

УДК 666.762.93-46

ПОЛУЧЕНИЕ ПОЛЫХ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ВЫСОКОПОРИСТОГО НИТРИДА КРЕМНИЯ ЦЕНТРОБЕЖНЫМ ФОРМОВАНИЕМ СТРУЖКИ ИЗ ТИКСОТРОПНОГО ТЕРМОПЛАСТИЧНОГО ШЛИКЕРА

Рассмотрены особенности получения высокопористых заготовок из кремния в виде полых цилиндров центробежным теплым формованием элементов, полученных резанием отливок из термопластичного шликера на основе кремния. В шликер входит добавка нитрида кремния плазмохимического синтеза для придания необходимых реологических свойств. Из отформованных заготовок отгонкой связки и последующим реакционным спеканием в азоте получены изделия в виде полых цилиндров со стенками из высокопористого нитридкремниевых материала. Предполагаемые области применения материала и полых изделий из него: в качестве пористых перегородок для подачи через пористую среду и сжигания природного топлива в энергетических установках; пористых вставок для локального армирования изделий из легких металлов, получаемых литьем под давлением.

Ключевые слова: реакционно-спеченный нитрид кремния, РСНК, пористость, термопластичный шликер, центробежное формование, тиксотропия.

ВВЕДЕНИЕ

Материалы на основе реакционно-спеченного нитрида кремния (РСНК) в широком диапазоне пористости обладают высокой стойкостью к термоудару и термоциклированию, а также высокой стойкостью к окислению до температур как минимум 700–800 °С. Такие материалы могут рассматриваться в качестве перспективных для применения в энергетических установках в виде пористых перегородок для подачи через пористую среду и сжигания природного топлива, способных выдерживать экстремальные ситуации.

Большинство материалов на основе нитрида кремния, получаемых с применением известных технологий, не обладают достаточно равномерными пористостью и проницаемостью. В настоящее время для этой цели используются высокопористые ячеистые материалы на основе металлических жаростойких материалов (ВПЯМ) типа хромалей. Но традиционные металлические ВПЯМ строятся из элементов типа полых тонкостенных трубок, поэтому их ресурс в окислительной среде ограничен.

В настоящей работе предпринята попытка получить изделия в виде полых цилиндров со стенкой из высокопористого керамического материала на основе РСНК, способные в перспективе конкурировать с аналогичными изделиями из ВПЯМ хромаль. Рассматриваются методы

центробежного формования изделий типа полых цилиндров и более сложных форм с высокопористой стенкой из кремния и, соответственно, после спекания из материала на основе РСНК.

Разработке технологии получения пористых керамических материалов на основе нитрида кремния посвящено много работ [1–20]. Применяют карботермическое восстановление оксида кремния и одновременное азотирование [1, 2], спекание при пониженных температурах порошков Si_3N_4 , спекание с выгорающими добавками, частичное горячее прессование [3, 6, 8, 9, 11–18], экструзию с органическими связками [4], золь-гель методы [5, 19], литье и замораживание водных суспензий (freeze-casting) [7], спекание гранул на основе порошка Si, полученных распылительной сушкой [10], изготовление разложением прекурсоров [20].

В более ранних работах для достижения высокопористого состояния использовали методы вспучивания суспензий или введения керамических порошков в готовую органическую пену, метод нанесения суспензии на ячеистую пенополиуретановую подложку с последующей деформацией подложки [21].

Нами предложен метод регулирования пористости нитридкремниевых материалов консолидацией шликерных тонкостенных элементов из термопластичного шликера на основе кремния со специальными добавками [22–30], что возможно, если шликер в разогретом состоянии представляет собой тиксотропную дисперсную систему. Специальные добавки нужны для повышения тиксотропных



В. Г. Гилев
E-mail: Xray@pm.pstu.ac.ru

свойств шликера. Нами в этом качестве были опробованы различные дисперсные порошки: кремния, оксида кремния, нитрида кремния плазмохимического синтеза (ПХС). Только порошок Si_3N_4 ПХС обладал свойством придавать термопластичному шликеру на основе порошка кремния со связкой из парафина с 15 мас. % пчелиного воска ярко выраженные тиксотропные свойства (рис. 1) [24].

Технология формования высокопористых материалов из стружки, нарезанной токарной обработкой отливок из термопластичного шликера, дает возможность широкого варьирования пористости, размеров и формы пор. Кроме формования изделия, технология включает отгонку связки и реакционное спекание в азоте.

Была исследована возможность получения трубчатых изделий из высокопористого нитрида кремния центробежным формованием пресс-массы из стружки (тонкостенных элементов) термопластичного шликера на основе порошка кремния.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Как исходный материал для консолидации пористых заготовок использовали стружку, которую получали резанием на токарном станке охлажденных отливок из шликера (рис. 2).

Использовали шликер на основе кремния Кр1, молотого до удельной поверхности $S_{уд} = 4 \text{ м}^2/\text{г}$. В шихту добавляли высокодисперсный порошок ($S_{уд} = 60\text{--}80 \text{ м}^2/\text{г}$) нитрида кремния, полученного плазмохимическим синтезом в количестве 15 %. Использовали термопластичную связку из парафина с добавлением 15 мас. % пчелиного воска. Количество связки составляет 19 % к массе шликера. Охлажденные отливки из шликера перерабатывали на элементы толщиной 0,02 мм на токарном станке с ЧПУ. Для ускорения процесса переработки использовали специально сконструированные резцы, заточенные уступами.

Для формования использовали вращающиеся формы требуемых размеров и конфигурации. Стенки формы изнутри футеровали теплоизолирующим бумажным слоем или другим материалом с низкой теплопроводностью, внутренний объем заполняли пресс-массой, форма приводилась во вращение вокруг вертикальной или горизонтальной оси, одновременно стенки формы нагревали, например газовой горелкой, до температуры выше, чем температура плавления связки.

Пористость стенок изделия регулируется составом шликера, ориентацией оси вращения, наличием или отсутствием центрального стержня и зависит от условий нагрева, толщины и свойств теплоизолирующего слоя, скорости вращения и действующих центробежных сил. Возможны различные ориентации оси вращения формы: вертикальная, горизонтальная и наклонная при различных углах наклона (рис. 3).

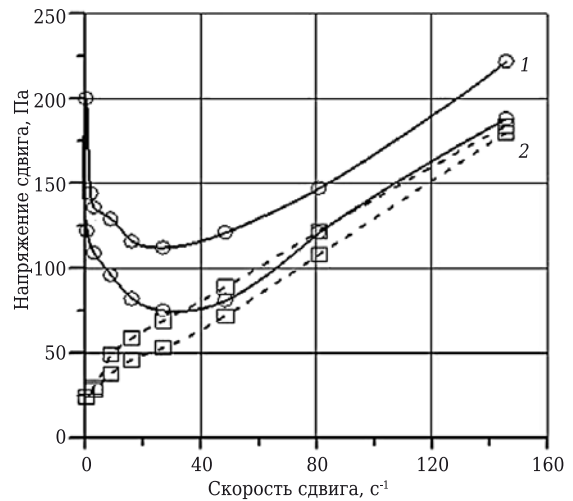


Рис. 1. Кривые течения кремниевого шликера с добавкой порошка нитрида кремния ПХС при $70 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$: 1 — на первых стадиях перемешивания; 2 — после длительного перемешивания



Рис. 2. Вид стружки из термопластичного шликера

Для достижения более высокой пористости предпочтительно вращение вокруг вертикальной оси. Скорость вращения должна быть больше некоторой минимальной величины, которую приблизительно можно определить по формуле

$$W_{кр} = \sqrt{\frac{g}{R}},$$

где g — ускорение силы тяжести; R — радиус цилиндра или минимальное расстояние от оси вращения до ближайшей стенки изделия.

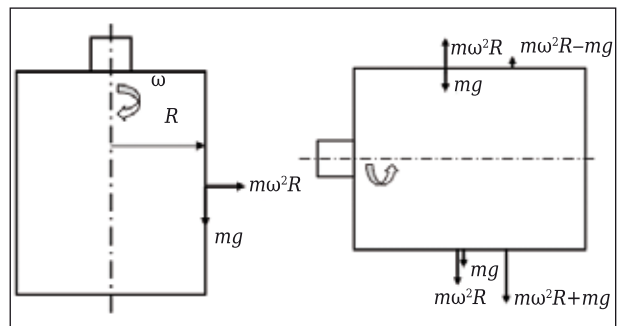


Рис. 3. Силы, действующие на пресс-массу в ходе центробежного формования в зависимости от ориентации оси вращения

Положение оси вращения имеет важное значение. При вертикальном положении оси плотность изделия меньше, чем при горизонтальном, что видно из сопоставления результатов опытов 2 и 3–11, (см. таблицу). Это связано с тем, что при вращении вокруг горизонтальной оси на стружку в определенный момент времени (в нижней части траектории движения) действуют совместно сила тяжести и центробежная сила. Кроме того, сила, прижимающая стружку к стенке формы, в этом случае пульсирует. В нижней точке она равна сумме, в верхней — разности центробежной силы и силы тяжести. Это создает динамические нагрузки, способствующие уплотнению. Для создания высокопористых изделий предпочтительнее вертикальное расположение оси вращения. Увеличение числа слоев бумаги в теплоизолирующей прокладке способствует повышению пористости.

При изготовлении изделий в виде цилиндров с пористой стенкой можно использовать полую цилиндрическую форму (рис. 4, а) или форму с центральным стержнем (рис. 4, б). Последний вариант применяется, когда требуется снижение толщины стенки. Он также обеспечивает более ровную внутреннюю поверхность получаемого цилиндра.

Толщина стенки d зависит от внутреннего радиуса формы R и радиуса внутреннего цилиндра R_1 , а также от плотности исходной массы и сформованного полого цилиндра. Для вывода

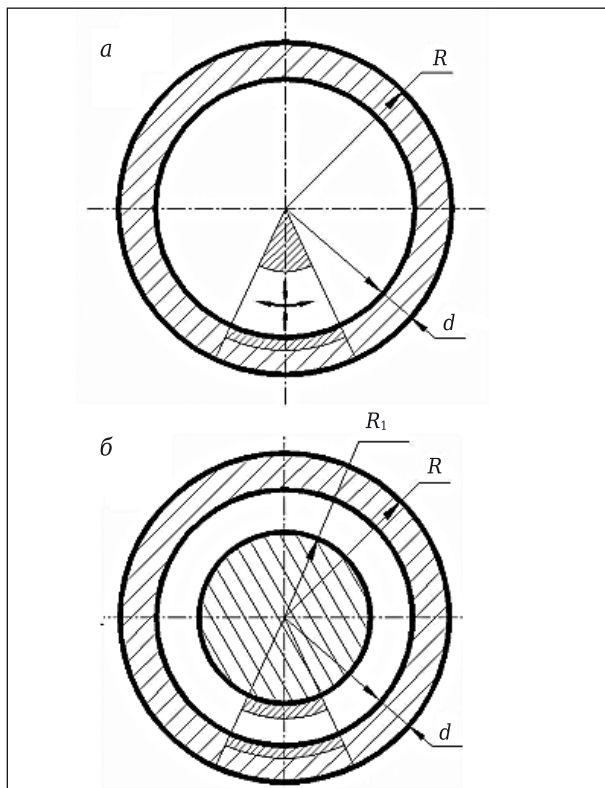


Рис. 4. Перераспределение формируемой массы в ходе центробежного теплового формования стружки из термопластичного шликера: а — полая форма; б — форма с центральным стержнем (внутренним цилиндром)

расчетных формул используем равенство массы прессуемого материала до и после формования.

В случае формы в виде полого цилиндра (см. рис. 4, а)

$$V_1 \rho_1 = 2\pi H R d \rho_1 = V_{\text{нас}} \rho_{\text{нас}} = \pi H R^2 \rho_{\text{нас}},$$

откуда

$$d = \frac{1}{2} \cdot \frac{\rho_{\text{нас}}}{\rho_1} R \text{ или } \rho_1 = \frac{1}{2} \cdot \frac{\rho_{\text{нас}}}{d} R,$$

где V_1 , $V_{\text{нас}}$ — объемы отформованной заготовки и исходной насыпанной в форму массы соответственно; H , R — высота и радиус внутренней поверхности цилиндрической формы; d — толщина стенки отформованного цилиндрического изделия; ρ_1 — плотность стенки отформованного полого цилиндра; $\rho_{\text{нас}}$ — насыпная плотность формируемой массы.

В случае формы в виде полого цилиндра со вставленным центральным стержнем (см. рис. 4, б)

$$V_1 \rho_1 = 2\pi H R d \rho_1 = V_{\text{нас}} \rho_{\text{нас}} = \pi H (R^2 - R_1^2) \rho_{\text{нас}},$$

откуда

$$d = \frac{1}{2} \left(\frac{\rho_{\text{нас}}}{\rho_1} \right) \frac{(R^2 - R_1^2)}{R}$$

или

$$d = \frac{1}{2} \cdot \frac{\rho_{\text{нас}}}{\rho_1} R \left(1 - \frac{R_1^2}{R^2} \right), \text{ или } \rho_1 = \frac{1}{2} \cdot \frac{\rho_{\text{нас}}}{d} R \left(1 - \frac{R_1^2}{R^2} \right),$$

где V_1 , $V_{\text{нас}}$ — объемы отформованной заготовки и исходной насыпанной в форму массы соответственно; H , R — высота и радиус внутренней поверхности формы; d — толщина стенки сформованного цилиндра; R_1 — радиус внутреннего стержня; ρ_1 — плотность стенки отформованного полого цилиндра; $\rho_{\text{нас}}$ — насыпная плотность формируемой массы.

На рис. 4 более мелкой штриховкой показаны выделенные области пресс-массы до начала и после процесса формования. В ходе формования происходит перераспределение формируемого материала, а именно движение в стороны (расширение в направлении, перпендикулярном направлению центробежной силы) и сжатие в направлении центробежной силы. При отсутствии центрального стержня (см. рис. 2, а) расширение приводит в некоторых случаях к образованию трещин на внутренней поверхности отформованных полых цилиндров.

Центробежная сила, действующая на микрообъем пресс-массы, равна

$$F_{\text{ц}} = m \omega^2 r,$$

где m — масса микрообъема; ω — скорость вращения; r — расстояние от местоположения микрообъема до оси вращения.

Поэтому центробежные силы, действующие на пресс-массу, расположенную вблизи оси вращения, недостаточны и микрообъемы могут смещаться вниз. В результате толщина стенок (особенно при

формовании без центрального стержня) может быть неравномерной: внизу толще, вверху тоньше. Разнотолщинность стенок зависит также от скорости прогрева массы. При быстром прогревании пресс-масса быстрее перемещается от оси к периферии, где центробежные силы возрастают и перемещение вниз под действием сил гравитации быстрее подавляется.

Необходимо отметить, что результат существенно зависит от условий нагрева, а именно скорости поступления тепла от стенки металлической формы внутрь формуемой заготовки. Эта скорость зависит прежде всего от числа слоев бумаги в теплоизолирующей прослойке, а также от температуры нагрева стенки формы.

При меньшем числе слоев возрастает плотность сформованного изделия, одновременно увеличивается неравномерность плотности. Это связано с тем, что слои, ближайшие к источнику тепла, нагреваются с наибольшей скоростью. Нагрев последующих слоев происходит медленнее из-за того, что внешние слои формуемого изделия служат дополнительной теплоизоляцией последующих. Влияние условий нагрева исследовано при формовании плоских изделий [25]. Влияние скорости нагрева объясняется в работе [25] с привлечением понятий, известных в технологии литья термопластичных шликеров [31]. Зависимость плотности от условий нагрева обусловлена особенностями поведения тиксотропного шликера. В результате образования в затвердевшем шликере так называемой структуры охлаждения он приобретает способность вытеснять термопластичную связку при повторном нагреве [31].

При охлаждении шликера вследствие термической усадки термопластичной связки частицы твердой фазы сближаются и образуются дополнительные межчастичные связи. Расширяющаяся при повторном медленном нагреве термопластичная связка не разрывает образовавшийся из частиц каркас, а вытесняется из объема на поверхность отливки при медленном нагреве. Это позволяет сохранить форму отливки. Чем тоньше сечение отливки, тем быстрее происходит выпотевание [31]. Очевидно, при весьма малой толщине элементов из шликера эффект выпотевания связки может быть замечен при значительных скоростях нагрева при формовании.

Степень вытеснения связки зависит от скорости нагрева и толщины элементов. При медленном нагреве через большое количество слоев бумаги в теплоизолирующих прокладках в тонких элементах успевает вытесняться часть термопластичной связки, в результате чего шликер загустевает, элементы упрочняются (повышается предельное напряжение сдвига шликера) и в ходе прессования деформируются в меньшей степени. При меньшем числе слоев скорость нагрева формовок выше, процессы вытеснения связки протекают менее интенсивно, в результате плотность формовок увеличивается.

Процессы, протекающие в ходе формования стружки из тиксотропного термопластичного шликера, в первом приближении можно описать следующим образом. При нагреве стенок формы прилегающие к ним участки стружки разогреваются. По достижении ими температуры плавления связки дисперсные пластинчатые изогнутые элементы стружки деформируются под действием центробежных сил и силы тяжести и «слипаются» под влиянием капиллярных сил. Последний эффект обусловлен стремлением системы снизить свою потенциальную энергию за счет уменьшения площади и энергии поверхности стружки. Кроме того, пластинчатые элементы стремятся принять округлую форму под действием сил поверхностного натяжения.

Перечисленные процессы лимитируются вязкоупругими свойствами шликера. В ходе деформации элементов возрастают число и площадь межэлементных контактов, а действующие на элементы напряжения снижаются. При напряжении ниже уровня предельного напряжения сдвига термопластичного шликера процесс деформации (усадки) в слое, прилегающем к пуансону, прекращается. Далее разогрев и деформация происходят в следующих, более удаленных от стенки формы слоях. После прохождения фронта тепловой волны через всю массу стружки процесс формования заканчивается, заметная усадка в дальнейшем не происходит.

Процесс усадки останавливается также из-за быстрых изменений состава и вязкоупругих свойств шликера вследствие выпотевания связки. При этом между элементами стружки может сохраняться значительный объем пор. Материал отформованного изделия находится при этом в метастабильном состоянии и может подвергаться дополнительному формованию — уплотнению. Его можно вывести из метастабильного равновесия с помощью локальных термомеханических воздействий.

Например, можно получать отверстия с помощью нагретой металлической спицы диаметром 1–2 мм. При этом под воздействием тепла и давления спицы происходит оплавление и перемешивание шликера, снижение его вязкости (нарушение структуры охлаждения). Шликер из зоны оплавления перемещается в стороны и уплотняется, в результате чего образуются отверстия с плотными краями без образования выступов на поверхности исходной отформованной из стружки заготовки.

Центробежный способ формования позволяет получать полые изделия в виде цилиндров, конусов, их сочетаний, т. е. тел вращения, эллипсов и др. Кроме того, можно изготавливать полые изделия многогранного сечения (рис. 5). Основные проблемы, ограничивающие разнообразие формы получаемых изделий, по-видимому, могут встретиться на этапах нанесения равномерного теплоизолирующего слоя, разборки и выемки изделия из формы.

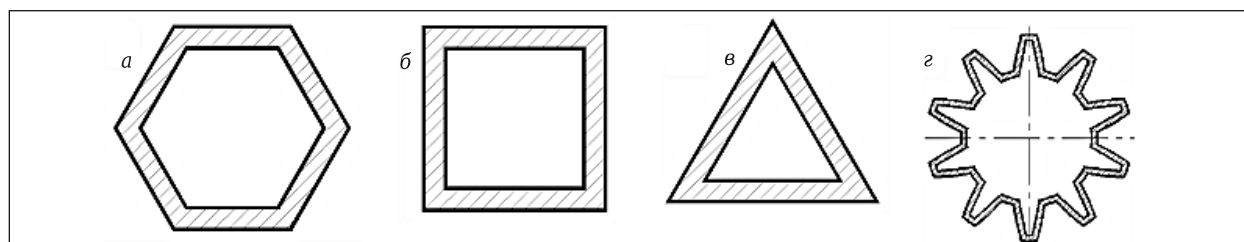


Рис. 5. Примеры сечений, которые можно получить центробежным теплым формованием стружки из тиксотропного термопластичного шликера

Результаты опытов по изготовлению трубчатых изделий центробежным теплым формованием

Номер опыта	N*	Частота вращения, об/мин	Положение оси вращения	Внешний диаметр изделия, мм	Толщина стенки, мм	Пористость материала изделия, %
1	1	1250	Горизонтальное	70	3,0	—
2	4	100	«	69,5	2,6	44,0
3	19	1400	Вертикальное	64,5	7,0	49,0
4	25	1000	«	62	10,0	80,0
5	24	1000	«	63	8,0	83,0
6	23	1400	«	64	5,0	79,4
7	11	1400	«	40	3,5–5,0	76,0
8	10	2000	«	40	3,5–5,0	76,3
9	11	200	«	40	4,0–5,0	74,7
10	11	2000	«	40	3,7–5,0	73,1
11	40	2000	«	30	3,0	82,5

* N — число слоев бумаги в теплоизолирующей прокладке.

При изготовлении трехгранных изделий толщина стенки несколько больше в углах, при изготовлении четырехгранных и шестигранных изделий толщина стенки равномерна. Для получения более сложной формы, показанной на рис. 5, z, обычного вращения недостаточно, необходимы дополнительные периодические изменения частоты вращения. Высокопористые нитридкремниевые изделия такой формы могут быть использованы для изготовления шестерней литьем алюминиевых сплавов под давлением с локальным армированием поверхности зубьев пористой керамикой. Положительными свойствами таких шестерен будет их низкая масса. Композиты типа Al-Si₃N₄ и слоистые структуры на их основе, полученные пропиткой пористой керамики из стружки, обладают высокими износостойкостью и стойкостью к ударам [32, 33]. Пористость стенок получаемых изделий колеблется от 40 до 80 % в зависимости от условий технологического процесса.

Опробовано изготовление несимметричных трубчатых изделий. Для этого ось вращения смещали относительно оси цилиндрической

формы диаметром 40 мм на 1 мм. Разнотолщинность стенки составляла 2 мм. Фактически внешняя поверхность изделия соосна с осью формы, внутренняя — с осью вращения.

В качестве примера осуществления данной технологии в таблице приведены результаты серии экспериментов по изготовлению трубчатых изделий.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработаны технологические приемы центробежного теплого формования изделий в виде полых цилиндров и иных форм вращения из высокопористых нитридкремниевых материалов, а также методы повышения проницаемости изделий за счет создания в них канальной пористости.

Технология основана на тиксотропных свойствах разработанного состава термопластичного шликера на основе кремния.

* * *

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках финансирования проектной части государственного задания № 11.1913.2014/К.

Библиографический список

1. **Lu, Yuan.** Porous silicon nitride ceramics fabricated by carbothermal reduction-reaction bonding / *Yuan Lu, Jianfeng Yang, Weizhong Lu* [et al.] // *Materials and Manufacturing Processes*. — 2011. — Vol. 26. — P. 855–861.
2. **Shan, Shao-Yun.** Porous silicon nitride ceramics prepared by reduction-nitridation of silica / *Shao-Yun Shan, Jian-Feng Yang, Ji-Qiang Gao* [et al.] // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2005. — Vol. 88, № 9. — P. 2594–2596.

3. **Diaz, Aranzazu.** Comparison of mechanical properties of silicon nitrides with controlled porosities produced by different fabrication routes / *Aranzazu Diaz, Stuart Hampshire, Jian-Feng Yang* [et al.] // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2005. — Vol. 88, № 3. — P. 698–706.
4. **Jiang, Guang-Peng.** Extrusion of porous silicon nitride using different binders / *Guang-Peng Jiang, Jian-Feng Yang, Ji-Qiang Gao* // *J. Ceram. Proces. Research*. — 2010. — Vol. 11, № 1. — P. 126–128.

5. **Jia, Dechang.** Characterization of porous silicon nitride/silicon oxynitride composite ceramics produced by sol infiltration / *Dechang Jia, Yingfeng Shao, Boyang Liu, Yu Zhou* // Materials Chemistry and Physics. — 2010. — Vol. 124. — P. 97–101.
6. **Yang, Jian-Feng.** Fabrication and characterisation of porous silicon nitride ceramics using Yb_2O_3 as sintering additive / *Jian-Feng Yang, Zhen-Yan Deng, Tatsuki Ohji* // J. Europ. Ceram. Soc. — 2003. — Vol. 23. — P. 371–378.
7. **Xia, Yongfeng.** Microstructure and mechanical properties of porous Si_3N_4 ceramics prepared by freeze-casting / *Yongfeng Xia, Yu-Ping Zeng, Dongliang Jiang* // Materials and Design. — 2012. — Vol. 33. — P. 98–103.
8. **Park, Young-Jo.** Characterization of pore structures for porous sintered reaction-bonded silicon nitrides with varied pore-former content / *Young-Jo Park, In-Hyuck Song, Hai-Doo Kim* // J. Korean Ceram. Soc. — 2008. — Vol. 45, № 11. — P. 675–680.
9. **Park, Young-Jo.** Permeability enhancement in porous-sintered reaction-bonded silicon nitrides / *Young-Jo Park, Hai-Doo Kim, John W. Halloran* // Int. J. Appl. Ceram. Technol. — 2011. — Vol. 8, № 4. — P. 809–814.
10. **Park, Young-Jo.** The characterization of porous sintered reaction-bonded silicon nitride ceramics fabricated by Si-additive mixture granules / *Young-Jo Park, Boo-Won Park, Sae-Hoon Lee* [et al.] // Int. J. Appl. Ceram. Technol. — 2011. — Vol. 8, № 6. — P. 1501–1508.
11. **Kalemtas, Ayse.** Mechanical characterization of highly porous $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ceramics fabricated via partial sintering & starch addition / *Ayse Kalemtas, Gulsum Topates, Huseyin Ozcoban* [et al.] // J. Europ. Ceram. Soc. — 2013. — Vol. 33, № 9. — P. 1507–1515.
12. **Wang, Huan-Rui.** Processing, microstructure and mechanical properties of porous silicon nitride by a slip casting method using petroleum coke as pore former / *Huan-Rui Wang, Jian-Feng Yang, Ji-Qiang Gao, Fang* [et al.] // J. Ceram. Proc. Res. — 2009. — Vol. 10, № 6. — P. 823–826.
13. **Yang, Jian-Feng.** Fabrication and mechanical properties of porous silicon nitride ceramics from low-purity powder / *Jian-Feng Yang, Tatsuki Ohji, Yu-Ping Zeng* [et al.] // J. Ceram. Soc. Japan. — 2003. — Vol. 111, № 1298. — P. 758–761.
14. **Fangli, Yu.** Effects of talc and clay addition on pressureless sintering of porous Si_3N_4 ceramics / *Yu Fangli, Yang Jianfeng, Xue Yaohui* [et al.] // Bull. Mater. Sci. — 2009. — Vol. 32, № 2. — P. 177–181.
15. **Park, Chan.** Pressureless-sintering of reaction bonded silicon nitride containing cordierite / *Chan Park, Kook-Soo Bang, Dong-Soo Park* [et al.] // J. Ceram. Proces. Research. — 2012. — Vol. 13, № 3. — P. 226–230.
16. **Li, Quan.** Effects of phase composition on microstructure and mechanical properties of Lu_2O_3 -doped porous silicon nitride ceramics / *Quan Li, Xiaowei Yi* // J. Mater. Sci. Technol. — 2011. — Vol. 27, № 6. — P. 529–533.
17. **Fangli, Yu.** Preparation and characterization of porous Si_3N_4 ceramics prepared by compression molding and slip casting methods / *Yu Fangli, Wang Huanrui, Bai Yu, Yang Jianfeng* // Bull. Mater. Sci. — 2010. — Vol. 33, № 5. — P. 619–624.
18. **Fangli, Yu.** Effects of organic additives on microstructure and mechanical properties of porous Si_3N_4 ceramics / *Yu Fangli, Wang Huanrui, Yang Jianfeng, Gao Jiqiang* // Bull. Mater. Sci. — 2010. — Vol. 33, № 3. — P. 285–291.
19. **Zhang, Wen.** Preparation and properties of macroporous silicon nitride ceramics by gelcasting and carbonthermal reaction / *Wen Zhang, Hongjie Wang, Zhihao Jin* // J. Mater. Sci. Technol. — 2005. — Vol. 21, № 6.
20. **Mori, Hidetoshi.** Fabrication of supported Si_3N_4 membranes using the pyrolysis of liquid polysilazane precursor / *Hidetoshi Mori, Shigekazu Mase, Noriyuki Yoshimura* [et al.] // J. Membrane Sci. — 1998. — Vol. 147. — P. 23–33.
21. **Гузман, И. Я.** Высокоогнеупорная пористая керамика / И. Я. Гузман. — М. : Металлургия, 1971. — 208 с.
22. **Гилев, В. Г.** Роль тиксотропии в технологии получения материалов из шликерной стружки / В. Г. Гилев // Материалы современной техники. — Пермь : Пермский политехнический институт, 1986. — С. 91–94.
23. **Анциферов, В. Н.** Получение пористого нитрида кремния из шликерной стружки и его свойства / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Материалы современной техники. — Пермь : Пермский политехнический институт, 1986. — С. 82–91.
24. **Анциферов, В. Н.** Свойства пористых нитридкремниевых материалов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Огнеупоры. — 1988. — № 7. — С. 20–23.
25. **Анциферов, В. Н.** Особенности получения пористых нитридкремниевых материалов из тонкостенных элементов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Порошковая металлургия. — 1991. — № 8. — С. 44–48.
26. **Гилев, В. Г.** Особенности получения высокопористых материалов из нитрида кремния, оксинитрида кремния и сиалона / В. Г. Гилев ; под науч. ред. В. Н. Анциферова // Проблемы современных материалов и технологий : сб. науч. тр. — Пермь : РИТЦ ПМ, 1995. — С. 35–44.
27. **Анциферов, В. Н.** Особенности получения высокопористых материалов из нитрида кремния, оксинитрида кремния и сиалонов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Огнеупоры и техническая керамика. — 1996. — № 11. — С. 8–13.
28. **Анциферов, В. Н.** Прессование элементов из шликера для получения высокопористого РСНК / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. А. Шацев // Огнеупоры. — 1992. — № 1. — С. 13–15.
29. **Antsiferov, V. N.** Thermal stress resistance of a porous silicon nitride / V. N. Antsiferov, V. G. Gilyov, A. G. Lanin [et al.] // Ceramics International. — 1991. — Vol. 17, № 9. — P. 181–185.
30. **Анциферов, В. Н.** Термостойкость пористых нитридкремниевых материалов из тонкостенных элементов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Порошковая металлургия. — 1992. — № 11. — С. 66–71.
31. **Грибовский, П. О.** Керамические твердые схемы / П. О. Грибовский. — М. : Энергия, 1971. — 448 с.
32. **Анциферов, В. Н.** Износостойкость композиционных материалов на основе алюминиевых сплавов с нитридкремниевой упрочняющей фазой / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, О. П. Григорьев [и др.] // Металловедение и термическая обработка металлов. — 1993. — № 1. — С. 16–18.
33. **Гилев, В. Г.** Высокоскоростное разрушение слоистых преград на основе композиционного материала $\text{Al-Si}_3\text{N}_4$ / В. Г. Гилев // Металловедение и термическая обработка металлов. — 2003. — № 5. — С. 21–26. ■

Получено 25.03.15
© В. Г. Гилев, 2015 г.