, алюминиевый порошок ПАП-2, фильтрационное горение (ФГ), зональное уплотнение, межагломератные и внутризеренные поры.

### ВВЕДЕНИЕ

Пористые керамические материалы востребованы для применения в качестве эффективной высокотемпературной теплоизоляции в различных тепловых агрегатах [1–6]. Они широко используются также как фильтры, мембраны и носители катализаторов [7, 8]. Этим обусловлена разработка новых технологических подходов для создания таких изделий, в которых сочетается высокая пористость с достаточным уровнем прочностных характеристик при обеспечении заданных теплофизических и эксплуатационных свойств (например, теплопроводности, термостойкости, коррозионной стойкости, дополнительной усадки).

Весьма перспективно получение таких материалов с использованием в качестве исходного сырья дисперсного бёмита — продукта гидротермального синтеза из порошка алюминия [7]. В этом случае достигается возмож-

ность совмещения в материале нанопористой и нанокристаллической структуры, что обеспечивает повышение прочности изделий. Образование мезопор в керамике фиксировали при использовании в качестве выгорающей добавки мелкодисперсной сажи [8]. Для изготовления пористой проницаемой керамики известно использование упрочняющего связующего (высокодисперсного порошка корунда, а также смеси высокодисперсных порошков SiC и MgO), добавляемого к порошковой массе со специально подобранным зерновым составом из электроплавленного корунда [9].

Ранее нами была показана возможность экономичного способа получения пористой термостойкой керамики на основе  $Al_2O_3$  сферолитного строения и теплоизоляции из каолиновых волокон с применением метода фильтрационного горения (ФГ) на воздухе порошковых заготовок (ПЗ), содержащих алюминиевый порошок промышленной марки ПАП-2 [10]. В этом случае алюминиевый порошок выполнял функцию пластичной связки и компонента, при нагревании которого происходили зажигание ПЗ и протекание экзотермической реакции горения алюминия в ее объеме. По завершении ФГ проводили



Д. А. Иванов  
E-mail: dali\_888@mail.ru

спекание ПЗ на воздухе при 1500 °С, обеспечивая полное окисление алюминия.

В рамках настоящей работы предлагается технологический подход, позволяющий формировать пористую структуру в алюмооксидной керамике за счет реализации эффекта зонального уплотнения при спекании порошковых заготовок из высокодисперсных продуктов сгорания порошка ПАП-2 на воздухе.

**МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ИССЛЕДОВАНИЯ**

В качестве исходного сырья использовали алюминевый порошок марки ПАП-2 (ГОСТ 5494) с чешуйчатой формой частиц субмикронной толщины. Предварительно его нагревали на воздухе до 350 °С и выдерживали в течение времени, обеспечивающего выжигание стеарина с поверхности его частиц и формирование замещающих стеарин пассивирующих алюмооксидных пленок. Полученный порошок загружали в огнеупорную емкость и нагревали на воздухе до 550 °С, инициируя зажигание его поверхности и последующее горение всего объема порошка. Длительность горения загрузки порошка массой 50 г 10–15 с, максимальная яркостная температура горения около 2000 °С. После завершения горения формировался спек — продукт быстрого сгорания ПАП-2. Его измельчали в планетарной мельнице, используя емкости-барабаны и сферические помольные тела из корунда. Из измельченного спека под давлением 200 МПа прессовали опытные образцы и спекали их на воздухе при 1700 °С в течение 2 ч.

Кроме того, порошок ПАП-2 нагревали на воздухе по режиму (рис. 1), обеспечивающему его медленное окислирование в режиме тления, для сравнения его конечного фазового состава с составом продукта быстрого сгорания ПАП-2. С этой целью навеску ПАП-2 ( $m_0 = 0,5145$  г) на алюмооксидной подложке помещали в муфельную печь и нагревали до заданной температуры  $T_{зад}$  (от 400 до 900 °С с шагом 50 °С) с последующей изотермической выдержкой 5 ч. Суммарная длительность окислирования навески составила 55 ч.

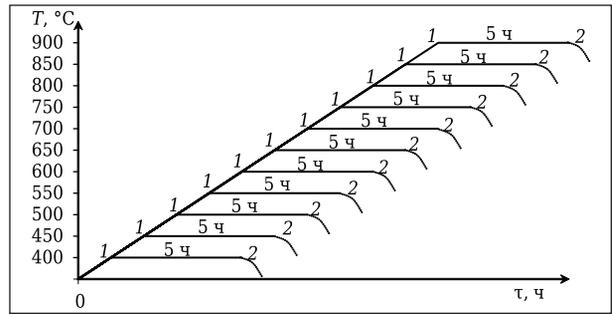
Авторы настоящей статьи предложили оценивать толщину алюмооксидной пленки  $h$  на чешуйчатых частицах после каждой термообработки навески ПАП-2 расчетным методом, используя следующие зависимости:

$$S_{и} = 0,5145 \cdot S_{уд} = m_0 \cdot S_{уд}, \tag{1}$$

где  $S_{и}$  — поверхность навески ПАП-2, м<sup>2</sup>;  $S_{уд}$  — удельная поверхность ПАП-2, м<sup>2</sup>/г,  $S_{уд} = 4,1322$  м<sup>2</sup>/г;

$$A = (m_i - m_0)/m_0 \cdot 100, \tag{2}$$

где  $A$  — относительное приращение массы навески ПАП-2 после термообработки на воздухе при  $T_{зад}$ , %;  $m_i$  — текущее значение массы на-



**Рис. 1.** Режим термообработки навески ПАП-2 на воздухе ( $T$  — заданная температура;  $\tau$  — время); 1 и 2 — начало и окончание изотермической выдержки соответственно

вески ПАП-2 после термообработки на воздухе при  $T_{зад}$ ;

$$B = A \cdot m_0 / 100, \tag{3}$$

где  $B$  — количество образовавшейся оксидной фазы после термообработки на воздухе при  $T_{зад}$ , г;

$$C = B / \rho, \tag{4}$$

где  $C$  — объем образовавшейся оксидной фазы после термообработки на воздухе при  $T_{зад}$ , см<sup>3</sup>;  $\rho$  — теоретическая плотность образовавшейся  $\gamma$ - $Al_2O_3$ , г/см<sup>3</sup>,  $\rho = 3,65$  г/см<sup>3</sup>;

$$h = C / S_{и} \cdot 10^3, \tag{5}$$

где  $h$  — толщина алюмооксидной пленки после каждой последующей термообработки на воздухе, нм.

Далее, используя метод подстановки выражений (1)–(4) в зависимость (5), получаем

$$h = [(m_i - m_0) / \rho \cdot m_0 \cdot S_{уд}] \cdot 10^3. \tag{6}$$

Следует отметить, что зависимость (6) является оценочной, поскольку не учитывает возможное изменение удельной поверхности ПАП-2 вследствие его термообработки на воздухе; возможны как некоторое агломерирование частиц вследствие их припекания, так и их диспергирование в результате образования мелкодисперсных продуктов сгорания в режиме тления. Кроме того, пренебрегали исходной толщиной образующейся пассивирующей алюмооксидной пленки на частицах ПАП-2 после выжигания стеарина, считая, что она мала и может составлять 0,5–1,0 нм [11].

Рентгенофазовый анализ материалов проводили на установке ДРОН-3 (излучение  $Cu K_{\alpha}$ ) по стандартной методике, локальный рентгеноспектральный анализ (EDX) и изучение микроструктуры изломов образцов проводили на растровом электронном микроскопе Nova NanoSem 650 с использованием системы EDAX. Удельную поверхность порошка ПАП-2 определяли по методике низкотемпературной адсорбции азота (БЭТ) на приборе Micromeritics Tristar 3000, предел прочности при изгибе — на призматических образцах размерами 8×8×50 мм, используя 3-то-

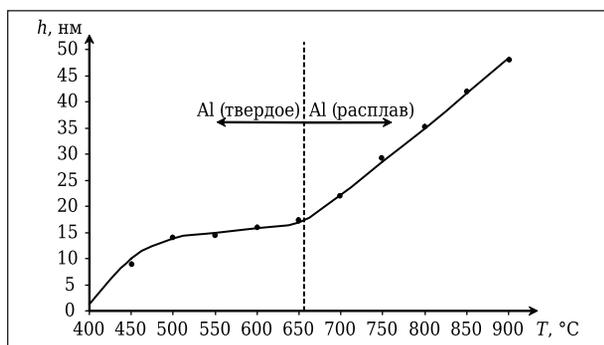
чечную схему нагружения при скорости деформирования 1 мм/мин на установке Tiratest-2300, плотность, пористость и относительную объемную усадку образцов рассчитывали по общепринятой методике [12].

**ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ**

**Особенности медленного оксидирования порошка ПАП-2 на воздухе в интервале 400–900 °С**

Установлено, что оксидирование частиц ПАП-2 в режиме тления приводит к формированию на их поверхности пленок  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  при нагреве до температуры ниже 900 °С (см. таблицу). При реализации режима  $T_{\text{зад}} = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\tau = 5 \text{ ч}$  вследствие увеличения коэффициента диффузии наблюдается синтез многофазной оксидной составляющей в поверхностных пленках алюминиевых частиц и рентгеноаморфного вещества. При этом расчет интегральной плотности многофазного оксидного компонента в этих пленках становится невозможным из-за неопределенности вклада рентгеноаморфного вещества в данное свойство. Поэтому при расчете толщины оксидной пленки  $h$  с использованием зависимости (6) условно принимали величину  $\rho$ , равную  $3,65 \text{ г/см}^3$ . Следует отметить, что полного окисления алюминия добивались при нагреве порошка на воздухе до  $1630 \text{ }^\circ\text{C}$  с последующей изотермической выдержкой в течение 5 ч (см. таблицу).

Геометрическая интерпретация зависимости (6) (рис. 2) позволяет выявить некоторые особенности оксидирования плоских чешуйчатых частиц ПАП-2. Видно, что возрастание  $h$  в



**Рис. 2.** Зависимость толщины  $h$  алюмооксидной пленки на плоских чешуйчатых частицах от заданной температуры термообработки  $T$  на воздухе навески порошка ПАП-2 ( $\tau$  при каждой заданной температуре — 5 ч)

интервале от 400 до 600 °С описывается кривой насыщения. До 600 °С приращение этого параметра «затормаживается» защитным действием плотных алюмооксидных пленок, формирующихся на поверхности чешуйчатых частиц и препятствующих диффузии кислорода воздуха к алюминию. После превышения температуры плавления  $T_{\text{пл}}$  алюминия зависимость  $h$  от заданной температуры термообработки носит линейный характер (в точке, соответствующей  $T_{\text{пл}} \text{ Al}$ , наблюдается перегиб). При этом плотные алюмооксидные пленки удерживают перегретый ( $>T_{\text{пл}}$ ) алюминиевый расплав. В интервале 660–900 °С наблюдается монотонное возрастание  $h$  из-за увеличения газопроницаемости поверхностных алюмооксидных пленок на алюминиевых частицах при повышении температуры в результате их термического расширения. Вероятно, что выход алюмооксидной фазы в данном случае мог значительно возрасти при возникновении разрывов в оксидных пленках и выхода расплава на их поверхность. Однако этот процесс предотвращался за счет моментальной пассивации расплава новой оксидной пленкой благодаря экзотермической реакции: алюминий (расплав) + кислород воздуха (газ). Следует отметить, что максимальное значение  $h$  (47 нм), достигнутое при 900 °С, соответствует нанодиапазону.

**Особенности оксидирования порошка ПАП-2 путем его горения на воздухе (максимальная яркостная температура ~ 2000 °С)**

Спецификой этого процесса являются синтез весьма небольшого количества высокотемпературной модификации  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  и образование AlN и AlON в качестве доминирующих фаз — продуктов горения. Фазовый состав пека, полученного в результате горения порошка ПАП-2 на воздухе (в числителе — содержание кристаллической фазы, %, в знаменателе — средний размер ее ОКР, нм): AlN 41/100, AlON 28/44,  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  2/10, Al 29/100. При этом фиксируется сохранение значительной доли неокисленного алюминия.

Можно полагать, что быстрый разогрев алюминиевого порошка ПАП-2 до значительной температуры, составляющей примерно  $3T_{\text{пл}} \text{ Al}$ , активизирует преимущественное взаимодействие чешуйчатых частиц алюминия с адсорбирован-

**Фазовый состав порошка ПАП-2 в зависимости от режима его термообработки на воздухе**

Режим термообработки ПАП-2	Содержание кристаллической фазы, мас. %				Al	Содержание рентгеноаморфной фазы, мас. %
	$\text{Al}_2\text{O}_3^*$					
	$\delta$	$\gamma$	$\theta$	$\alpha$		
650 °С, 5 ч	–	60/14	–	–	40/100	–
750 °С, 5 ч	–	76/10	–	–	24/100	–
900 °С, 5 ч	26/29	17/10	16/20	10/100	3/100	28
1630 °С, 5 ч	–	–	–	100/100	–	–

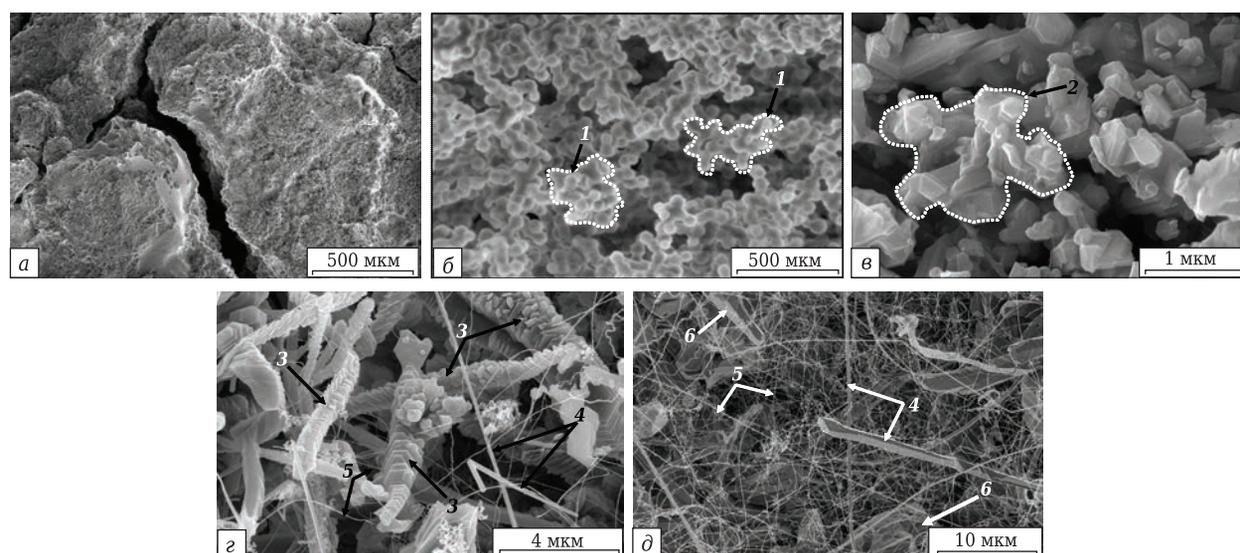
\* В числителе — содержание кристаллической фазы, в знаменателе — средний размер ее ОКР, нм.

ными и удерживающимися на их поверхности молекулами азота из газовой среды ( $N_2 + 2-8 \text{ об. } \% O_2$ ), в которой производили длительный помол алюминиевого сырья для получения порошка [13]. К тому же в этом случае следует учесть возможность механического легирования алюминиевых частиц атомами азота вследствие длительного ударно-стирающего воздействия твердосплавных помольных тел, результатом которого является внедрение атомов азота в кристаллическую решетку алюминия. Тогда при высокоскоростном нагреве ПАП-2 до максимальной температуры горения десорбция молекул азота не успевает произойти, поэтому инициируется преимущественный синтез  $AlN$  и  $AlON$ . В этом случае синтез этих фаз при температуре, превышающей  $T_{пл} Al$ , будет происходить за счет реакций в системе газ ( $N_2$ ) — расплав ( $Al$ ) в объеме частиц при защитном действии оксидных пленок, удерживающих расплав. При этом, как было показано ранее (см. таблицу), при медленном нагреве ПАП-2 и длительной изотермической выдержке  $\tau$  наблюдалось образование исключительно разных модификаций  $Al_2O_3$ , что свидетельствует о протекании полной десорбции молекул азота с поверхности чешуйчатых частиц в этих условиях.

Состав спека, образующегося после завершения горения ПАП-2 (рис. 3, а), характеризуется крайне неоднородной структурой. Наблюдается образование сростков 1 из полиэдрических частиц, поперечные размеры которых составляют 60–70 нм (рис. 3, б). Формирование таких нанополлиэдров объясняется, по-видимому, процессом каплеобразования из комкованных обломков чешуйчатых частиц и пылевидной фракции ПАП-2

при резком перегреве ( $> T_{пл} Al$ ) с последующей реакцией капле расплава с газовой фазой и их кристаллизацией. Структура спека представлена также изометричными 2 и столбчатыми 3 морфологическими объектами, состоящими из пластинчатых частиц (рис. 3, в, з). Эти частицы наследуют форму плоских чешуек ПАП-2. При этом они приобретают в основном тетрагональную и гексагональную огранку вследствие интенсивного испарения алюминия с кромок чешуек и их прямолинейного выравнивания, обеспечивающего минимальное значение поверхностной энергии рассматриваемой порошковой системы. Следует отметить, что в объеме столбчатых морфологических объектов пластинчатые частицы припеклись по сопрягаемым плоскостям.

В структуре спека формируются также нитевидные кристаллы 4 и тонкие волокна 5 (рис. 3, з, д). Согласно данным EDX их элементный состав представлен алюминием и азотом. Это позволяет сделать вывод, что эти структурные элементы состоят из нитрида алюминия. Они возникают, вероятно, по механизму испарения – конденсации, который реализуется следующим образом. В процессе горения происходит активное испарение алюминия (как было показано ранее [14], упругость паров  $Al$  при горении в данной температурной области достаточно высока и составляет от 245 до  $164 \cdot 10^2$  Па). При этом пары алюминия в поровом пространстве порошковой засыпки ПАП-2 взаимодействуют с атомами азота, которые являются газовым компонентом — продуктом частичной десорбции  $N_2$  с поверхности чешуйчатых алюминиевых частиц. В результате этого газофазного взаимодействия происходит синтез паров



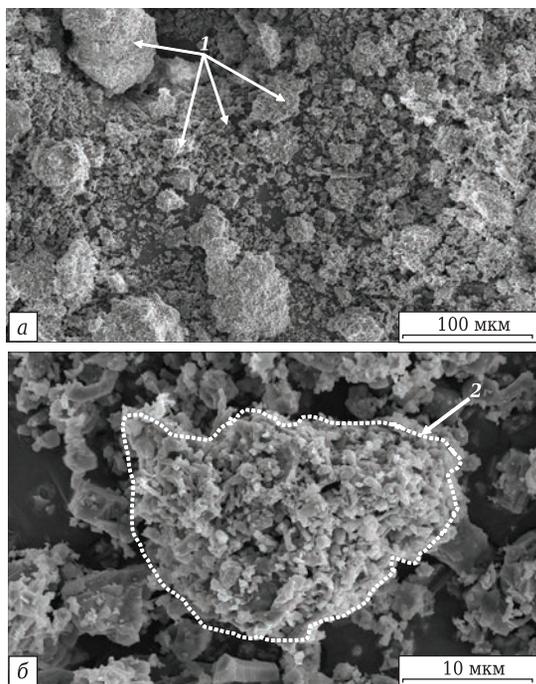
**Рис. 3.** Структура спека, полученного в результате горения порошка ПАП-2 на воздухе: а — общий вид спека; б — полиэдрические частицы в составе сростков 1; в — пластинчатые частицы в составе изометричного морфологического объекта 2; з — пластинчатые частицы в составе столбчатых морфологических объектов 3; 4 — нитевидные кристаллы; 5 — тонкие волокна; д — 4 — нитевидные кристаллы; 5 — тонкие волокна; 6 — пластинчатые частицы

AlN, которые конденсируются в объеме спека в виде нитевидных кристаллов и тонких волокон при его охлаждении [15, 16].

**Структура частиц спека после его измельчения в планетарной мельнице**

В результате измельчения спека был получен порошок, состоящий из пористых агломератов 1 (рис. 4, а). Их размеры укладываются преимущественно в интервал 5–100 мкм. Они формируются из наночастиц, которые являются продуктом измельчения морфологических объектов, входящих в состав спека. Между такими частицами нанодиапазона действуют дисперсионные силы, что определяет достаточно высокую прочность образующихся агломератов. Пористая структура агломерата показана на рис. 4, б.

Следует отметить, что сохранение в составе спека определенной доли неокисленного алюминия, как показано выше, позволяет прессовать полученный порошок без временной органической связки благодаря пластичности металлической составляющей. При этом в процессе измельчения спека происходит «намазывание» алюминия на поверхность агломератов.



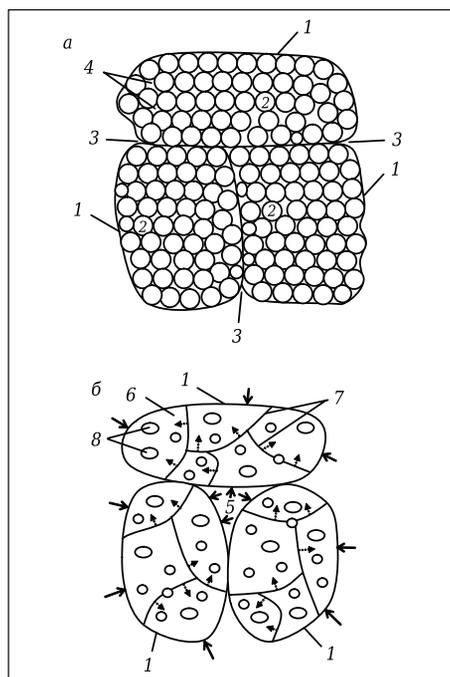
**Рис. 4.** Частицы порошка, полученного в результате измельчения спека — продукта горения на воздухе порошка ПАП-2: а — пористые агломераты 1 (общий вид); б — пористая структура агломерата 2

**Физико-механические свойства и особенности структуры спеченной керамики**

Полученная керамика характеризуется сочетанием значительной пористости ( $\Pi$ ) и относительной объемной усадки ( $\Delta V/V_0$ ), что является особенностью спекания наноразмерных порош-

ковых систем, а также имеет достаточно высокий для высокопористого материала предел прочности при изгибе  $\sigma_{изг}$ . Плотность керамики составляет 2,45 г/см<sup>3</sup>,  $\Pi$  общая, открытая и закрытая соответственно 39, 30, 9 %,  $\Delta V/V_0$  40 %,  $\sigma_{изг}$  50–60 МПа. Фазовый состав усредненной порошковой пробы, полученной измельчением спеченного образца, представлен следующими кристаллическими фазами, об. %:  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 97, гиббсит Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O 2,5, Al 0,5. Размер ОКР этих фаз 100, 24 и 42 нм соответственно. Такой фазовый состав свидетельствует о полном термическом разложении в процессе спекания нитридной и оксинитридной фаз, присутствующих в исходном порошке, и синтезе  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Образование гиббсита происходит, по-видимому, благодаря чрезвычайно высокой активности развитого порового пространства материала по отношению к влаге атмосферного воздуха на стадии охлаждения после спекания. Можно полагать также, что наличие следов алюминия в спеченной керамике наблюдается вследствие защитного действия оксидной фазы, препятствующей диффузии атомов кислорода.

Установлено, что пористая структура материала формируется в результате зонального уплотнения при спекании используемой высокодисперсной наноразмерной порошковой системы (рис. 5). Агломераты 1, состоящие из наночастиц 2, можно рассматривать как зоны, внутри которых плотность превышает локальную плотность межагломератных границ 3. Между наночастицами имеются внутриагломератные поры 4, размер которых сопоставим с размером наночастиц (см. рис. 5, а). В процессе спекания происходит усадка, сопровождающаяся сжатием агломератов (см. рис. 5, б). В данном случае агломераты — это зоны, в объеме которых происходит преимущественное уплотнение вследствие усадки (отсюда происхождение термина «зональное уплотнение»). Результатом зонального уплотнения является локальный отрыв по границам контактирующих соседних агломератов 1 с образованием межагломератных пор 5. При этом происходит диффузионное сращивание наночастиц с образованием зерен б, что определяется стремлением системы к понижению поверхностной энергии. В этом случае происходит захват в состав зерен б внутриагломератных пор, которые становятся внутризеренными порами 7. Далее в результате миграции межзеренных границ 8 вследствие собирательной рекристаллизации происходит перераспределение количества пор, содержащихся внутри зерен. Кроме того, при длительной изотермической выдержке следует ожидать их коалесценции. Следует отметить, что система межагломератных пор в образце формирует его открытое поровое пространство, а внутризеренные поры являются закрытыми.

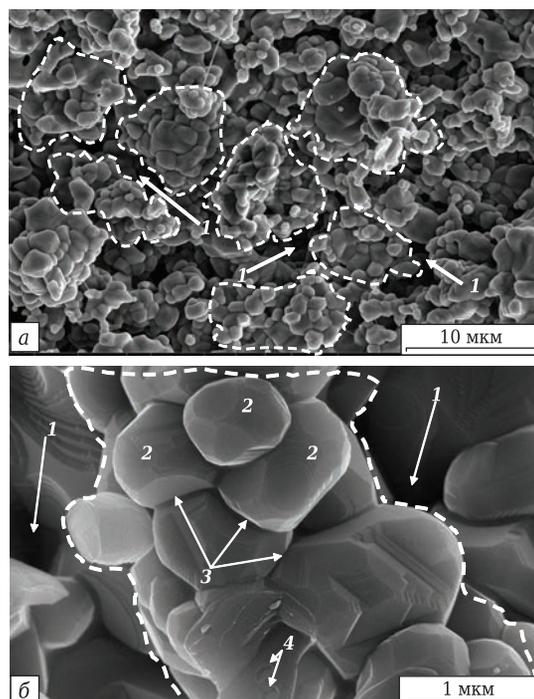


**Рис. 5.** Схематическое изображение процесса зонального уплотнения при спекании порошковой заготовки из наночастиц: а — структура сырца; б — структура спеченного материала; 1 — агломераты; 2 — наночастицы; 3 — межагломератные границы; 4 — внутриагломератные поры; 5 — межагломератная пора; 6 — зерна; 7 — межзеренные границы; 8 — внутривзеренные поры (стрелками показаны направление сжатия агломератов 1 в результате усадки и направление миграции межзеренных границ 7 вследствие собирательной рекристаллизации)

Описанный выше механизм спекания подтверждается данными растровой электронной микроскопии (рис. 6). Видно, что характерный размер агломератов в спеченном материале составляет 7–10 мкм (см. рис. 6, а), размер зерен 2 в составе агломератов 0,5–1,5 мкм, а внутривзеренные поры 4 являются наноразмерными (100–200 нм, см. рис. 6, б). Анализ поверхности излома алюмооксидного образца свидетельствует о преимущественном его разрушении путем распространения трещины по межзеренным и межагломератным границам (см. рис. 6, а, б). Наблюдается также разрушение сколом отдельных зерен, при этом происходит «вскрытие» внутривзеренных наноразмерных пор 4.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотрены особенности получения пористой алюмооксидной керамики с использованием эффекта зонального уплотнения при спекании порошковых заготовок из высокодисперсных продуктов сгорания на воздухе чешуйчатых частиц алюминиевого порошка ПАП-2 (длительность горения загрузки порошка массой 50 г 10–15 с, максимальная яркостная температура горения около 2000 °С).



**Рис. 6.** Поверхность излома спеченной алюмооксидной керамики: а — общий вид структуры материала; 1 — межагломератные поры; б — структура агломерата; 1 — межагломератные поры; 2 — зерна; 3 — межзеренные границы; 4 — внутривзеренные поры

Установлено, что в результате сгорания на воздухе частиц ПАП-2 наблюдаются синтез в образующемся спеке малого количества высокотемпературной модификации  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (2 %), образование AlN (41 %) и AlON (28 %) как доминирующих фаз при сохранении значительной доли неокисленного алюминия (29 %). Формирование AlN и AlON в этих условиях может быть связано с взаимодействием чешуйчатых частиц алюминия с адсорбированными и удерживаемыми на их поверхности молекулами азота из газовой среды ( $\text{N}_2 + 2\text{-}8 \text{ об. \% O}_2$ ), в которой проводили длительный помол алюминиевого сырья для получения порошка.

Зафиксировано, что после завершения горения ПАП-2 в спеке наблюдается образование сrostков из полиэдрических частиц с поперечными размерами 60–70 нм, изометричных и столбчатых морфологических объектов, состоящих из наноразмерных пластинчатых частиц с тетрагональной и гексагональной огранкой, а также наноразмерных нитевидных кристаллов и волокон. Измельченный в планетарной мельнице спек был представлен пористыми агломератами (5–100 мкм), состоящими из наноразмерных частиц, связанных дисперсионными силами.

Спеченные на воздухе порошковые заготовки (1700 °С, 2 ч), полученные прессованием порошка из пористых агломератов, имели фазовый состав, свидетельствующий о термическом разложении AlN и AlON, присутствующих в исходном порошке, и синтезе  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Следы алюминия сохранялись благодаря защитному действию ок-

сидной фазы в составе керамики. Показано, что формирование пористой структуры в спеченном материале реализуется по механизму локального отрыва по границам агломератов с образованием открытых межагломератных пор, а также вследствие возникновения системы закрытых внутризеренных пор.

Полученный материал плотностью 2,45 г/см<sup>3</sup> при общей, открытой и закрытой пористости соответственно 39, 30 и 9 % имеет достаточно высокий предел прочности при изгибе (50–60 МПа).

### Библиографический список

1. **Глазырин, С. А.** Теплоизолирующее огнезащитное покрытие : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / С. А. Глазырин, Р. А. Апакашев, Н. Г. Валиев [и др.] // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 39.
2. **Зубащенко, Р. В.** Исследование термостойкости высокоглиноземистых теплоизоляционных изделий на основе алюмосиликатного волокна : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / Р. В. Зубащенко // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 42.
3. **Мартыненко, В. В.** Корундовые легковесные огнеупоры с улучшенными теплотехническими характеристиками : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / В. В. Мартыненко, Н. М. Казначеева, Ю. А. Крахмаль, К. И. Куценко // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 47, 48.
4. **Соков, В. Н.** Корундовые сферические наполнители с широким диапазоном гранулометрии и различной пористой структурой : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / В. Н. Соков // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 53, 54.
5. **Демин, Е. Н.** Высокотемпературная монолитная пеноизоляция : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / Е. Н. Демин, А. А. Речкалов // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 69.
6. **Зубащенко Р. В.** Опыт применения высокотемпературных теплоизоляционных изделий производства ЗАО «ПКФ «НК» в футеровке тепловых агрегатов : тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (6–7 апреля 2017 г., Москва) / Р. В. Зубащенко, В. И. Кузин // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 69, 70.
7. **Берш, А. В.** Формование и спекание нанопорошков бёмита и оксида алюминия / А. В. Берш, А. В. Беляков, Д. Ю. Мазалов [и др.] // Новые огнеупоры. — 2016. — № 12. — С. 46–51.  
**Bersh, A. V.** Formation and sintering of boehmite and aluminum oxide nanopowders / A. V. Bersh, A. V. Belyakov, D. Yu. Mazalov [et al.] // Refractories and Industrial Ceramics. — 2017. — Vol. 57, № 6. — P. 655–660.
8. **Мочкаро А.** Пористая структура керамического материала, изготовленного с применением порообразующих добавок / А. Мочкаро, М. Б. Ломбарди, А. Н. Шан // Новые огнеупоры. — 2017. — № 1. — С. 54–57.  
**Mocciaro, A.** Ceramic material porous structure prepared using pore-forming additives / A. Mocciaro, M. B. Lombardi, A. N. Scian // Refractories and Industrial Ceramics. — 2017. — Vol. 58, № 1. — P. 65–68.

\*\*\*

*Исследования выполнены в рамках базовой части государственного задания вузам № 11.7568.2017/Б4 с использованием оборудования ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» МАИ.*

*Микроскопический анализ выполнен в ОИВТ РАН по субсидии на выполнение государственного задания в соответствии с программой фундаментальных исследований РАН (тема ГР № АААА-А-16-116051810082-7).*

9. **Беляков, А. В.** Упрочняющее связующее для пористой проницаемой керамики с наполнителем из электроплавленного корунда / А. В. Беляков, Зо Е Мо У, Н. А. Попова [и др.] // Новые огнеупоры. — 2017. — № 2. — С. 25–29.  
**Belyakov, A. V.** Strengthening binders for porous permeable ceramic with electromelted corundum filler / A. V. Belyakov, Zaw Ye Maw Oo, N. A. Popova [et al.] // Refractories and Industrial Ceramics. — 2017. — Vol. 58, № 1. — P. 89–93.
10. **Иванов, Д. А.** Структура и физико-механические свойства пористой керамики на основе Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученной с использованием метода фильтрационного горения / Д. А. Иванов, С. Д. Шляпин, Г. Е. Вальяно, Л. В. Федорова // Новые огнеупоры. — 2017. — № 9. — С. 40–43.  
**Ivanov, D. A.** Structure and physicomechanical properties of porous ceramic based on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> prepared using a filtration method / D. A. Ivanov, S. D. Shlyapin, G. E. Val'vano, L. V. Fedorova // Refractories and Industrial Ceramics. — 2018. — Vol. 58, № 5. — P. 538–541.
11. **Похил, П. Ф.** Горение порошковых металлов в активных средах / П. Ф. Похил, А. Ф. Беляев, Ю. В. Фролов [и др.]. — М. : Наука, 1972. — 294 с.
12. **Андреанов, Н. Т.** Практикум по технологии керамики : уч. пособие для вузов / Н. Т. Андреанов, А. В. Беляков, А. С. Власов [и др.]. — М. : Стройматериалы, 2005. — 336 с.
13. **Гопиенко, В. Г.** Спеченные материалы из алюминиевых порошков / В. Г. Гопиенко, М. Е. Смагоринский, А. А. Григорьев, А. Д. Белавин. — М. : Металлургия, 1993. — 320 с.
14. **Иванов, Д. А.** Изучение процесса формирования мелкокристаллического алюмооксидного покрытия на поверхности алюминиевой порошковой заготовки в результате ее фильтрационного горения / Д. А. Иванов, А. И. Ситников, Г. Е. Вальяно, С. Д. Шляпин // Новые огнеупоры. — 2018. — № 1. — С. 43–48.
15. **Иванов, Д. А.** Дисперсноупрочненные волокнистые и слоистые неорганические композиционные материалы / Д. А. Иванов, А. И. Ситников, С. Д. Шляпин. — М. : МГИУ, 2010. — 230 с.
16. **Гиваркизов, Е. И.** Рост нитевидных и пластинчатых кристаллов из пара / Е. И. Гиваркизов. — М. : Наука, 1977. — 304 с. ■

Получено 24.05.18

© Д. А. Иванов, А. И. Ситников, Г. Е. Вальяно, Т. И. Бородина, С. Д. Шляпин, 2018 г.