

## ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА β-СИАЛОНОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ NaF КАК СПЕКАЮЩЕЙ ДОБАВКИ

© 2023 г. Н. С. Ахмадуллина<sup>1</sup>, \*, В. П. Сиротинкин<sup>1</sup>, К. А. Ким<sup>1</sup>, А. С. Лысенков<sup>1</sup>,  
М. Г. Фролова<sup>1</sup>, С. В. Федоров<sup>1</sup>, Н. А. Овсянников<sup>1</sup>, С. Н. Ивичева<sup>1</sup>, Ю. Ф. Каргин<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук,  
Ленинский пр., 49, Москва, 119334 Россия

\*e-mail: nakhmadullina@mail.ru

Поступила в редакцию 16.05.2023 г.

После доработки 02.07.2023 г.

Принята к публикации 03.07.2023 г.

Изучено влияние фторида натрия как спекающей добавки для β-сиалонов на фазовый состав и физико-механические свойства  $\text{Si}_3\text{AlON}_7$  и  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$ . Показано, что двухстадийный высокотемпературный обжиг β-сиалонов в атмосфере азота с добавлением NaF не приводит к значимым изменениям в фазовом составе образцов. Плотность и микротвердость полученных с добавлением 0.5 и 5.0 мас. % NaF образцов оказываются ниже, чем для образцов без спекающих добавок, однако прочность на изгиб демонстрирует рост на величину до +14.3% для  $\text{Si}_3\text{AlON}_7$  при содержании NaF 0.5 мас. % и до +4.9% для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  при содержании NaF 5.0 мас. %.

**Ключевые слова:** сиалон, фторид натрия, спекающая добавка, плотность, микротвердость, прочность на изгиб

DOI: 10.31857/S0002337X23090014, EDN: XOQQKB

### ВВЕДЕНИЕ

Нитридные керамические материалы обладают высокой термической, химической и механической стабильностью, что определяет их применение в машиностроении, авиакосмической, химической и медицинской промышленности [1–5]. Оксонитриды кремния-алюминия ( $\text{SiAlON}$  – сиалоны) используются для изготовления деталей автомобильных двигателей, сильно нагруженных подшипников, лопаток газовых турбин и т. п. благодаря также и легкой компактируемости, спекаемости и простоте в обработке [1, 6–8]. В то же время, синтез сиалонов с заданным составом и свойствами является непростой задачей. Сиалоны представляют собой твердые растворы, образующиеся в результате замещения в  $\text{Si}_3\text{N}_4$  кремния и азота алюминием и кислородом в широком диапазоне концентраций [8]. Всего на сегодняшний день известно 6 типов сиалонов, включая α-, β-, O'-, X-, R- и H-SiAlON. α-SiAlON являются производными α- $\text{Si}_3\text{N}_4$ , они могут быть описаны общей формулой  $\text{M}_{m/z}\text{Si}_{12-m-n}\text{Al}_{m+n}\text{O}_n\text{N}_{16-n}$ , где M – металл с валентностью z [9, 10]. α-SiAlON сложны в получении, поскольку исходная структура α- $\text{Si}_3\text{N}_4$  неустойчива в типичных условиях синтеза и может быть стабилизирована только в присут-

ствии ионов M. O'-SiAlON изоструктурны оксонитриду кремния  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ , структура которого состоит из слоев, сформированных кольцами  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и объединенных связями Si–O–Si. В O'-SiAlON Al и O замещают часть атомов Si и N, поэтому общая формула имеет вид  $\text{Si}_{2-z}\text{Al}_z\text{N}_{2-z}\text{O}_{1+z}$  с  $z < 0.4$  [11]. X-SiAlON это соединение состава  $\text{Si}_{12}\text{Al}_{18}\text{O}_{39}\text{N}_8$  с узкой областью гомогенности [12, 13]. X-SiAlON имеет триклинную структуру, ячейка которой содержит (в идеальном случае) шесть фрагментов  $\text{Si}_3\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{N}_2$ . Кристаллическая структура в целом состоит из чередующихся цепей октаэдров и тетраэдров, связанных в слои. Слои в свою очередь упакованы параллельно друг другу и связаны сетью тетраэдров, некоторые элементы которой напоминают элементы ячеек  $\text{Si}_6\text{N}_8$  в структуре β- $\text{Si}_3\text{N}_4$ . R- и H-SiAlON представляют собой твердые растворы состава  $z\text{AlN}\cdot\text{SiO}_2$ . Растворы являются упорядоченными политапами со слоистой структурой, описываемыми символами Рамсделла 8H (z = 3), 15R (z = 4), 12H (z = 5), 21R (z = 6), 27R (z = 8) и 2H<sup>δ</sup> [6, 14–16].

β-SiAlON являются производными β- $\text{Si}_3\text{N}_4$  с общей формулой  $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ , z = 0–4.2 [9, 17–19]. β- $\text{Si}_3\text{N}_4$  является наиболее стабильной формой нитрида кремния, поэтому β-SiAlON могут быть полу-

чены высокотемпературным синтезом без ионов дополнительных металлов. Однако, как и в случае других сиалонов, сложность состоит в довольно низкой скорости диффузии, которая становится заметной только при температурах выше 1700°C, при которых уже может наблюдаться частичное разложение Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Поэтому в настоящее время активно ведется разработка подходов с использованием спекающих добавок, которые облегчают образование жидкой фазы и позволяют снизить температуру спекания под давлением или же без него [20]. Уплотнение и спекание Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и SiAlON различных типов может быть достигнуто за счет использования оксидных добавок, таких как Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, а также фторидов – в первую очередь MgF<sub>2</sub> и CaF<sub>2</sub> [21, 22], в то время как фториды щелочных металлов – NaF, LiF – чаще используются для синтеза α-SiAlON [23, 24]. Ранее нами были исследованы условия синтеза сиалонов с использованием в качестве исходных компонентов различных комбинаций соответствующих нитридов и оксидов кремния и алюминия, а также не содержащих нитридов исходных смешанных ксерогелей кремния-алюминия [25–36].

Еще одной актуальной проблемой, которая может быть решена путем использования оксидных и фторидных добавок, является получение прозрачной керамики на основе сиалонов. Для большинства прозрачных керамических материалов характерна кубическая структура, их прозрачность не зависит от толщины слоя. Сиалоны же имеют гексагональную структуру, обуславливающую двойное лучепреломление, и их оптические свойства заметно хуже, чем у керамики с кубической структурой. Однако оптические свойства можно существенно улучшить, добившись подходящего размера и структуры зерен, как было показано, например, для поликристаллического оксида алюминия [37]. Как показали проведенные исследования, фториды щелочных и щелочноземельных металлов могут быть эффективны в такого рода применениях [38].

Цель настоящей работы – исследование влияния фторида натрия NaF как спекающей добавки для β-SiAlON на состав и структуру Si<sub>5</sub>AlON<sub>7</sub> и Si<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>N<sub>6</sub>.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**Исходные вещества и материалы.** В качестве исходных веществ использовали порошки SiAlON производства ООО “Плазмотерм”. Согласно данным рентгенофазового анализа (РФА), порошки представляют собой β-SiAlON Si<sub>5</sub>AlON<sub>7</sub> (S1) и Si<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>N<sub>6</sub> (S2) с небольшой (не более 3 об. %) примесью X-SiAlON Si<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>O<sub>7</sub>N. Использовался фторид натрия NaF квалификации “х. ч.”. Ацетон

квалификации “х. ч.” использовался без дополнительной очистки.

**Обжиг сиалонов с добавлением NaF.** Смеси порошков сиалона и фторида натрия в заданных соотношениях перед обжигом предварительно гомогенизировали посредством интенсивного перетирания в агатовой ступке с ацетоном с последующей сушкой на воздухе при температуре 120°C в течение 30 мин. Гомогенизированную смесь прессовали и обжигали в токе азота под давлением 1 атм. Температуру поднимали со скоростью ~350°C/ч и выдерживали образец при 1450°C в течение 1 ч, после чего нагревали со скоростью около 70°C/ч до 1650°C и выдерживали в течение 2 ч, затем давали остыть естественным путем.

**Электронная микроскопия.** Изображения РЭМ были получены с помощью растровых электронных микроскопов (РЭМ) Carl Zeiss Sigma VP и Carl Zeiss LEO 430i, оснащенных приставками рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии.

**Рентгенофазовый анализ.** Фазовый состав исходных порошков и полученных керамических образцов устанавливали методом РФА на дифрактометре Ultima IV с высокоскоростным счетчиком D/teX в CuK<sub>α</sub>-злучении при 40 кВ и 30 мА.

**Определение плотности.** Плотность образцов определялась классическим гидростатическим взвешиванием. Образцы взвешивали в сухом состоянии (*m<sub>dry</sub>*), после чего подвергали кипячению в дистиллированной воде в течение 40 мин и взвешивали в воде (*m<sub>w</sub>*) и далее на воздухе (*m<sub>wet</sub>*). Плотность рассчитывали по формуле

$$\rho = \frac{m_{dry}}{m_{wet} - m_w}$$

**Микротвердость по Виккерсу** измеряли на приборе Micro-Hardness Tester 401/402 MVD при нагрузке 981 мН с выдержкой 10 с.

**Прочность на изгиб** определялась при трехточечном изгибе при помощи разрывной машины Instron 5581.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

**Характеристика исходных порошков SiAlON.** Характеристика порошков методами РФА и РЭМ в сочетании с рентгеновской энергодисперсионной спектроскопией была выполнена ранее [27]. Образцы S1 и S2 состоят из однородных частиц размером менее 2 мкм, представляющих собой агрегаты частиц меньшего размера. Составляющие элементы (Si, Al, O и N) равномерно распределены в объеме образцов, их содержание отвечает предполагаемым составам с учетом точности определения, а также избыточного содержания кислорода в поверхностном слое.

**Таблица 1.** Фазовый состав образцов  $\beta$ -сиалонов после высокотемпературного обжига

Образец	Основная фаза	Минорная фаза
S1blank	$\text{Si}_5\text{AlON}_7$	$\text{Si}_3\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{N}_2$
S1:0.5NaF	$\text{Si}_5\text{AlON}_7$	$\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_8\text{N}_9$
S1:5.0NaF	$\text{Si}_5\text{AlON}_7$	—
S2blank	$\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$	$\text{Si}_3\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{N}_2$
S2:0.5NaF	$\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$	$\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_8\text{N}_9$
S2:5.0NaF	$\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$	—

**Синтез и характеристика  $\beta$ -SiAlON:NaF.** Синтез  $\beta$ -SiAlON:NaF осуществляли путем высокотемпературного обжига смесей соответствующих  $\beta$ -SiAlON с фторидом натрия. Были приготовлены образцы  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  и  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  с содержанием фторида натрия 0.5 и 5.0 мас. % (образцы S1:xNaF и S2:xNaF), а также проведены обжиги обоих видов сиалонов без добавления NaF (образцы S1blank и S2blank).

Полученные образцы, согласно данным РФА, являются фактически однофазными (табл. 1, рис. 1), фазовый состав образцов после обжига соответствует исходным образцам независимо от содержания NaF. Вместо фазы X-SiAlON состава  $\text{Si}_2\text{Al}_3\text{O}_7\text{N}$ , содержащейся в исходных материалах, в образцах после обжига идентифицируется фаза того же структурного типа, однако несколько иного состава, который может быть описан как  $\text{Si}_3\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{N}_2$ . Наибольшее ее содержание наблюдается в образцах, обожженных без добавления фторида натрия. Кроме того, в образцах S1:0.5NaF и S2:0.5NaF обнаруживается фаза  $\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_8\text{N}_9$ , хотя и в незначительных количествах, в то время как образцы S1:5.0NaF и S2:5.0NaF представляют собой чистые  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  и  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  соответственно.

Следует упомянуть, что использовавшийся ранее подход к модификации  $\beta$ -SiAlON спекающей добавкой NaF с содержанием 0.5 и 2.0 мас. %, предусматривающий двухстадийный обжиг при  $900^\circ\text{C}$  на воздухе и затем при  $1650^\circ\text{C}$  в атмосфере азота, приводил к существенным изменениям в фазовом составе образцов [27]. Предложенный в данной работе

метод позволяет достичь той же степени уплотнения образцов при сохранении их однофазного состояния.

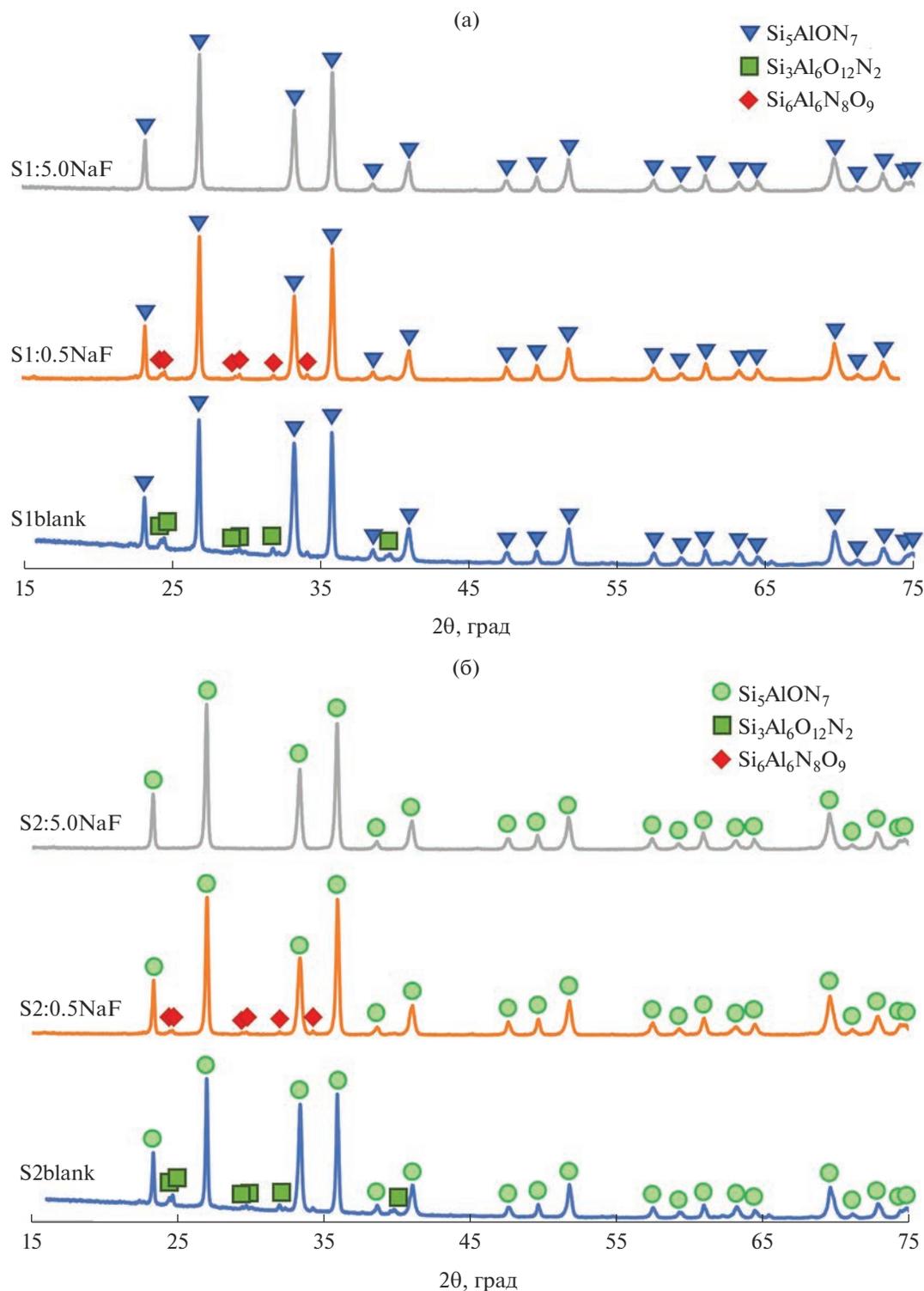
РЭМ-изображения образцов после обжига показывают консолидацию отдельных кристаллитов в компактный материал (рис. 2), однако процесс проходит не до конца, поскольку отдельные кристаллиты все еще могут быть идентифицированы на изображениях, а кроме того, наблюдается значительное количество пор. На микроуровне поверхность сохраняет свою шероховатость, но при этом является однородной (рис. 2а и 2г).

Выполненный при помощи рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (РЭДС) элементный анализ показывает наличие малых количеств натрия и фтора в составе образцов, поэтому их содержание не может быть правильно оценено. Для всех основных элементов (Si, Al, O, N) наблюдается равномерное распределение по всему объему образцов (рис. 3), а общий элементный состав отвечает ожидаемому с учетом погрешности определения содержания элементов, а также избытка кислорода в поверхностном слое вследствие контакта образца с воздухом (см. табл. 2). Содержание элементов было нормализовано исходя из того, что суммарное содержание Si, Al, O и N составляет 100%. Помимо перечисленных элементов, образцы содержат значительное количество поверхностного углерода, не входящего в общий состав образца.

**Физико-механические характеристики  $\beta$ -SiAlON:NaF.** Достижимая степень компактирования может быть оценена по плотности образцов, определяемой методом гидростатического взвешивания. Теоретические плотности для  $\beta$ -сиалонов составляют 3.160 ( $z = 1$ ), 3.118 ( $z = 2$ ) и 3.077 г/см<sup>3</sup> ( $z = 3$ ) [10]. В табл. 3 приведены значения плотности полученных образцов и их относительные отклонения от теоретических плотностей соответствующих сиалонов. Видно, что в случае  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  отклонение составляет 3.8% в случае обжига без спекающей добавки и возрастает до 4.7 и 5.4% при введении 0.5 и 5.0 мас. % NaF соответственно, т.е. добавка NaF приводит к снижению достигаемой плотности. Учитывая, что данные РЭМ показывают уплотнение материала на микроуровне, можно

**Таблица 2.** Элементный состав образцов  $\beta$ -SiAlON и  $\beta$ -SiAlON:NaF после высокотемпературного обжига по данным РЭДС

Образец	Si, ат. %	Al, ат. %	O, ат. %	N, ат. %	Si/Al
S1blank	35.1	5.6	9.5	49.8	6.3
S1:0.5NaF	32.2	5.2	12.2	50.4	6.2
S1:5.0%NaF	37.6	6.1	9.9	46.3	6.5
S2blank	31.1	14.1	13.4	41.4	2.2
S2:0.5NaF	33.3	13.1	12.1	41.6	2.5
S2:5.0NaF	30.9	12.8	12.6	43.7	2.4



**Рис. 1.** Дифрактограммы образцов  $\beta$ -сиалонов S1 (а) и S2 (б) после высокотемпературного обжига без добавления NaF и с добавлением 0.5 и 5.0 мас. % NaF.

предположить, что снижение плотности является следствием одновременного образования значительного количества пор, которые также обнаруживаются на РЭМ-изображениях. Любопытно, что ра-

нее при использовании режима с предварительным обжигом на воздухе [27] добавление фторида натрия, напротив, приводило к повышению плот-

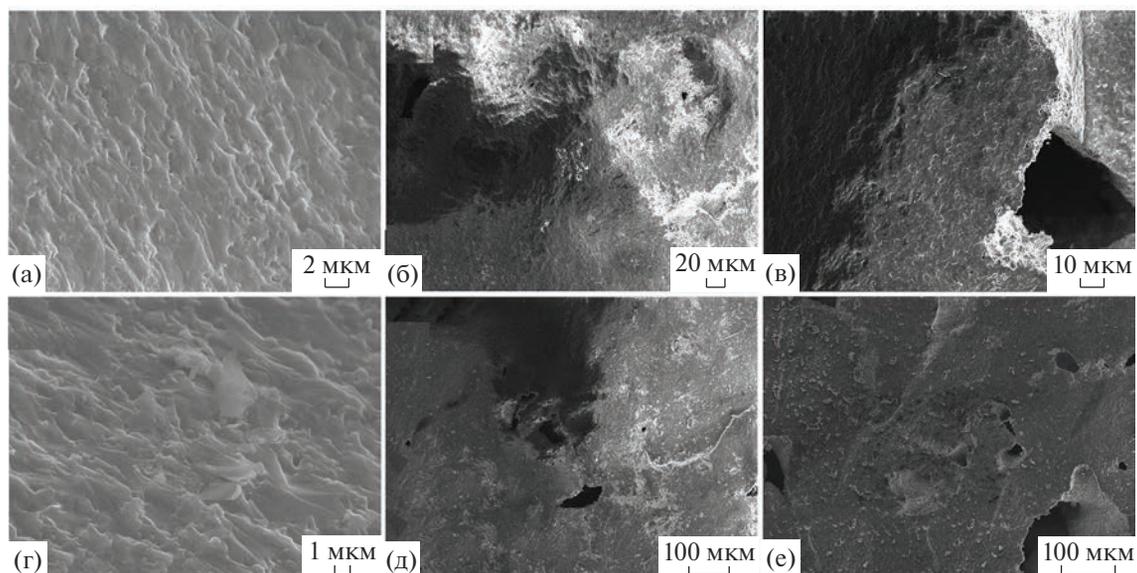


Рис. 2. РЭМ-изображения образцов S1blank (а), S1:0.5NaF (б), S1:5.0NaF (в), S2blank (г), S2:0.5NaF (д) и S2:5.0NaF (е).

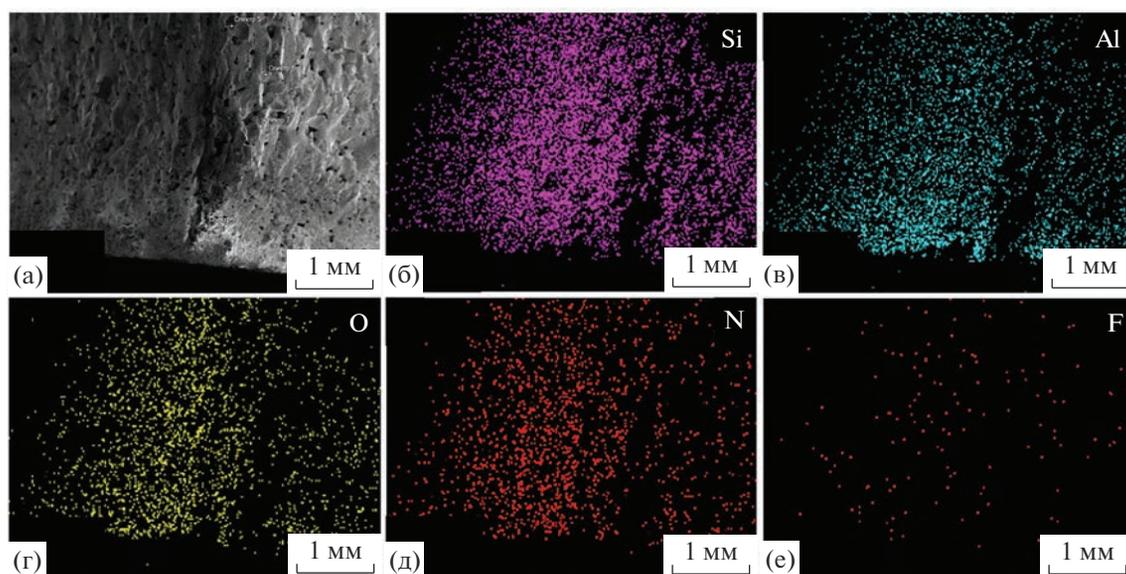


Рис. 3. РЭМ-изображение образца S1:5.0NaF (а) и результаты картирования по элементам при помощи приставки РЭДС (б–е).

ности, однако при этом наблюдалось сильное изменение фазового состава материала.

Для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  введение фторида натрия как спекающей добавки приводит к повышению плотности получаемых образцов: в присутствии 0.5 мас. % NaF удается достичь плотности на 2.2% ниже теоретической для данной фазы, при том что в отсутствие NaF соответствующий образец (S2blank) демонстрирует плотность на 3.5% ниже. В то же время, повышение содержания NaF в шихте до 5.0 мас. % позволяет повысить плотность в срав-

нении с обжигом без спекающих добавок, однако плотность образца S2:5.0NaF оказывается все же ниже, чем образца S2:0.5NaF.

Интересное поведение демонстрируют твердость и прочность на изгиб образцов, полученных спеканием чистых сиалонов и с добавлением фторида натрия. Так, твердость (здесь и далее речь идет о микротвердости, определяемой по методу Виккерса) снижается при использовании добавки NaF, при этом снижение тем более выражено, чем больше содержание добавки, и этот эффект наблюда-

**Таблица 3.** Плотности образцов  $\beta$ -SiAlON и  $\beta$ -SiAlON:NaF после высокотемпературного обжига

Образец	$\rho_{\text{теор}}, \text{г/см}^3$	$\rho_{\text{изм}}, \text{г/см}^3$	$\Delta\rho, \%$
S1blank	3.160	3.04	-3.8
S1:0.5NaF	3.160	3.01	-4.7
S1:5.0NaF	3.160	2.99	-5.4
S2blank	3.118	3.01	-3.5
S2:0.5NaF	3.118	3.05	-2.2
S2:5.0NaF	3.118	3.02	-3.1

**Таблица 4.** Микротвердость и прочность на изгиб образцов  $\beta$ -SiAlON и  $\beta$ -SiAlON:NaF после высокотемпературного обжига

Образец	$HV, \text{ГПа}$	$\Delta HV, \%$	$\sigma_{\text{изг}}, \text{МПа}$	$\Delta, \%$
S1blank	$17.8 \pm 0.6$	—	$255.1 \pm 51.7$	—
S1:0.5NaF	$16.0 \pm 1.2$	-10.1	$291.7 \pm 44.8$	+14.3
S1:5.0NaF	$14.8 \pm 1.1$	-16.8	$259.8 \pm 97.2$	+1.8
S2blank	$21.4 \pm 0.9$	—	$306.5 \pm 41.4$	—
S2:0.5NaF	$17.8 \pm 0.8$	-16.8	$267.4 \pm 28.5$	-12.7
S2:5.0NaF	$16.1 \pm 0.9$	-24.8	$321.5 \pm 38.9$	+4.9

ется для обоих  $\beta$ -сиалонов (табл. 4). Прочность на изгиб повышается при добавлении 0.5 мас. % NaF по сравнению с чистым сиалоном  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$ , однако снижается до исходного значения, если содержание фторида достигает 5.0 мас. %. Для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  прочность на изгиб, напротив, снижается при содержании 0.5 мас. % NaF, а рост до 5.0 мас. % приводит к повышению прочности на изгиб до значения, превышающего таковое для чистого сиалона (табл. 4).

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучены особенности применения фторида натрия в качестве спекающей добавки для  $\beta$ -сиалонов  $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$  на примере  $\beta$ -сиалонов  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  ( $z = 1$ ) и  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  ( $z = 2$ ). Показано, что при двухстадийном высокотемпературном обжиге в токе инертного газа (азота)  $\beta$ -сиалонов с добавлением фторида натрия в количестве до 5.0 мас. % не наблюдается значимых изменений в фазовом и общем элементном составе образцов. При этом для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  добавление 0.5 мас. % NaF приводит к дополнительному уплотнению образца. Микроскопическое исследование показывает, что в целом уплотнение наблюдается во всех случаях, однако в образцах остается некоторое количество пор. По всей вероятности, вследствие этого добавка NaF отрицательно сказывается на микротвердости сиалонов после спекания, вызывая ее снижение на величину до 16.8% для  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  и до 24.8% для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$ . При этом прочность на из-

гиб, напротив, повышается на величину до 14.3% для  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  при содержании 0.5 мас. % NaF и до 4.9% для  $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$  при содержании 5.0 мас. % NaF.

### ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственного задания ИМЕТ РАН в области фундаментальных научных исследований № 075-01176-23-00.

### БЛАГОДАРНОСТЬ

Авторы выражают благодарность Е.А. Образцовой за проведение микроскопических исследований.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kargin Yu.F., Akhmadullina N.S., Solntsev K.A.* Ceramic Materials and Phosphors Based on Silicon Nitride and Si-alon // *Inorg. Mater.* 2014. V. 50. № 13. P. 1325–1342. <https://doi.org/10.1134/S0020168514130032>
2. *Ахмадуллина Н.С., Шишилов О.Н., Каргин Ю.Ф.* Эффекты сенсibilизации в нитридных материалах, легированных ионами редкоземельных металлов // *Изв. АН. Сер. хим.* 2020. Т. 69. № 5. С. 825–837. <https://doi.org/10.1007/s11172-020-2841-4>
3. *Yan D.-S.* Enhancing Materials Design Capability through Understanding Multicomponent Phase Relationships // *Pure Appl. Chem.* 1998. V. 70. № 2. P. 509–515.
4. *Kurama S., Hermann M., Mandal H.* The Effect of Processing Conditions, amount of Additives and Composition on the Microstructures and Mechanical Properties of  $\alpha$ -SiAlON Ceramics // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2002. V. 22. № 1. P. 109–119.

5. *Thompson D.P.* Cooking up Tougher Ceramics // *Nature*. 2002. V. 417. P. 237.
6. *Jack K.H.* Sialons and Related Nitrogen Ceramics // *J. Mater. Sci.* 1976. V. 11. № 6. P. 1135–1158.
7. *Gauckler L.J., Lukas H.L., Petzow G.* Contribution to the Phase Diagram  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  // *J. Am. Ceram. Soc.* 1975. V. 58. № 7–8. P. 346–347.
8. *Hampshire S.* SiAlONs and the Representation of Phase Relationships in Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses. V. 2. Amsterdam: Elsevier, 2021. P. 119–127.
9. *Jack K.H., Wilson W.I.* Ceramics Based on the Si–Al–O–N and Related Systems // *Nat. Phys. Sci.* 1972. V. 238. P. 28–29.
10. *Cao G.Z., Metselaar R.*  $\alpha$ -Sialon Ceramics: a Review // *Chem. Mater.* 1991. V. 3. P. 242–252.
11. *Wang H., Chen J., Liu Y.G., Huang Z.H., Fang M.H.* In-Situ Synthesis of ( $O'+\beta$ )-Sialon/Mullite Composite Materials from Coal Gangue // *Interceram – Int. Ceram. Rev.* 2015. V. 64. P. 112–115.
12. *Anya C.C., Hendry A.* Hardness, Indentation Fracture Toughness and Compositional Formula of X-Phase Sialon // *J. Mater. Sci.* 1994. V. 29. P. 527–533.
13. *Thompson D.P., Korgul P.* Sialon X-Phase // *Progr. Nitrogen Ceram.* 1983. V. 321. P. 375–380.
14. *Ekström T., Nygren M.* SiAlON Ceramics // *J. Am. Ceram. Soc.* 1992. V. 75. P. 259–276.
15. *Biswas M., Bandyopadhyay S., Sarkar S.* Sintering Behavior & Microstructure of SPS Processed Pure 15R-SiAlON Polytype // *J. Alloys Compd.* 2018. V. 768. P. 130–135.
16. *Qin H., Li Y., Long M., Nie X., Jiang P., Xue W.* In situ Synthesis Mechanism of 15R-SiAlON Reinforced  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Refractories by Fe–Si Liquid Phase Sintering // *J. Am. Ceram. Soc.* 2018. V. 101. P. 1870–1879.
17. *Jack K.H.* The Fabrication of Dense Nitrogen Ceramics // *Mater. Sci. Res.* 1978. V. 11. P. 561–578.
18. *Oyama Y., Kamigaito O.* Solid Solubility of Some Oxides in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  // *Jpn. J. Appl. Phys.* 1971. V. 10. P. 1637.
19. *Ekström T., Käll P.O., Nygren M., Olsson P.O.* Dense Single-Phase  $\beta$ -Sialon Ceramics by Glass-Encapsulated Hot Isostatic Pressing // *J. Mater. Sci.* 1989. V. 24. № 5. P. 1853–1861.
20. *Hampshire S.* Silicon Nitride Ceramics // *Mater. Sci. Forum.* 2009. V. 606. P. 2741.
21. *Sorrell C.C.* Silicon-Nitride and Related Nitrogen Ceramics. 1. Phase-Equilibria and Properties of Reaction Bonded and Hot-Pressed M–Si–O–N systems // *J. Aust. Ceram. Soc.* 1982. V. 18. P. 22–34.
22. *Ziegler G., Heinrich J., Wötting G.* Relationships between Processing, Microstructure and Properties of Dense and Reaction-Bonded Silicon Nitride // *J. Mater. Sci.* 1987. V. 22. № 9. P. 3041–3086.
23. *White G.V.* New Synthesis Routes for SiAlON and SiAlON Ceramics // *Key Eng. Mater.* 2002. V. 206–213. P. 51.
24. *Junming X., Qian L., Linhua G.* Effect of LiF on Densification and Mechanical Properties of Dy- $\alpha$ -Sialon Ceramics // *J. Rare Earths.* 2006. V. 24. № 1. Suppl. 1. P. 225–227.
25. *Akhmadullina N.S., Lysenkov A.S., Kononov A.A., Kim K.A., Kargin Y.F., Obratsova E.A.* Synthesis and Phases Relationships of  $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$  in a Wide Range of  $z$  // *Ceram. Int.* 2022. V. 48. № 9. P. 13348–13355.
26. *Ивичева С.Н., Овсянников Н.А., Лысенков А.С., Каргин Ю.Ф.* Превращения в гелях на основе алкоксидов кремния и алюминия при синтезе сиалонов по данным ИК-спектроскопии // *Журн. неорган. химии*. 2022. Т. 67. № 12. С. 1695–1706. <https://doi.org/10.31857/S0044457X2260089X>
27. *Akhmadullina N.S., Sirotinkin V.P., Ovsyannikov N.A., Lysenkov A.S., Kargin Yu.F.* High-Temperature Interactions of Silicon–Aluminum Oxynitrides (Sialons) with Sodium Fluoride // *Inorganics*. 2022. V. 10. № 9. P. 140.
28. *Лысенков А.С., Титов Д.Д., Ким К.А., Мельников М.Д., Фролова М.Г., Петракова Н.В., Ивичева С.Н., Каргин Ю.Ф., Гридин Д.В.* Свойства 21R-сиалоновой керамики с добавкой оксида самария, полученной горячим прессованием // *Журн. неорган. химии*. 2021. Т. 66. № 8. С. 1092–1098. <https://doi.org/10.31857/S0044457X21080146>
29. *Ивичева С.Н., Климашин А.А., Овсянников Н.А., Лысенков А.С., Каргин Ю.Ф.* Условия азотирования смешанных ксерогелей из алкоксидов кремния и алюминия // *Журн. неорган. химии*. 2021. Т. 66. № 8. С. 1077–1085. <https://doi.org/10.31857/S0044457X21080092>
30. *Ивичева С.Н., Овсянников Н.А., Лысенков А.С., Климашин А.А., Каргин Ю.Ф.* Синтез оксонитридоалюмосиликатов (SIALON) золь–гель–методом // *Журн. неорган. химии*. 2020. Т. 65. № 12. С. 1614–1625. <https://doi.org/10.31857/S0044457X20120053>
31. *Ovsyannikov N.A., Kargin Y.F., Lysenkov A.S., Alad'ev N.A., Ivicheva S.N., Solntsev K.A.* Preparation of Silicon Nitride and Oxonitride by Gas-Phase Pyrolysis of Hexamethyldisilazane // *Inorg. Mater.: Appl. Res.* 2020. V. 11. № 2. P. 488–494.
32. *Ivicheva S.N., Klimashin A.A., Ovsyannikov N.A., Lysenkov A.S., Kargin Y.F.* Formation of  $\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}_5$  Oxonitride from Mixtures of Xerogels and Silicon and Aluminum Nitrides in the Nitrogen Atmosphere // *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2020. V. 848. № 1. P. 012112.
33. *Ivicheva S.N., Lysenkov A.S., Ovsyannikov N.A., Kargin Yu.F.* Zol–Gel Synthesis of SiAlON Materials Doped by Rare-Earth Elements // *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2019. V. 525. P. 012084.
34. *Слесарев А.И., Ивичева С.Н., Лысенков А.С., Каргин Ю.Ф., Солнцев К.А., Ищенко А.В., Ягодин В.В., Шульгин Б.В.* Термостимулированная экзоэлектронная эмиссия сиалона  $\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}_5$ , активированного европием // *Проблемы спектроскопии и спектрометрии*. Екатеринбург: Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2018. Вып. 39. С. 55–63.
35. *Ishenko A.V., Babailova G.F., Yagodin V.V., Ivicheva S.N., Lysenkov A.S., Akhmadullina N.S., Kargin Yu.F., Shulgin B.V.* Luminescent Properties of  $\text{Eu}^{2+}$  in AlON, SiAlON, Ca-SiAlON Oxynitrides // *AIP Conf. Proc.* 2018. P. 020031.
36. *Ягодин В.В., Ищенко А.В., Ивичева С.Н., Лысенков А.С., Овсянников Н.А., Каргин Ю.Ф., Бабайлова Г.Ф.* Импульсная катодолюминесценция сиалонов, активированных ионами  $\text{Ce}^{3+}$  // *Проблемы спектроскопии и спектрометрии*. Екатеринбург: Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2018. Вып. 40. С. 87–92.
37. *Goldstein A., Krell A.* Transparent Ceramics at 50: Progress Made and Further Prospects // *J. Am. Ceram. Soc.* 2016. V. 99. № 10. P. 3173–3197.
38. *Qian L., Junming X., Wei H.* Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications. N.Y.: Wiley, 2010.