

# САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ОКСИНИТРИДА КРЕМНИЯ

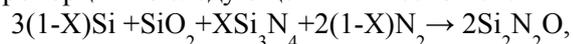
**Студеникин И. А., Грачёв В. В.<sup>(1)</sup>**

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, 142432  
Черноголовка, Россия, [stivan@bk.ru](mailto:stivan@bk.ru), <sup>(1)</sup>[vlad@ism.ac.ru](mailto:vlad@ism.ac.ru)

Из-за превосходных механических и диэлектрических свойств при повышенных температурах, оксинитрид кремния,  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ , является перспективным материалом для изготовления изделий из современной конструкционной керамики. По сравнению с нитридокремниевой, оксинитридная керамика более жаростойкая в окислительных средах [1]. Керамика из  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$  может изготавливаться такими методами порошковой металлургии как реакционное спекание [2], горячее изостатическое прессование [3,4] и электроискровое спекание [5]. Оксинитрид кремния является также перспективным активатором спекания (в комплексе с  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) для нитрида и карбида кремния.

Тугоплавкие неорганические соединения (в том числе нитриды и карбиды кремния, сиалоны) можно также получить методом СВС [6]. В [5] оксинитрид кремния получался сжиганием в газообразном азоте ( $P(\text{N}_2)=3\text{МПа}$ ) смеси из кремния и его оксида, с добавлением конечного продукта ( $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ), а в [7] исследовался СВС оксинитрида кремния при давлении азота 10 МПа для исходных смесей из  $\text{Si}$  и  $\text{SiO}_2$  (кристаллического, либо аморфного).

В данной работе изучался процесс синтеза оксинитрида кремния в режиме фильтрационного горения в азоте составов, состоящих из  $\text{Si}$ ,  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , в диапазоне от 4 до 14 МПа. Нитрид кремния в исходной шихте был как тугоплавкий разбавитель, так и как химический реагент. Исходные реагенты были порошки кремния (КР00), оксида кремния кристаллического и нитрида кремния (преимущественно  $\beta$ -фаза). Соотношение компонентов в исходной шихте было в пропорции из следующей химической схемы:



где  $X$ - мольная доля.

Компоненты смешивались в планетарной мельнице. Было приготовлено три смеси компонентов – с содержанием  $\text{Si}_3\text{N}_4$  0, 2,83 и 6,31 мол.% (соответственно 0, 10 и 20 масс.%). Далее высокопористый контейнер с 20г шихты (пористостью 70%) помещался в лабораторный

реактор. Параметры горения определялись посредством вольфрам-рениевых термопар ВР5/ВР20. Синтезированный продукт исследовался методами рентгенофазового и химического анализа, и электронной микроскопии.

Результаты исследования были опубликованы в [8].

Выводы:

Определена оптимальная область параметров синтеза однофазного продукта. Начальное давление азота является удобным технологическим параметром, позволяющим регулировать химический и фазовый состав конечного продукта. Снижение давления азота приводит к увеличению содержания  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$  в конечном продукте. Разбавление исходной шихты нитридом кремния позволяет уменьшить недогорание кремния, но приводит к многофазности конечного продукта.

Синтез горением  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$  происходит в две стадии: (1) - образование  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и (2) - между  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и  $\text{SiO}_2$ , дающая  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ . Стадия (1) протекает значительно быстрее стадии (2). Неполнота стадии (2) может быть связана с эффектом теплопотерь.

Ссылки:

- [1] M. Ohashi, S. Kanzaki, H. Tabata, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1991, vol. 74, pp. 109–114.
- [2] M.H Lewis, C.J. Reed, N.D. Butler, *Mater. Sci. Eng.*, 1985, vol. 71, pp.87–94.
- [3] R. Larker, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1992, vol. 75, pp.62–66.
- [4] J. Zeng, I. Tanaka, Y. Miyamoto, O. Yamada, K. Niihara, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1992, vol. 75, pp.148–152.
- [5] M. Radwan, T. Kashiwagi, Y. Miyamoto, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2003, vol. 23, pp. 2337–2341.
- [6] A.G. Merzhanov, I.P. Borovinskaya, *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, 1972, vol. 204, pp. 366–369.
- [7] N. Pradeilles, M.C. Record, R.M. Marin-Ayral, A.V. Linde, I.A. Studenikin, V.V. Grachev, 2008, vol. 43, no. 2, pp. 463–472.
- [8] I.A. Studenikin, V.V. Grachev, *Inter. Journal of SHS*, 2008, Vol. 17, No. 4, pp. 237–241.