УЛК 666.3-136621.762.34621.762.52

# ПОЛУЧЕНИЕ КЕРАМИКИ $Si_3N_4$ С ДОБАВКОЙ 3 МАС. % $Y_2O_3$ — $Al_2O_3$ (2 : 1, 1 : 1, 3 : 5) ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНЫМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ

© 2023 г. П. В. Андреев<sup>1, 2, \*</sup>, П. Д. Дрожилкин<sup>2</sup>, Л. С. Алексеева<sup>2</sup>, К. Е. Сметанина<sup>2</sup>, Е. Е. Ростокина<sup>1</sup>, С. С. Балабанов<sup>1</sup>, М. С. Болдин<sup>2</sup>, А. А. Мурашов<sup>2</sup>, Г. В. Щербак<sup>2</sup>

Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук, Бокс-75, ул. Тропинина, 49, Нижний Новгород, 603137 Россия
 <sup>2</sup>Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина, 23, Нижний Новгород, 603022 Россия

 \*e-mail: andreev@phys.unn.ru
 Поступила в редакцию 01.12.2022 г.
 После доработки 29.08.2023 г.
 Принята к публикации 30.08.2023 г.

Методами Печини и распылительной сушки были изготовлены порошковые смеси на основе  $\alpha$ -Si $_3$ N $_4$  с 3 мас. % спекающей добавки состава  $Y_2O_3$ —Al $_2O_3$  в стехиометрии 2:1,1:1 и 3:5. Изучены четыре образца керамики, изготовленных методом электроимпульсного плазменного спекания порошковых смесей. Спекание проводилось до температуры окончания усадки порошковых смесей со скоростью нагрева  $50^{\circ}$ С/мин и при нагрузке 70 МПа. Проведен анализ усадки порошковых смесей в процессе спекания, рассчитана энергия активация спекания, измерены плотность, микротвердость и трещиностойкость (вязкость разрушения) образцов керамики. Наибольшая твердость  $H_V = 16.5$  ГПа при трещиностойкости  $K_{Ic} = 3.8$  МПа м $^{1/2}$  была достигнута для образца с мольным соотношением оксидов  $Y_2O_3: Al_2O_3 = 3:5$ , спеченного при  $1860^{\circ}$ С, уплотнение образца при этом составило 99.0%. Шихта для данного образца была синтезирована методом распылительной сушки.

**Ключевые слова:** нитрид кремния, керамика, электроимпульсное плазменное спекание, порошковая смесь, твердость, трещиностойкость

**DOI:** 10.31857/S0002337X2308002X, **EDN:** BFNMEE

#### **ВВЕДЕНИЕ**

Керамика на основе нитрида кремния ( $Si_3N_4$ ) характеризуется сочетанием высокой прочности, твердости, износостойкости, коррозийной стойкости и тугоплавкости. Эти свойства также сохраняются при высоких температурах и в агрессивных внешних условиях. Это делает керамику на основе  $Si_3N_4$  одним из перспективных конструкционных материалов [1]. В настоящее время керамические изделия из  $Si_3N_4$  используются в роли критических узлов сложных механизмов во многих отраслях тяжелой промышленности, в нефтехимической промышленности, в энергетическом машиностроении и др. [2].

Ковалентная природа связей в  $Si_3N_4$  является причиной низкой интенсивности протекания диффузионно-контролируемых процессов при спекании (реорганизация, растворение—осаждение—кристаллизация, коалесценция). По этой причине керамика на основе  $Si_3N_4$  традиционно изго-

тавливается в виде композита со спекающей добавкой, облегчающей процесс компактирования [1]. При нагреве спекающая добавка образует на границах зерен  $Si_3N_4$  тонкие слои жидкой фазы, способствующей ускорению диффузионных процессов и уплотнению материала. Особенностью керамики на основе нитрида кремния является растворение исходного порошка, состоящего преимущественно из фазы  $\alpha$ - $Si_3N_4$ , в расплаве спекающей добавки с дальнейшей кристаллизацией в более стабильной и плотной фазе —  $\beta$ - $Si_3N_4$ . Зерна фазы  $\beta$ - $Si_3N_4$  в керамике, как правило, имеют форму игл, что положительно сказывается на механических свойствах.

К настоящему времени в технологиях изготовления керамики особый интерес представляют методы скоростного спекания, например, электроимпульсное (искровое) плазменное спекание (ЭИПС). Это связано с возможностью сокращения времени спекания и сохранения в спеченных образцах размера зерен, близкого к размеру ча-

стиц исходного порошка. В последние годы возрастает интерес исследователей к изучению возможностей метода ЭИПС для спекания керамики на основе  $Si_3N_4$  [3, 4].

Также повышаются требования к шихте как фактору, определяющему однородность и физико-механические свойства образцов керамики. Помимо традиционных методов помола и смешения для подготовки шихтовых смесей, возрастает популярность методов "мокрой" химии, обеспечивающих более высокую однородность смешивания [5—7]. При этом остается актуальной задача поиска оптимального состава спекающей добавки с целью получение плотной керамики на основе  $Si_3N_4$  с улучшенными физико-механическими свойствами [8, 9].

Результаты недавних исследований продемонстрировали, что методы "мокрой" химии в сочетании с ЭИПС позволяют получать образцы керамики с плотной и однородной микроструктурой, в т.ч. с небольшим количеством спекающей добавки (вплоть до 3 мас. %) при обеспечении достаточной равномерности ее распределения в шихте [10, 11].

Цель работы заключалась в проведении синтеза шихтовых смесей на основе  $Si_3N_4$  с 3 мас. % спекающей добавки состава  $Y_2O_3$ — $Al_2O_3$  и получении из нее образцов керамики методом ЭИПС, а также исследовании их механических свойств.

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Объектами исследования являлись порошковые смеси на основе промышленного порошка  $Si_3N_4$  с добавкой  $Y_2O_3$  и  $Al_2O_3$  в количестве 3 мас. % в стехиометрических соотношениях, соответствующих иттрий-алюминиевому перовскиту  $YAlO_3$  (YAP), иттрий-алюминиевому оксиду в моноклинной модификации  $Y_4Al_2O_9$  (YAM) и иттрий-алюминиевому гранату  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG). В качестве исходного материала использовался порошок  $Si_3N_4$  (производитель ABCR Gmbh, Германия) с размером частиц <5 мкм и содержанием не менее 90 мас. %  $\alpha$ - $Si_3N_4$ . Синтез порошковых смесей проводился методами "мокрой" химии [7].

Порошковая смесь I-G была изготовлена методом распылительной сушки с использованием смеси золей  $Al_5(NO_3)_3(OH)_{12}$  и  $Y(OH)_2(CH_3COO)$  с порошком  $Si_3N_4$ . Золь  $Al_5(NO_3)_3(OH)_{12}$  получали растворением в азотной кислоте предварительно гидролизованного изопропилата алюминия. Золь  $Y(OH)_2(CH_3COO)$  получали диспергированием в уксусной кислоте нанопорошка оксида иттрия,

полученного самораспространяющимся высокотемпературным синтезом. Водная суспензия содержала 52.5 мас. % в пересчете на твердую фазу  $\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$  и YAG. Для стабилизации дополнительно вводили 1.5 мас. % полиакрилата аммония. После перемешивания в планетарной мельнице Pulverisette 6 шарами из оксида иттрия суспензия была высушена методом распылительной сушки при температуре 150°C.

Три порошковых смеси были изготовлены методом Печини с добавлением лимонной кислоты (II). K смеси растворов нитратов иттрия  $(Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O_3)$ "х. ч.") и алюминия (Al( $NO_3$ ) $_3$ ·9 $H_2O$ , "ч."), взятых в стехиометрических соотношениях, соответствующих соединениям YAG (для смеси II-G), YAP (II-P) и YAM (II-M), добавляли раствор лимонной кислоты ( $C_6H_8O_7$ : $H_2O$ , "х. ч.") и перемешивали при 80°С. Количество лимонной кислоты выбиралось равным суммарному количеству нитрат-ионов. К полученной смеси добавляли 97 мас. % порошка  $Si_3N_4$  (в пересчете на состав  $Si_3N_4$ - $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ ) и высушивали при постоянном перемешивании при температуре 120°C до состояния густого геля. Полученный гель отжигали при температуре 300°C в течение 1 ч.

Образцы керамики получали методом ЭИПС на установке Dr. Sinter model SPS-625 в вакууме. Порошковые смеси помещали в графитовую прессформу с внутренним диаметром 10.8 мм и нагревали за счет пропускания миллисекундных импульсов электрического тока (до 3 кА). ЭИПС проводили при механической нагрузке 70 МПа до окончания процесса усадки порошковых смесей. Нагрузка к пресс-форме прикладывалась одновременно с началом нагрева. Скорость нагрева составляла 50°С/мин. Изотермическая выдержка при температуре спекания не применялась. Температуру в процессе спекания измеряли оптическим пирометром, сфокусированным на поверхности пресс-формы. Охлаждение образцов проводилось в свободном режиме. Для удаления с поверхности образцов остатков графитовой фольги их отжигали в воздушной печи ЭКПС-10 при температуре 750°С (2 ч).

В процессе ЭИПС с помощью дилатометра установки Dr. Sinter model SPS-625 фиксировалась зависимость усадки порошков от температуры нагрева L(t), которая пересчитывалась в температурную зависимость уплотнения  $\rho/\rho_h(t)$  в соответствии с процедурой, описанной в работе [12].

Плотность полученных образцов керамики (р) измеряли методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде на весах Sartorius CPA 225D. Теоретическая плотность композитов

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>— $Y_x$ Al<sub>y</sub>O<sub>z</sub> оценивалась с учетом содержания в системе 3 мас. %  $Y_3$ Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, YAlO<sub>3</sub> и  $Y_4$ Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> с использованием теоретических значений плотностей, полученных из банка данных PDF-2. При расчете теоретической плотности ( $\rho_{th}$ ) образцов плотность Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> принималась равной 3.190 г/см<sup>3</sup> (PDF № 01-071-6479, ICSD № 16752), YAlO<sub>3</sub> — 5.351 г/см<sup>3</sup> (PDF № 00-033-0041), Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> — 4.525 г/см<sup>3</sup> (PDF № 00-033-0040). Таким образом, теоретические плотности принимались равными 3.219, 3.218 и 3.229 г/см<sup>3</sup> для образцов I-G и II-G, II-P и II-M соответственно.

Для последующих исследований поверхность образцов подвергалась шлифовке алмазными дисками на станке Struers Secotom-10.

Рентгенофазовый анализ (**РФA**) образцов проводили на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 (излучение  $CuK_{\alpha}$ ,  $\lambda=1.54$  Å). Качественный фазовый анализ проводился с использованием банка данных ICDD PDF-2 (2012). Микроструктуру образцов изучали с использованием растровых электронных микроскопов (**РЭМ**) JEOL JSM-6490 и TESCAN Vega 2.

Твердость по Виккерсу ( $H_V$ ) определяли с помощью микротвердомера Qness 60A+ при нагрузке 20 Н. Минимальный коэффициент трещиностойкости ( $K_{\rm Ic}$ ) определяли методом Палмквиста на основе измерения максимальных длин трещин от углов отпечатка индентора. При расчетах использовался модуль Юнга, равный 300 ГПа для  ${\rm Si}_3{\rm N}_4$ :

$$K_{\rm Ic} = 0.016 P \sqrt{\frac{E}{c^3 H_V}},$$
 (1)

где c — длина трещины (м), E — модуль Юнга (ГПа),  $H_V$  — микротвердость по Виккерсу (ГПа), P — нагрузка (Н).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В табл. 1 приведена информация о составах и методах синтеза порошковых смесей на основе  $\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$ .

Результаты исследований с использованием РЭМ свидетельствуют о высокой степени однородности порошковых смесей и об отсутствии крупных агломератов спекающей добавки (рис. 1).

Дифрактограммы порошковых смесей незначительно отличаются от дифрактограммы исходного порошка  $Si_3N_4$ : в образцах присутствуют кристаллические фазы  $\alpha$ - $Si_3N_4$  и  $\beta$ - $Si_3N_4$ . Дифракционные рефлексы, соответствующие оксидным фазам,

Таблица 1. Состав порошковых смесей

Образец	Соотношение $Al_2O_3$ : $Y_2O_3$ в спекающей добавке		
I-G	5:3		
II-G	3.3		
II-P	1:1		
II-M	1:2		

Примечание. Доля спекающей добавки в шихте 3 мас. %.

отсутствуют, что позволяет сделать вывод об их аморфном строении. Содержание кристаллической фазы  $\beta$ -Si $_3$ N $_4$  во всех порошковых смесях составляет  $10\pm1$  мас. %.

Кривые усадки и скорости усадки, а также зависимости уплотнения от температуры для всех образцов приведены на рис. 2. Кривые усадки и скорости усадки, приведенные на рис. 2а, демонстрируют схожую кинетику спекания для всех образцов. Большие абсолютные значения усадки и скорости усадки для образцов II-М и II-Р связаны с большим объемом засыпки. Для всех образцов характерная температура начала интенсивной усадки составляет около 1500°С. При температуре около 1700°C скорость усадки начинает снижаться, однако не достигает нулевых значений. При температурах 1730—1880°С усадка и скорость усадки вновь начинают резко расти, что, по нашему мнению, соответствует началу разложения  $Si_3N_4$  [11]. Исходя из этого предположения за температуру спекания (окончания усадки) принимались точки минимума скорости усадки (отмечены черными треугольниками на рис. 2а). Измеренные значения относительной плотности свидетельствуют о том, что образцы I-G и II-G, температура спекания которых превысила 1910°C, уплотняются до 99% теоретической плотности, а II-Р и II-М имеют температуру спекания 1760-1820°C и относительную плотность около 89 и 95% соответственно (рис. 26).

Результаты РФА образцов свидетельствуют о том, что они на 100% состоят из фазы  $\beta$ -Si $_3$ N $_4$  (PDF 01-071-0623) (см. рис. 3), т.е. о завершившемся фазовом превращении  $\alpha \to \beta$ .

На рис. 4 представлены снимки РЭМ образцов керамики. На полированной поверхности образцов II-Р и II-М заметны поры размером более 1 мкм.

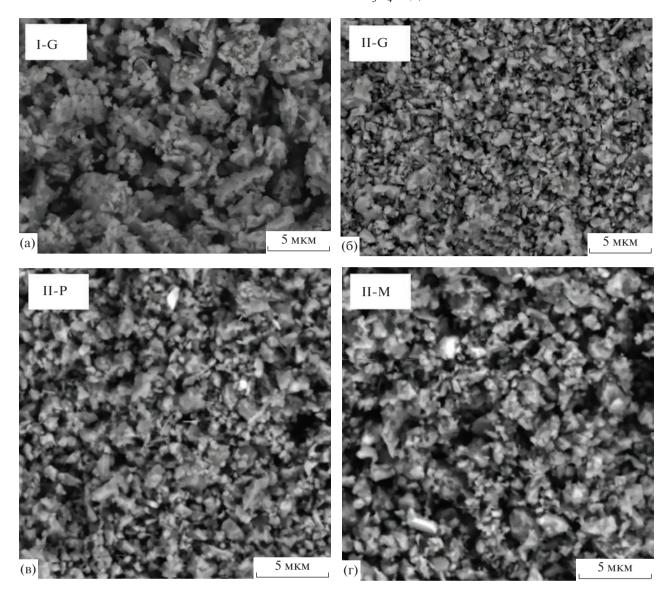


Рис. 1. РЭМ-изображения исходных порошковых шихт.

Образец II-G, несмотря на высокое измеренное значение плотности, имеет достаточно заметные поры размером менее 1 мкм в тройных стыках границ зерен. Из рассмотренных образцов только I-G не имеет видимых пор. При этом на границах зерен, особенно в тройных стыках, распределяется стеклообразная (согласно результатам фазового анализа) фаза спекающей добавки. На снимках образцов I-G и II-G ярко выражена неравноосность зерен  $Si_3N_4$ , что характерно для  $\beta$ - $Si_3N_4$ .

Температура спекания, значения абсолютной и относительной плотности образцов, а также результаты их механических испытаний приведены в табл. 2.

Результаты измерения механических свойств демонстрируют корреляцию между плотностью и твердостью образцов. Образцы I-G и II-G, обладающие меньшей пористостью, закономерно проявляют сравнимые величины твердости. Трещиностой-кость образца I-G заметно выше, чем остальных.

Ранее на основе анализа кинетики спекания шихт на основе  $\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$  с 8.5 мас. % оксидной спекающей добавки в стехиометрии YAG было показано, что процесс интенсивной усадки при ЭИПС контролируется вязким (пластическим) течением оксидной фазы [10].

Для анализа кинетики высокоскоростного спекания порошков на стадии интенсивной усадки (t > 1200 °C) система рассматривалась в рамках

Таблица 2. Результаты механических испытаний керамических образцов

Образец	t <sub>s</sub> , °C	ρ, г/см <sup>3</sup>	$ ho/ ho_{th},\%$	$K_{\mathrm{I}c}$ , МПа м $^{1/2}$	$H_{V}$ , ГПа
I-G	1880	$3.18 \pm 0.02$	$98.9 \pm 0.4$	$5.1\pm0.4$	$15.6 \pm 0.3$
II-G	1860	$3.19 \pm 0.01$	$99.0 \pm 0.4$	$3.8 \pm 0.4$	$16.5 \pm 0.5$
II-P	1730	$2.87 \pm 0.02$	$88.9 \pm 0.4$	$3.7 \pm 0.3$	$9.6\pm0.6$
II-M	1780	$3.04 \pm 0.02$	$94.5 \pm 0.4$	$3.5\pm0.3$	$13.2 \pm 0.5$

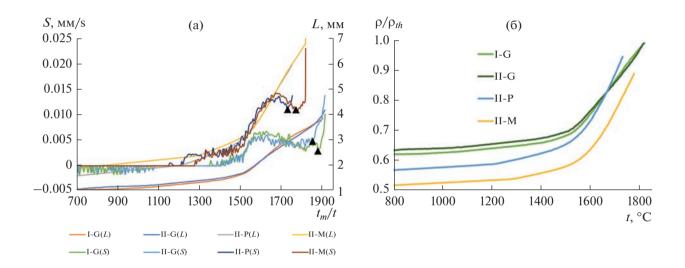
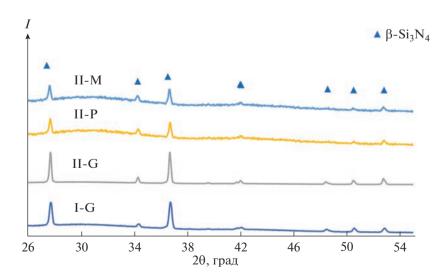


Рис. 2. Графики спекания (а) и уплотнения (б) образцов I-G, II-G, II-P, II-M.



**Рис. 3.** Рентгеновские дифрактограммы образцов I-G, II-G, II-P, II-M.

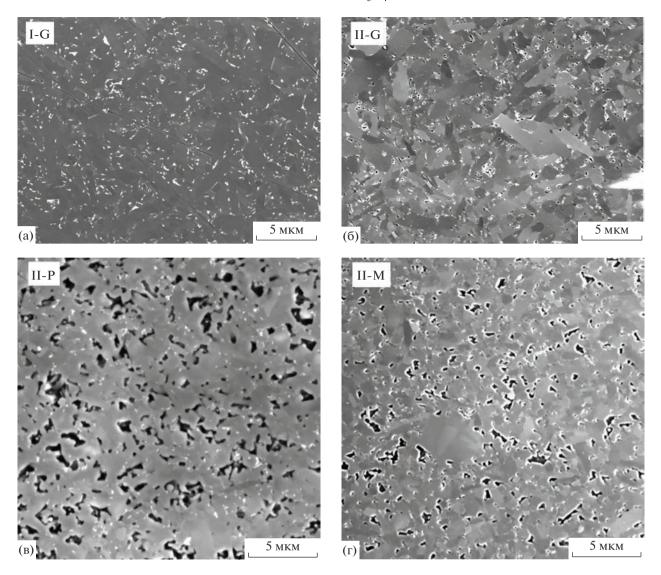


Рис. 4. РЭМ-изображения керамических образцов.

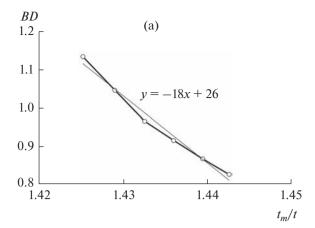
модели диффузионного растворения пор. В этом случае величина энергии активации ЭИПС  $Q_{S_2}$  может быть определена по углу наклона зависимости вида [12]:

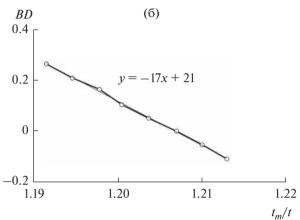
$$BD \equiv \left( \ln \left( \ln \left( \alpha \frac{\rho}{(\rho - 1)} \right) \right) = f\left( \frac{t_m}{t} \right), \tag{2}$$

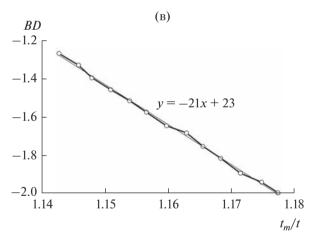
где  $\alpha = 0.5$  — коэффициент уплотнения прессовки,  $\rho$  — относительная плотность,  $t_m$  — температура плавления, принимаемая (в зависимости от состава образца) равной температуре плавления YAG, YAM или YAP — 1930, 2020 или 1900°C соответственно.

Зависимости (2) для расчета энергии активации в рамках модели растворения пор для образцов II-G, II-P и II-М представлены на рис. 5.

Анализ полученных результатов показывает, что эффективная энергия активации ЭИПС ( $mQ_{S_n}$ ) на стадии интенсивной усадки для образцов І-С и II-G составляет  $18 \pm 4kT_m$ , а для образцов II-Р и II-М —  $17 \pm 4kT_m$  и  $21 \pm 4kT_m$  соответственно (рис. 5). Несмотря на пересечение доверительных интервалов рассчитанных энергий активации спекания для образцов с добавками YAG, YAM и YAP, средние значения несколько различаются. О различии также свидетельствует явно более крутой вид кривой уплотнения (рис. 26) для образцов ІІ-М (YAM) и II-Р (YAР). Можно предположить, что вязкость расплавов в случае стехиометрии спекающей добавки, соответствующей ҮАМ и ҮАР, ниже, чем для YAG, что снижает энергию активации спекания. Количественные оценки предложить сложно, т.к. необходимо учитывать вклад окис-







**Рис. 5.** К анализу энергии активации спекания в рамках модели растворения пор на примере образцов II-G (a), II-P (б), II-M (в).

ленного слоя  $SiO_2$  на поверхности частиц  $Si_3N_4$  исходного порошка [13].

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами Печини и распылительной сушки получены порошковые смеси на основе нанесенной на поверхность частиц  $Si_3N_4$  спекающей до-

бавки состава  $Al_2O_3-Y_2O_3$  в количестве 3 мас. % (в пересчете на оксидную фазу). Соотношение ионов  $Y^{3+}$  и  $Al^{3+}$  выбрано из расчета существующих стехиометрических фаз иттрий-алюминиевого перовскита  $YAlO_3$ , иттрий-алюминиевого оксида в моноклинной модификации  $Y_4Al_2O_9$  и иттрий-алюминиевого граната  $Y_3Al_5O_{12}$ .

Методом ЭИПС получены образцы керамики, состоящие из кристаллических частиц  $\beta$ -Si $_3$ N $_4$ . Наибольшая твердость ( $H_V = 16.5 \pm 0.5$  ГПа) достигнута для образца, спеченного при температуре 1860°C, а наибольшая трещиностойкость ( $K_{\rm lc} = 5.1 \pm 0.4$  Мпа м $^{1/2}$ ) при твердости  $H_V = 15.6 \pm 0.3$  ГПа достигнута для образца, спеченного при температуре 1880°C. Порошковые смеси для данных образцов содержали 3 мас. % спекающей добавки в стехиометрии иттрий-алюминиевого граната ( $Y_3$ Al $_5$ O $_12$ ).

С использованием модели диффузионного растворения пор показано, что образцы, содержащие спекающую добавку, соответствующую  $YAlO_3$  и  $Y_4Al_2O_9$ , имеют меньшую энергию активации спекания, чем образцы, содержащие спекающую добавку в стехиометрии  $Y_3Al_5O_{12}$ .

## ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-60084.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Tatarkova M., Tatarko P., Sajgalik P.* Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics, Structure and Properties // Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses. 2021. V. 2. P. 109–118. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00021-7
- 2. *Klemm H*. Silicon Nitride for High-Temperature Applications // J. Am. Ceram. Soc. 2010. V. 93. № 6. P. 1501–1522. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03839.x
- Zamula M.V., Kolesnichenko V.G., Stepanenko A.V., Tyschenko N.I., Shyrokov O.V., Borodianska H.Yu., Ragulya A.V. Phase Transformations and Consolidation of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics Activated with Yttrium and Silicon Oxides in Spark Plasma Sintering // Powder Metall. Met. Ceram. 2022. V. 60. P. 672–684. https://doi.org/10.1007/s11106-022-00288-8
- 4. Yu J.-J., Sun S.-K., Wei W.-X., Guo W.-M., Plucknett K., Lin H.-T. Continuous and Symmetric Graded Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics Designed by Spark Plasma Sintering at 15 MPa // Ceram. Int. 2019. V. 45. № 13. P. 16703—16706. https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2019.05.148
- 5. *Ye C., Yue X., Zong H., Liao G., Ru H.* In-situ Synthesis of YAG@Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Powders with Enhanced Mechanical Properties // J. Alloys Compd. 2018. V. 731. P. 813–821. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.064

- Ceja-Cardenas L., Lemus-Ruiz J., Jaramillo-Vigueras D., de la Torre S.D. Spark Plasma Sintering of α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as Additives and Its Morphology Transformation // J. Alloys Compd. 2010. V. 501. № 2. P. 345–351. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.04.102
- 7. Андреев П.В., Алексеева Л.С., Ростокина Е.Е., Дрожилкин П.Д., Балабанов С.С., Мурашов А.А., Каразанов К.О. Синтез порошковых композитов на основе  $Si_3N_4$  для электроимпульсного плазменного спекания керамики // Неорган. материалы. 2022. Т. 58. № 10. С. 1134—1140. https://doi.org/10.31857/S0002337X22100013
- 8. Ким К.А., Лысенков А.С., Федоров С.В., Петракова Н.В., Фролова М.Г., Перевислов С.Н., Каргин Ю.Ф. Изучение влияния спекающей добавки CaO—Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (48:52 мас. %) на фазовый состав и свойства керамики на основе Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> // Неорган. материалы. 2022. Т. 58. № 8. С. 908—916. https://doi.org/10.1134/s0020168522080040
- 9. *Perevislov S.N.* Investigation of the Phase Composition and Analysis of the Properties of Sintered and Hot-Pressed Materials Based on Silicon Nitride // Refract. Ind. Ceram. 2022. V. 63. P. 66–73. https://doi.org/10.1007/S11148-022-00682-0

- 10. Андреев П.В., Дрожилкин П.Д., Ростокина Е.Е., Балабанов С.С., Алексеева Л.С., Болдин М.С., Мурашов А.А., Щербак Г.В., Гребенев В.В., Каразанов К.О. Изготовление керамических композитов на основе порошка нитрида кремния с осажденной спекающей добавкой // Перспективные материалы. 2022. № 8. С. 76—88. https://doi.org/10.30791/1028-978X-2022-8-76-88
- 11. Andreev P.V., Drozhilkin P.D., Alekseeva L.S., Smetanina K.E., Rostokina E.E., Balabanov S.S., Boldin M.S., Murashov A.A., Shcherbak G.V. Spark Plasma Sintering of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics with Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> − Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3−10 wt. %) as Sintering Additive // Coatings. 2023. № 13. P. 240. https://doi.org/10.3390/coatings13020240
- 12. Чувильдеев В.Н., Болдин М.С., Дятлова Я.Г., Румянцев В.И., Орданьян С.С. Сравнительное исследование горячего прессования и высокоскоростного электроимпульсного плазменного спекания порошков  $Al_2O_3/ZrO_2/Ti(C,N)$  // Журн. неорган. химии. 2015. Т. 60. № 8. С. 1088—1094. https://doi.org/10.7868/S0044457X1508005X
- Falk L.K.L. Microstructural Development during Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide Ceramics // J. Eur. Ceram. Soc. 1997. V. 17. P. 983–994. https://doi.org/10.1016/S0955-2219(96)00198-7