

## ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИНИТРИДА АЛЮМИНИЯ

*Е.В. ТЫРЫШКИНА., А.С. ШУЛЬЖЕНКО, И.Б. РЕВВА, А.А. ДИТЦ*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: [tyryshkina95@mail.ru](mailto:tyryshkina95@mail.ru)

Оксинитрид алюминий (AlON) является твердым раствором в псевдо-бинарной системе  $Al_2O_3 - AlN$ . Состав AlON согласуется с формулой  $Al_{(64+x)/3}O_{32-x}N_x$ , где состав с  $x=5$  является единственной устойчивой фазой в области  $\gamma$ -AlON. Таким образом, его стехиометрическая формула –  $Al_{23}O_{27}N_5$  [1]. Из-за превосходной оптической прозрачности, прочности и твердости, оптическая керамика AlON находит перспективу для применения во многих областях гражданской и военной техники. В гражданских областях AlON применяется как керамика, прозрачная для инфракрасного излучения в области волны миллиметрового диапазона, для окон сканеров [2]. Изготавливают прозрачный AlON различными методами: реакционное спекание, горячее прессование и метод СВС. Среди них, наиболее распространенным способом является реакция спекания AlN и  $Al_2O_3$  при высокой температуре. При производстве AlON остаточную пористость необходимо свести к минимуму. Этого можно достигнуть за счет использования спекающих добавок  $Y_2O_3$  и MgO.

В работе применяли порошки:  $Al_2O_3$  Almatis 3000 (Германия), с содержанием оксида алюминия 99,7 %; AlN марки СВС-И (Россия), с содержанием нитрида алюминия 97,7 %;  $Y_2O_3$  (производства Германии, Н.С. Starck g C); MgO (Россия), с содержанием оксида магния 98 %. Фазовый состав исходных порошков и продуктов проводился с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000 (Япония), для расшифровки использовали базу данных ICDD PDF-2. Согласно полученным данным, используемый порошок  $Al_2O_3$  представлен единственной фазой  $Al_2O_3$  (PDF 000-11-0661), порошок нитрида алюминия сложен фазой AlN (PDF 000-08-0262).

Площадь удельной поверхности порошка определяли методом низкотемпературной адсорбции азота на установке Nova 2200-e Quantachrome (США). По полученным данным порошок  $Al_2O_3$  имеет удельную поверхность  $4,8 \text{ м}^2/\text{г}$ , средний диаметр частиц 2,3 мкм. Для порошка нитрида алюминия удельная поверхность составила  $1,55 \text{ м}^2/\text{г}$ , средний размер частиц – 3,1 мкм.

На рисунке 1 представлены данные электронной микроскопии исходных порошков, выполненные на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6000. На микрофотографиях видно, что частицы порошка нитрида алюминия имеют округлую форму и близкий размер. При этом встречаются конгломераты размером не более 5 мкм, сложенные более мелкими частицами, средний размер которых не превышает 0,5 мкм. Порошок оксида алюминия также сложен частицами округлой формы размером не более 5 мкм.

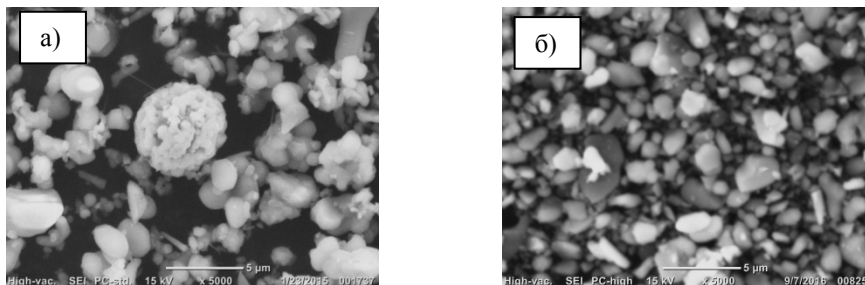


Рисунок 1 - Микрофотографии исходных порошков: а) AlN, б)  $Al_2O_3$

Для получения оксинитрида алюминия заданного состава  $\gamma$ -AlON рассчитывали соотношение исходных компонентов согласно фазовой диаграмме AlN- $Al_2O_3$  (состав Б) [1].

В качестве спекающих добавок в данной работе использовали MgO (составы М-1 и М-2) и  $Y_2O_3$  (И-1, И-2) вводили сверх 100 % в количестве 0,1 и 0,2 мас. %.

С целью равномерного распределения добавок и получения однородной смеси исходных компонентов необходимые навески порошков смешивали в планетарной мельнице по мокрому способу. В качестве инертной среды смешения использовали изопропиловый спирт. Смесь перемешивали в течение 10 мин. со скоростью 350 оборотов в минуту. Для удаления среды смешения приготовленную суспензию высушивали при температуре 60 °С. Для обеспечения более полного контакта между частицами формовали образцы в виде дисков диаметром 30 мм и высотой 3 – 4 мм. Спекание проводили в токе азота при температурах 1850 и 1900°С с выдержкой при максимальной температуре в течение 6 часов.

Фазовый состав обожженных образцов оценивали с помощью рентгенофазового анализа. Основными фазами во всех образцах со спекающими добавками (рис. 2) являются: оксинитрид алюминия ( $\gamma$ -AlON, PDF 010-80-2171), нитрид алюминия (AlN, PDF 000-08-0262) и углерод (C, PDF 000-23-0064). Присутствие углерода объясняется особенностями обжига, проводимого в графитовых тиглях.

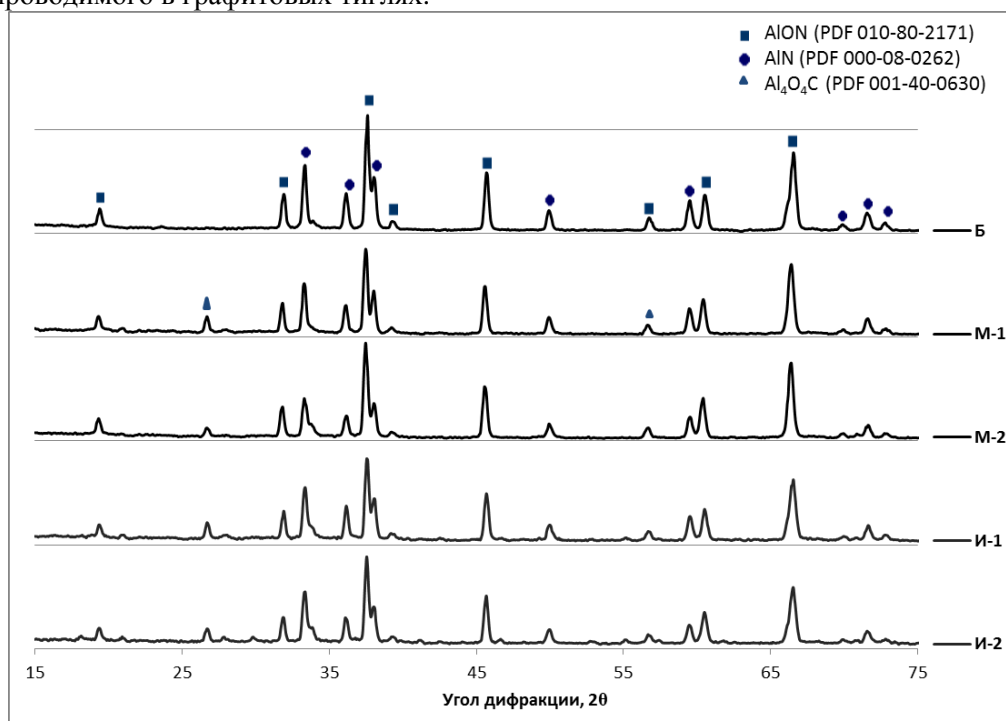


Рисунок 2 - Дифрактограммы образцов, обожженных при температуре 1850°С

Количество образующегося  $\gamma$ -AlON оценивали по интенсивности основных пиков. Установлено, что введение любых спекающих добавок, не зависимо от их химического состава, приводит к снижению количества образующегося  $\gamma$ -AlON. Данный эффект обусловлен образованием фазы оксикарида алюминия, на образование которого расходуется оксид алюминия. При этом повышение температуры обжига и количества вводимых добавок способствует увеличению количества оксинитрида алюминия.

#### Список литературы

1. McCauley J. W. and Corbin N. D., Phase relations and reaction sintering of transparent cubic aluminum oxynitride spinel (ALON). J. Am. Ceram. Soc., 62, 476–479. 1979.
2. Feng Chen, Fang Zhang\*, Jun Wang, Hailong Zhang, Run Tian, Zhao Zhang, Shiwei Wang. Hot isostatic pressing of transparent AlON ceramics with  $Y_2O_3/La_2O_3$  additives. Journal of Alloys and Compounds. 650. 753 – 757. 2015.