

ПОЛУЧЕНИЕ КЕРАМИК НА ОСНОВЕ ОКСИНИТРИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Дрожилкин П.Д.¹, Андреев П.В.¹, Алексеева Л.С.¹, Болдин М.С.¹,
Мурашов А.А.¹, Щербак Г.В.¹

¹ ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Нижегородский государствен-
ный университет им. Н.И. Лобачевского», г. Нижний Новгород, Россия
E-mail: pddrozhilkin@yandex.ru

PREPARATION OF SILICON OXYNITRIDE-BASED CERAMICS BY SPARK PLASMA SINTERING

Drozhilkin P.D.¹, Andreev P.V.¹, Alekseeva L.S.¹, Boldin M.S.¹, Murashov A.A.¹,
Sherbak G.V.¹

¹ Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, Russia

Production of ceramics based on silicon oxynitride by spark plasma sintering of silicon nitride nano powder with yttria and alumina additive is considered.

Ранее из порошковой композиции на основе нанопорошка Si_3N_4 и прекурсора спекающей добавки, синтезированной методом распылительной сушки и последующего отжига в атмосфере воздуха, нами была получена керамика состава $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ (оксинитрид кремния) [2]. Причиной образования $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$, предположительно, является взаимодействие наночастиц Si_3N_4 с кислородом в процессе атмосферного отжига при 1000°C , что обеспечивает условия роста фазы оксинитрида. Не исключено образование твердого раствора замещения – О'-сиалона, изоструктурного $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ [3].

В настоящей работе рассматривается получение методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) керамического $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ из порошковой композиции на основе Si_3N_4 (99.5%, средний размер частиц 15 нм) со спекающей добавкой состава $\text{Y}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3$ в количестве не более 5% масс, в различных стехиометрических соотношениях: 3:5 (образец 1), 1:2 (образец 2), 1:1 (образец 3), что соответствует фазам $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, YAlO_3 , $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$. Добавка вносилась в порошок Si_3N_4 методом соосаждения из геля в присутствии лимонной кислоты.

Спекание осуществлялось на установке Dr. Sinter model SPS-625 с приложением давления 70 МПа, скорость нагрева составляла $50^\circ\text{C}/\text{мин}$. до окончания усадки (образец при достижении температуры окончания усадки не выдерживался). Температура окончания усадки составляла $1640-1770^\circ\text{C}$. Относительная плотность образцов 1-3 соответственно составила 94.8%, 95.5% и 96.4%.

На рис. 1 показано, что процесс уплотнения для всех образцов качественно идентичен. Для всех образцов характерен скачок усадки при температурах около 1160 , 1230 и 1340°C для образцов 1, 2 и 3 соответственно. Предположительно, этот скачок связан с образованием оксинитрида кремния. Начало интенсивной

усадки наблюдается при ~ 1200 , 1240 и 1350°C , а окончание – при 1755 , 1730 и 1610°C для образцов 1-3 соответственно.

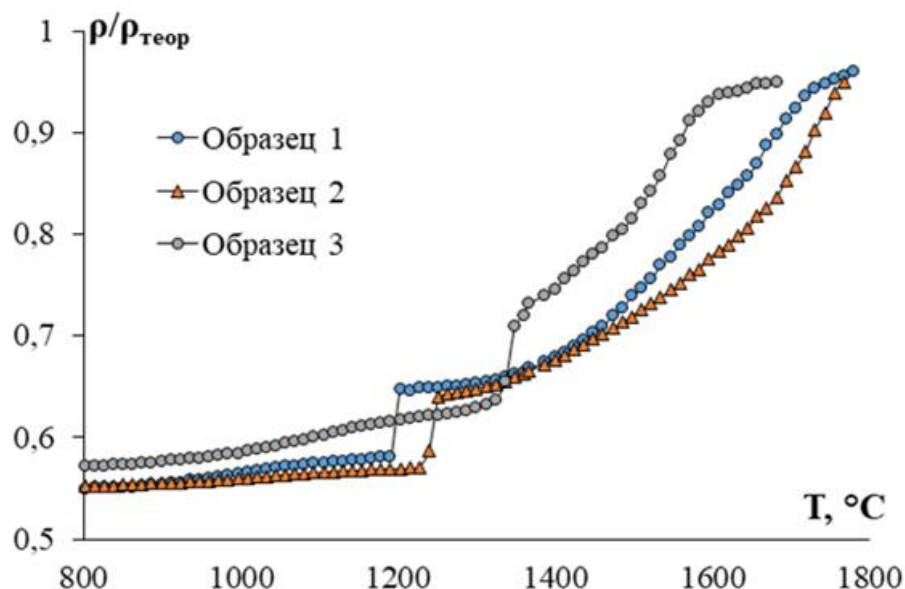


Рис. 1. Зависимости уплотнения образцов от температуры нагрева в процессе ЭИПС

Для полученных образцов керамики исследовался фазовый состав методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 ($\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Также была исследована микроструктура методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе JEOL JSM-6490.

По данным РФА и РЭМ установлено, что в полученных керамиках превалирует фаза $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$, а также присутствует небольшое количество $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ (около 5% масс). Средний размер кристаллитов, оценённый по данным РФА и РЭМ, составляет около $0,7 \text{ мкм}$. Фаз с содержанием Y и Al обнаружено не было. Предполагается, что спекающая добавка, содержащая $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$, присутствует в виде аморфной фазы, распределенной между кристаллическими зёрнами $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Совета по грантам Президента РФ для молодых российских ученых №МК-4584.2021.1.3.

1. Riley F.L. J. Am. Ceram. Soc., V.83(2), pp. 245-265 (2000)
2. Andreev P., Rostokina E., Alekseeva L. et al. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng., pp. 1-4 (2021)
3. Trigg M.B., Jack K.H. Journal of Materials Science, pp. 481-487 (1988).