

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 666.3-12

DOI: 10.17223/00213411/65/5/128

ЭЛЕКТРОДУГОВОЙ ПЛАЗМОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ФАЗЫ β -SiAlON

Г.Г. Волокитин, В.В. Шеховцов, А.А. Клопотов, О.Г. Волокитин, К.А. Безухов

*Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск, Россия***Ключевые слова:** *сиалон, электродуговой плазмохимический синтез, структурно-фазовые исследования.*

На основе твердых растворов двойных, тройных и четверных однофазных оксинитридов кремния совместно с алюминием возможно производить синтез фазы SiAlON [1]. Существуют две кристаллографические структуры на основе SiAlON: α -SiAlON и β -SiAlON. Состав β -SiAlON описывается формулой $\text{Si}_{6-x}\text{Al}_x\text{O}_x\text{N}_{8-x}$ ($1 \leq x \leq 4.2$). При вариации коэффициента $x = 1-4.2$ в основной формуле сиалоновых фаз получают изделия с высокотемпературной прочностью (до 2300 °С) и коэффициентом теплопроводности (≥ 100 Вт/(м·град)) [2]. Для реализации синтеза фазы SiAlON необходимо создать высокотемпературную среду не менее 1800 °С. На сегодняшний день известны методы синтеза SiAlON: карботермический синтез [3], искровое плазменное спекание [4], самораспространяющийся высокотемпературный синтез (CBC) [5] и др. [6, 7]. Разнообразие методов синтеза фазы SiAlON свидетельствует об отсутствии конечной технологии, удовлетворяющей всем физико-химическим аспектам при синтезе сиалонсодержащих фаз.

Целью настоящей работы является рассмотрение возможности применения метода электродугового плазмохимического синтеза (ЭПХС) для получения фазы SiAlON в составе керамической матрицы.

В экспериментальной работе для синтеза фазы SiAlON использовались следующие исходные компоненты: основообразующие – нитрид кремния β - Si_3N_4 , нитрид алюминия AlN; вспомогательные – раствор мочевины H_2NCoNH_2 , водный раствор жидкого стекла Na_2SiO_3 . Отметим, что раствор H_2NCoNH_2 служит для увеличения процесса азотирования при ЭПХС.

На основе выбранных компонентов изготавливались брикеты размером 45×45×15 мм методом полусухого прессования (давление прессования 20 МПа), где в качестве связующего элемента исходных компонентов использовался 8%-й водный раствор жидкого стекла Na_2SiO_3 . Изготовленные брикеты отжигались при температуре 400 °С в течение 30 мин в муфельной печи для осуществления процесса схватывания образца и удаления влаги. Синтез фазы SiAlON проводился в экспериментальном реакторе [8–10]. В состав реактора входит: водоохлаждаемый корпус; электродуговой плазмотрон с вынесенным разрядом ВПР-410 (диаметр сопла 5 мм); система подачи плазмообразующего газа; газоанализатор Тест-1. На первом этапе работы производится закачка азота в рабочую зону реактора, контроль газовой среды осуществляется газоанализатором Тест-1. Затем производится запуск плазмотрона, режим которого соответствует следующим параметрам: сила тока 220 А, напряжение 120 В, расход плазмообразующего газа 0.7 г/с, время воздействия 1.5 мин.

По результатам экспериментальных исследований получен плотный малопористый спек.

Для верификации полученных результатов и проведения анализа структурно-фазовых изменений, протекающих при высокотемпературном синтезе, в работе сопоставлены результаты полученной фазы SiAlON состава Si_5AlON_7 методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [11].

На рис. 1, а представлены результаты рентгенофазового анализа (РФА) (дифрактометр XRD-6000 на CuK_α -излучении с программным обеспечением POWDERCELL 2.4 и базой данных PDF 4+) образцов, синтезированных методом CBC (1) и ЭПХС (2).

На основе качественного анализа установлено, что основной фазой является β -SiAlON состава Si_5AlON_7 ($\text{Si}_{6-x}\text{Al}_x\text{O}_x\text{N}_{8-x}$ с $x = 1$) с гексагональной сингонией (символ Пирсона $hP14$, пространственная группа $P6_3/m$). Отметим, что на дифрактограмме (рис. 1, а, 2), кроме кристаллических фаз, присутствует диффузное гало в области малых углов ($2\theta = 20-30^\circ$), что типично при формировании аморфной фазы с образованием связей Si–O–Si. Кроме того, на дифрактограммах обнаружены дополнительные рефлексы ($2\theta = 34^\circ, 44^\circ, 55^\circ, 78^\circ, 82-85^\circ$), которые не были проиндексированы. Дополнительные линии на дифрактограмме относятся к другим модификациям фазы SiAlON, которые образовались при высоких температурах, значительно превышающих 2000 °С. Это предположение основано на том, что фазовый переход между двумя типами SiAlON удовлетворяет условиям: $\alpha\text{-SiAlON} + \text{O}_2 \rightarrow \beta\text{-SiAlON}$ и $\beta\text{-SiAlON} + \text{N}_2 \rightarrow \alpha\text{-SiAlON}$. Повышенная концентрация не проиндексированных рефлексов в синтезированной фазе SiAlON методом

Уважаемые читатели!

Доступ к полнотекстовой версии журнала
«Известия высших учебных заведений. Физика»
осуществляется на платформе
Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU
на платной основе:

<https://elibrary.ru/contents.asp?titleid=7725>