

На правах рукописи



ОМАРОВ АСИФ ЮСИФОВИЧ

**РАЗРАБОТКА НАУЧНО–ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ОСНОВ
ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДА
АЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ
АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ И КЕРАМИКА НА ИХ ОСНОВЕ**

Специальность

2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы
(технические науки)

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Москва, 2026 г.

Работа выполнена на кафедре «Технология транспортного машиностроения и ремонта подвижного состава» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Российский университет транспорта»

Официальные оппоненты: – **Агеева Екатерина Владимировна**,
доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО
«Юго-Западный государственный университет»,
профессор

– **Егоров Максим Сергеевич**,
доктор технических наук, доцент, ФГБОУ ВО
«Донской государственный технический
университет», заведующий кафедрой

– **Косенко Надежда Федоровна**,
доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО
«Ивановский государственный химико-
технологический университет», профессор

Ведущая организация: – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технологический университет «Станкин»

Защита диссертации состоится «02» июля 2026 г. в 14 часов 00 минут на заседании диссертационного совета 24.2.327.04 (Д 212.125.15) в ФГАОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3. ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте skvortsovasv@mai.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/ae9/44cv1rg7z7twblw7p0vslf0r0ul1lwhr/Dissertatsiya_Omarov-2.pdf

Автореферат разослан «___» _____ 2026 г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

В последние годы во всем мире быстро растет интерес к применению керамических материалов. Это обусловлено, в первую очередь, уникальными свойствами, которые присущи только данному классу материалов.

Керамические материалы характеризуются высокими огнеупорностью, электросопротивлением, химической инертностью, твердостью, диэлектрическими свойствами. Современные технологии изготовления способны обеспечить прочность керамик на уровне металлических сплавов. Этот класс материалов отличается высоким сопротивлением различным видам износа, способностью работать в узлах трения продолжительное время практически без использования смазочных материалов и минимальными потерями массы.

Особое место среди керамических материалов занимает корундовая керамика, благодаря сочетанию высокого уровня рабочих свойств с широким распространением сырьевых материалов. Благоприятными дополнительными преимуществами корундовых керамик являются отсутствие в процессе получения агрессивных или токсичных веществ и/или полупродуктов, невысокие температуры и давление, простота оборудования, возможность утилизации промышленных отходов. Актуальной задачей является поиск новых способов получения исходных порошков, обладающих повышенной активностью к спеканию, и обеспечивающих высокий уровень свойств керамики при пониженных температурах обжига.

Разработанный автором в 2009 году метод получения легированных наноструктурированных порошков оксида алюминия позволяет получать порошки, удовлетворяющие названным выше требованиям. На основе таких порошков уже получен ряд новых алюмооксидных керамических материалов, свойства которых значительно превышают таковые у традиционно получаемых материалов данного класса.

Эти результаты показали перспективность получения исходного сырья путем химического диспергирования алюминиевых сплавов с различными

легирующими элементами для изготовления новых керамических материалов с повышенным уровнем служебных свойств. В этой связи особую актуальность приобретают исследования влияния вида легирующих элементов на поведение сплавов при химическом диспергировании, на технологию производства керамик из порошков, полученных химическим диспергированием, а также на структуру и свойств новых керамик.

Цель и задачи

Цель диссертационной работы заключается в установлении научных основ получения высокодисперсных порошков оксида алюминия методом химического диспергирования алюминиевых сплавов, а также керамик на их основе с повышенными механическими и эксплуатационными свойствами.

Для достижения поставленной цели в работе необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Установить рациональные режимы процесса химического диспергирования различных алюминиевых сплавов для получения высокодисперсного гидроксида алюминия.

2. Установить влияние параметров процесса химического диспергирования на структуру, фазовый состав и свойства высокодисперсных порошков гидроксида и оксида алюминия.

3. Разработать технологию синтеза керамических материалов на основе полученных порошков.

4. Изучить структуру и фазовый состав керамических материалов из синтезированных порошков.

5. Определить физико–механические и эксплуатационные свойства керамических материалов из синтезированных порошков

6. Разработать установку по получению легированных порошков гидроксида и оксида алюминия.

7. Разработать и апробировать в промышленных условиях технологии производства порошков оксида алюминия, керамических материалов и изделий из них различного значения.

Научная новизна

1. Разработан новый метод химического диспергирования алюминиевых сплавов для синтеза высокодисперсных порошков гидроксидов алюминия, легированных кремнием, магнием, литием, молибденом и цирконием. В основе метода лежит процесс химического взаимодействия в системе «жидкость–твердое» с образованием ультрадисперсных продуктов реакции.

2. Установлено влияние температуры и концентрации щелочных растворов на кинетику реакции диспергирования сплавов систем Al – Si, Al – Mg, Al – Li, Al – Mo и Al – Zr. Показано, что увеличение температуры выше 40°C и концентрации щелочи NaOH на 20% приводит к коагуляции выделяющихся в результате коррозии частиц сплава с последующей пассивацией поверхности коагулированных частиц металлгидроксидной оболочкой.

3. Установлена зависимость морфологии частиц порошка от химического состава диспергируемых сплавов. Так, кремнийсодержащие порошки состоят из агломератов нерегулярной формы размером до 20 мкм, составленных из полиэдрических кристаллов размером 2 – 3 мкм. Порошки с магнием состоят из полых сферических частиц, объемная доля которых возрастает с увеличением содержания магния в исходном сплаве. Литийсодержащий порошок состоит из пластинчатых частиц толщиной от 100 до 600 нм и длиной до 50 мкм. Порошок из сплава алюминия с молибденом представлен агломератами почти сферической формы размерами 50 – 80 мкм размеры призматических кристаллов укладываются в интервалы 8 – 15 мкм (объемная доля 60%) и 15 – 40 мкм (объемная доля 40%). Порошок из сплава алюминия с цирконием состоит из частиц призматической формы с размерами в диапазоне 10 – 40 мкм.

4. Впервые на систематической основе изучена структура керамических материалов из порошков, полученных химическим диспергированием сплавов алюминия с Si, Mg, Li, Zr и Mo. Показано, что использование порошков из легированных алюминиевых сплавов приводит к формированию композитной структуры получаемых керамик, представленной комбинацией кристаллических фаз: для сплава с Si образуется комбинация кристаллических фаз – корунд и

нефелин, с Mg – корунд и шпинель, с Li – три различных модификации шпинельных фаз и корунд, с Mo – корунд и силикат, а с Zr – корунд, силикат и диоксид циркония.

5. Впервые на систематической основе изучены свойства новых керамических материалов, спеченных из алюмооксидных порошков, легированных различными элементами. Материалы, изготовленные из сплавов с Mg, Li, и Mo имеют пористое строение и содержат от 37% до 67% пор, прочность при сжатии составляет 165 – 280 МПа, а из сплавов с Si, Zr с объемной пористостью до 25%, прочность при сжатии составляет 600 – 1850 МПа.

6. Показано, что при химическом диспергировании сплава В-1469 получаемый порошок «наследует» морфологию структурных составляющих исходного сплава. Частицы порошка представляют собой пластины толщиной от 100 до 600 нм и длиной не более 50 мкм. Установлено, что использование этого порошка, как наномодифицированной вяжущей суспензии, позволяет предотвратить расслоение формовочной массы при изготовлении огнеупорных керамических крупногабаритных изделий сложной формы методом вибрационного литья.

Теоретическая и практическая значимость

1. На основе изучения закономерностей влияния кремния, магния, лития, молибдена и циркония на формирование высокодисперсного легированного гидроксида алюминия разработаны научно-обоснованные технологические режимы их химического диспергирования и последующего спекания полученных порошков.

2. Разработаны технологические параметры процесса химического диспергирования в зависимости от легирования сплавов систем Al – Si, Al – Mg, Al – Li, Al – Zr и Al – Mo. Определены диапазоны температур, концентрации растворов щелочей и скорости перемешивания, позволяющие получать требуемые свойства высокодисперсных порошков гидроксида алюминия. Разработанные режимы защищены патентами РФ: №136796, №163349, №162034, №163349, №111840.

3. Разработаны технологические методы получения керамик с высоким уровнем свойств из порошков, полученных методом химического диспергирования алюминиевых сплавов, в том числе полусухое прессование, горячее литье из парафиновых шликеров, водное вибрационное литье.

4. Оптимизированы технологические параметры процесса химического диспергирования, что позволило получить порошки, обладающие более высокой активностью к спеканию, снизить температуру обжига до 1550°C и линейную усадку на 8 – 10% и получить керамику с высоким уровнем эксплуатационных свойств.

5. Разработан метод химического диспергирования литийсодержащего алюминиевого сплава, позволяющий одновременно, во-первых, получать порошок, который успешно используется для изготовления керамики, способной эффективно отделять радиоактивные нуклиды из водных растворов, а во-вторых, решать проблему утилизации отходов алюминий–литиевых сплавов, возникающих при механической обработке (например, резанием), для переработки которых методом переплавки нет возможности.

6. Разработан способ получения высококонцентрированной наномодифицированной литийсодержащим порошком вяжущей суспензии для изготовления огнеупорных керамических крупногабаритных изделий сложной формы. Данный порошок использован ООО «НПК «Автоматизированные решения» в качестве компонента, предотвращающего расслоение формовочной массы при изготовлении корундовых тиглей по технологии вибрационного литья для индукционной плавки высоколегированных сталей, что подтверждено соответствующим актом.

7. Разработан способ получения порошка гидроксида алюминия химическим диспергированием сплава АК12, который обладает бимодальным распределением частиц по размеру, что благоприятно влияет на вязкость парафинового шликера на его основе, литейную способность и концентрацию временного технологического связующего (ВТС) (не более 9% масс.) в шликере. Керамика, изготовленная по данной технологии, обладает пределом прочности

при изгибе 450 МПа и удельным электрическим сопротивлением 10 – 13 Ом·м/м² при том, что его усадка составляет 9% при температуре обжига в воздушной атмосфере не выше 1530°С. Из данного материала в ООО «НПК «Автоматизированные решения» была изготовлена экспериментальная партия изоляторов, которые имеют допуск по размерам не более 20 мкм, что подтверждено соответствующим актом. Изделия прошли испытания в реальных условиях эксплуатации.

8. Разработан способ полусухого прессования для получения керамики из порошка, синтезированного химическим диспергированием сплава АК12, которая имеет кажущуюся плотность 2,97 г/см³, общую пористость 25% и ударную вязкость $8,5 \cdot 10^3$ Дж/м². Из данного материала была изготовлена опытная партия изделий в ООО «НПК «Автоматизированные решения» в форме пластин, которые использовали в элементах броневой защиты с поверхностной плотностью не выше 60 кг/м². Согласно испытаниям, проведенным в соответствии с ГОСТ Р 50744–95 на ФГУП «ЦНИИТОЧМАШ», класс защитной структуры бронеодежды с изделиями из разработанного материала – Бр5. Материал рекомендован к внедрению в производство в ООО «НПК «Автоматизированные решения», что подтверждено соответствующим актом.

9. На основе полученных в работе экспериментальных данных была разработана и запатентована (патенты РФ №136796, №163349, №162034, №163349, №111840) установка для получения ультрадисперсных легированных порошков гидроксида и оксида алюминия.

На способы получения новых керамических материалов 18 патентов РФ. Достигнутый уровень свойств керамических материалов, технология которых предусматривает обжиг при температуре не выше 1550°С в воздушной атмосфере, а также доступность сырья, из которого получены ультрадисперсные порошки (в том числе отходы в виде стружки от токарной обработки), делает сделанные разработки конкурентоспособными по сравнению с известными аналогами.

Методология и методы исследования

Методологической основой данной диссертационной работы являются общенаучные и специальные методы исследований.

Экспериментальные методы исследования выбирались в соответствии с поставленной целью диссертационной работы.

Достоверность результатов и выводов диссертации обеспечена использованием современных методов исследования, поверенного высокоточного современного оборудования и подтверждается воспроизводимостью полученных экспериментальных данных.

Интерпретация полученных экспериментальных зависимостей и трактовка предложенных теоретических положений не противоречат классическим научным представлениям, принятым в материаловедении и технологии керамических материалов.

Положения, выносимые на защиту

1. Новый метод химического диспергирования алюминиевых сплавов для синтеза высокодисперсных порошков гидроксидов алюминия, легированных кремнием, магнием, литием, молибденом и цирконием.

2. Закономерности влияния температуры и концентрации щелочных растворов на кинетику реакции диспергирования сплавов систем Al – Si, Al – Mg, Al – Li, Al – Mo и Al – Zr.

3. Закономерности влияния химического состава диспергируемых сплавов на морфологию, фазовый состав и структуру полученных порошков и керамик на их основе.

4. Технологические методы получения керамик из порошков, полученных методом химического диспергирования алюминиевых сплавов, в том числе полусухое прессование, горячее литье из парафиновых шликеров, водное вибрационное литье.

5. Физико-механические, диэлектрические и фильтрационные свойства новых керамических материалов, спеченных из алюмооксидных порошков, легированных различными элементами.

Степень достоверности результатов

Все результаты получены на поверенном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения. Стандартные испытания и исследования проводились в соответствии с требованиями научно – технической документации, действующей на территории Российской Федерации.

Апробация результатов

Материалы диссертации докладывались и обсуждались на 16 научных конференциях, в том числе: на VIII международной научно–практической конференции под эгидой ЮНЕСКО (г. Москва, 2009 г.), на 8–ой Международной научно–практической конференции «Молодые ученые – промышленности» (г. Москва, 2009 г.), на 2–ой международной научно–практической конференции «Итоги и перспективы интегрированной системы образования в высшей школе России: образование – наука – инновационная деятельность» (г. Москва, 2011 г.), на Всероссийской научно–технической конференции с международным участием, посвященной 30–летию открытия наноалмаза (г. Бийск, 2012 г), на научной конференции «Образование и наука» (г. Москва, 2012 г.), на Седьмой всероссийской конференции «Необратимые процессы в природе и технике» (г. Москва, 2013 г.), на 5–ом Международном симпозиуме «Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе», (Минск–Раков, Беларусь, 2014г), на Международной научно–технической конференции молодых учёных «Инновационные материалы и технологии» (г. Москва, 2017, 2018, 2019 гг.), на Международной научно–технической конференция «Пром–Инжиниринг» (г. Москва, 2019, 2020, 2021г.г.), на научно–технической конференция «Актуальные проблемы порошкового материаловедения» (Пермь, 2018), на Четвертом междисциплинарном научном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (г. Москва, 2018 г.), на CXLI Международной научно–практической конференции «Научное сообщество студентов: междисциплинарные исследования» (г. Новосибирск, 2022 г.).

Вклад соискателя. Основные научные результаты диссертации получены автором лично или при определяющем вкладе со стороны автора. Все

экспериментальные исследования были запланированы и выполнены при непосредственном участии автора, под его руководством. Автор принимал непосредственное участие в постановке задач работы, обработке полученных результатов, их анализе и обобщении, формулировке выводов и научных положений.

Публикации. Основные результаты по теме диссертации представлены в 48 работах, в том числе в 37 публикациях в рецензируемых научных изданиях, из них 32 в изданиях, входящих в перечень ВАК, из них 17 включены в международные системы цитирования, 2 статьи – в базы данных Web of Science и Scopus, и в 18 патентах РФ на изобретение. Список основных публикаций приведён в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка цитируемой литературы, включающего 173 наименований, и приложений. Объем диссертации составляет 308 страницы машинописного текста, включая 108 рисунка и 52 таблицы.

Выражаю искреннюю благодарность доктору технических наук, профессору **Шляпину Анатолию Дмитриевичу**, который стал для меня не только выдающимся научным консультантом и мудрым наставником, но и близким человеком, к которому я отношусь с теплотой и глубоким уважением, а его вера, постоянная поддержка и по-настоящему отеческая забота навсегда останутся для меня бесценными.

Основное содержание работы

Во введении приводится обоснование выбора темы диссертационной работы и ее актуальности. Сформулированы цель и задачи работы, научная новизна, практическая значимость и основные положения, выносимые на защиту, описаны структура и объем диссертации. Содержатся сведения об апробации работы и публикациях.

Глава 1. Состояние вопроса и постановка задач исследований

В главе представлен анализ существующих методов получения различных порошков оксидов, изучение влияния различных добавок на структуру и фазовый состав на свойства керамик. Изученные материалы подтверждают, что размер частиц, морфология и активность к спеканию высокодисперсных порошков определяют свойства конечного продукта. Все современные материалы, обладающие уникальными свойствами, изготовлены с применением тех или иных подобранных добавок. Для получения данных порошков используют различные химические методы осаждения, диспергирования и т.д., в том числе введение различных добавок на стадии измельчения с целью равномерного их распределения по всему объему. Все эти методы сильно удорожают стоимость конечного продукта, особенно в массовом производстве. Это приводит к выводу, что равномерное распределение наночастиц и легирующих добавок в исходном порошке желательно осуществлять по принципу *in-situ* в процессе получения порошка основного компонента. Равномерность распределения наноразмерных легирующих добавок в объеме порошка и их дисперсность напрямую связаны с высокими свойствами конечного керамического материала. В этой связи особую актуальность приобретают порошки, полученные методом химического диспергирования алюминиевых сплавов, разработанные в рамках данной работы. Этот метод позволяет уже на стадии диспергирования вводить добавки в исходный алюминиевый сплав и получать ультрадисперсные порошки, легированные различными элементами. Порошки, полученные данным методом, являются высокодисперсными и обладают высокой активностью к спеканию. Актуальной является также необходимость разработки технологий изготовления новых керамических материалов с управляемой структурой и высоким уровнем эксплуатационных свойств, предусматривающей обжиг в обычных печах с воздушной атмосферой при температурах не выше 1550°C.

Глава 2. Объекты и методы исследования

В главе приведены объекты, методы и методики исследования, испытаний и измерений, информация об используемом оборудовании и его характеристиках.

В качестве исходных материалов использовали такие сплавы как: АМг6, АМг12, В-1469, АК12 и материалы, изготовленные на заказ в НИТУ «МИСИС»: Al – Zr (10%, масс.), Al – Mo (10%, масс.), Al – Mg (0,6% масс.) в виде цилиндрических слитков диаметром 40 мм и высотой 190 мм. Сплав, содержащий литий, представлял особый интерес в связи с невозможностью его утилизации путем переплавки. Химическое диспергирование всех сплавов проводили на разработанной автором установке (патент РФ №136796), в качестве сырья использовали стружку, полученную твердосплавным резцом на токарном станке.

Используемое оборудование

Для измерений удельной поверхности и среднемассового размера частиц порошков методом газопроницаемости использовали прибор ПСХ–10а.

Ротационный вискозиметр FungilabPremiumR с точностью измерения $\pm 1\%$ применяли для измерения вязкости суспензий.

Установку для горячего шликерного литья под давлением марки ЭКОН–УГШЛ с максимальным давлением формования 4 атм. применяли для формования лабораторных образцов и заготовок керамических изоляторов.

Установка для измерения pH PH–МЕТР HI 2211 HANNA INSTRUMENTS, точность измерения 0,01 pH.

Изучение структуры материала проводили на двух растровых электронных микроскопах (РЭМ): Hitachi S405A и FEI Helios 3D FEG.

Рентгеноструктурные исследования осуществляли с помощью дифрактометра ARL X'TRA (Швейцария) – полноразмерного порошкового дифрактометра θ – θ геометрии с радиусом гониометра 260 мм и источником – узкофокусной трубкой с медным анодом ($\lambda_{K\alpha} = 1,5418 \text{ \AA}$) мощностью 2200 Вт. Качественный фазовый анализ рентгеновским методом (РФА) выполняли с

помощью пакета компьютерных программ «Crystallographica search–match CSM–3» и базы Международного центра дифракционных данных (ICDD) PDF–2.

Определение распределений порошков по размерам проводили на лазерных анализаторах частиц Microtrac Bluewave и Analyzette 22 NanoTec Fritsch, Германия.

Для определения фракционного состава порошковых проб использовали просеивающую машину марки AS 200 basic.

Реологические свойства порошков после химического диспергирования и термической обработки определяли в соответствии с ГОСТ 27801–93. Определение угла естественного откоса проводилось по разработанной в соответствии с ГОСТ 27802–93 «Глинозем. Метод определения угла естественного откоса» (ИСО 902–76). Кажущуюся плотность, водопоглощение и открытую пористость измеряли с использованием метода гидростатического взвешивания в соответствии с ГОСТ 2409–2014.

Испытания физико–механических свойств керамики проводили в соответствии с ГОСТ 473.6–81 «Изделия химически стойкие и термостойкие керамические. Метод определения предела прочности при сжатии»; ГОСТ 23775–79 «Изделия углеродные. Метод определения предела прочности на сжатие, изгиб, разрыв (диаметральное сжатие)»; Испытание на ударную вязкость проводилось на маятниковом копре Zwick HIP50P Variante GmbH в соответствии с ГОСТ 473.11–81 «Изделия химически стойкие и термостойкие керамические. Метод определения ударной вязкости».

Глава 3. Исследование порошков, полученных химическим диспергированием алюминиевых сплавов

В главе представлены результаты рентгеноструктурного фазового анализа (РФА), растровой электронной микроскопии (РЭМ) и реологические свойства порошков, полученных химическим диспергированием алюминиевых сплавов. Химическое диспергирование всех сплавов проводили на разработанной автором установке (патент РФ №136796), температура в реакторе составляла от

30° до 40°C и концентрации щелочи NaOH от 16 до 20%. Целью данного процесса является химическое разрушение материала вследствие химических реакций, что приводит к формированию жидких и газообразных продуктов, а также дисперсных частиц. В результате контакта алюминиевых сплавов с водным раствором щелочи происходит адсорбция активных ионов Na⁺ и группы OH⁻ на поверхности сплава. Процесс химического диспергирования основным образом происходит в зонах Гинье-Престона из-за их повышенной поверхностной энергии, что приводит к первоочередному химическому разрушению этих участков. Также наблюдается зернограничная коррозия и образование дефектов в местах выхода линий дислокаций на поверхность зерен, что в конечном итоге влияет на структуру, фазовый состав полученного гидроксида алюминия.

В качестве сырья использовали стружку, полученную твердосплавным резцом на токарном станке.

Полученный осадок подвергали отмывке дистиллированной водой из-за наличия в нем избыточного количества ионов Na⁺ и высокого уровня pH методом декантации многократно до минимально достижимого уровня pH, контролируя его на каждой стадии.

Эксперимент показал, что порошки, полученные химическим диспергированием, отмываются до различных уровней pH промывных вод. Порошки, полученные из сплавов В-1469, АМг0,6 и АМг6, после отмывки имеют значения, близкие к нейтральной среде (7,4 – 7,6), в то время как оставшиеся порошки остаются высокощелочным – 8,3 и 10,3 соответственно. Это, по-видимому, связано с увеличением выделяющихся в результате реакции химического диспергирования мелкодисперсных фаз, обладающих повышенной адсорбционной способностью по отношению к ионам Na⁺. После конечной стадии декантации осадка производили вакуумную фильтрацию с помощью водоструйного насоса и воронки Бюхнера на колбе Бунзена. Все порошки после фильтрации подвергали термической обработке при 120°C для сушки.

Осадок гидроксида алюминия, полученного химическим диспергированием сплава АК12, представляет собой агломераты, нерегулярной формы, размером до 20 мкм, составленных из полиэдрических кристаллов размером 2 – 3 мкм (рисунок 1).

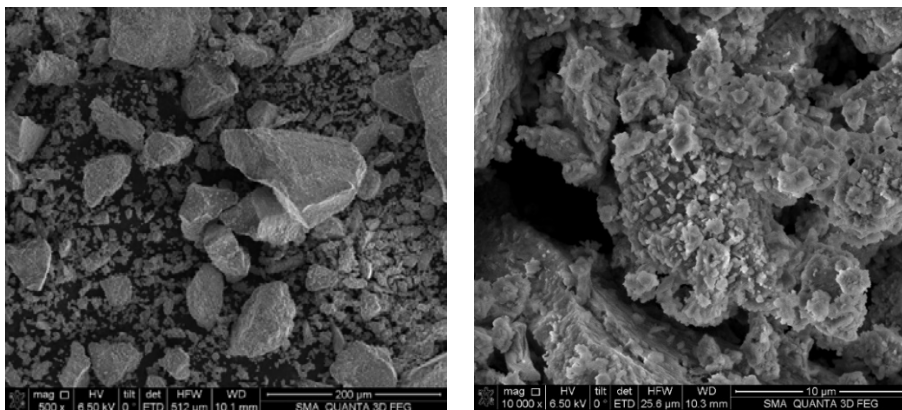


Рисунок 1 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава АК12.

По данным РФА фазовый состав порошка представлен гиббситом и байеритом при значительно более высоком содержании гиббсита (87%). Размер области когерентного рассеяния (ОКР) обеих фаз составляет 28 нм.

Осадок гидроксида алюминия, полученного химическим диспергированием сплава В-1469, представляет собой частицы чешуйчато–пластинчатой формой. Частицы ориентированы хаотически. Толщина пластинчатых частиц, толщиной от 100 до 600 нм и длиной до 50 мкм (рисунок 2).

РФА порошка показывает, что он представлен основными фазами $\text{Al}(\text{OH})_3$ – гиббсит и байерит с моноклинной кристаллической решеткой, а также присутствуют фазы: $\text{Al}(\text{OH})_3$ – норстрандит с триклинной кристаллической решеткой и $\text{LiAl}_2(\text{OH})_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ с гексагональной кристаллической решеткой.

Осадок гидроксида алюминия, полученный химическим диспергированием сплава АМг0,6 представляет собой субмикронные кристаллы, которые образуют агломераты, повторяющие форму кристаллов (рисунок 3).

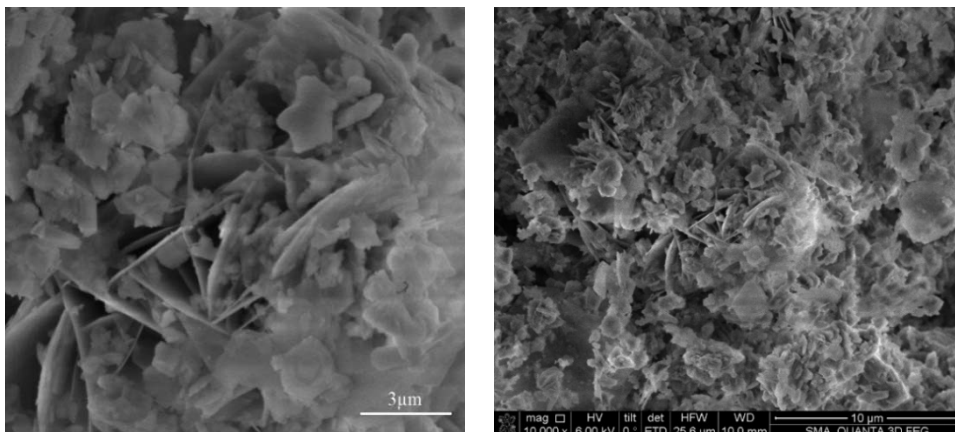


Рисунок 2 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава В-1469.

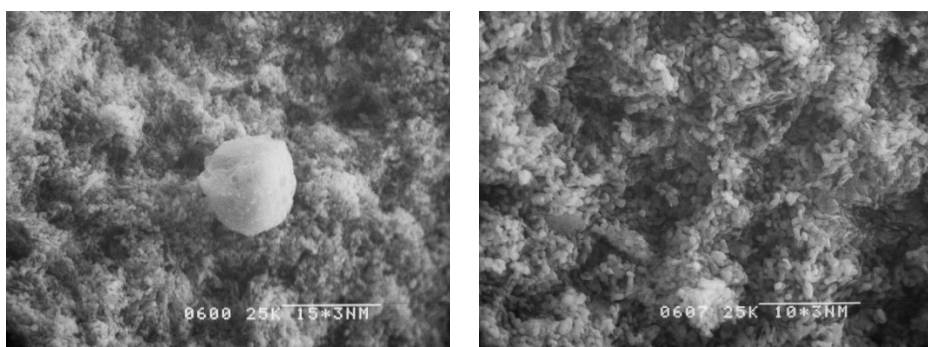


Рисунок 3 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава АМг0,6

Длина агломератов составляет 4–8 мкм, ширина – от десятых долей мкм до 6 мкм. Количество гиббсита по площади препарата – 80%. Остальные 20% это чешуйчатые кристаллы размером менее 0,4 мкм с показателем преломления N_p – 1,555. РФА показал, что доминирующей фазой является α - Al_2O_3 . В данном материале в малом количестве фиксируются низкотемпературные модификации оксида алюминия – γ - Al_2O_3 и β - Al_2O_3 и алюминат натрия β -модификации. Наблюдаются также следы присутствия алюмо-магнезиальной шпинели $MgAl_2O_4$.

Согласно РФА осадок из АМг6 представлен основной фазой байерита с явно выраженной кристаллизацией ($N_p=1,583$). Форма кристаллов – чешуйчатая, размеры чешуек – 0,5 – 0,7 мкм. Они объединены в изометричные пористые сферолиты размером 15 – 25 мкм (рисунок 4). По границам чешуек в агломератах

расположен твердый раствор замещения Mg^{+2} в $Al(OH)_3$ с показателем преломления $n_p < 1,534$. Распределение этой фазы между чешуйками байерита – однородное. Примесной фазы $NaAlO_2$ не наблюдается.

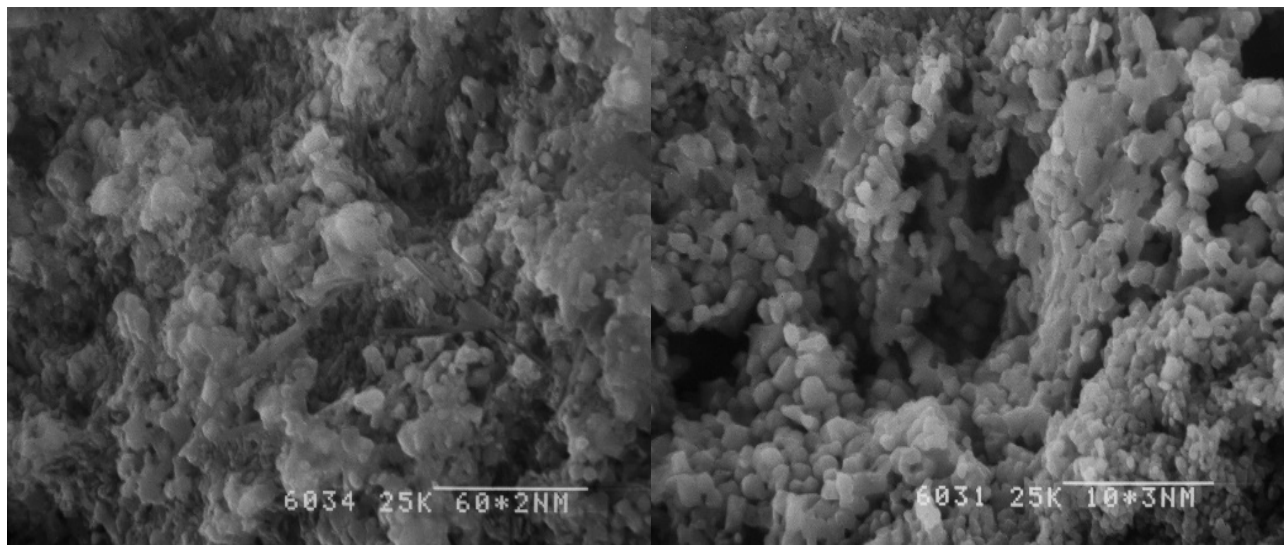


Рисунок 4 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава АМг6,0.

Частицы осадка из АМг12 имеют слоистое строение: в центре – непрореагировавший со щелочью алюминиевый сплав (20 – 25%), представляющий собой ядро (10 – 12 мкм), покрытое тонким слоем (1,5 – 6 мкм) аморфного бемита (12 – 15%) (рисунок 6). Поверх указанной аморфной фазы располагается слой (20 – 60 мкм) гидроксида алюминия в форме байерита (40 – 50%) (рисунок 5).

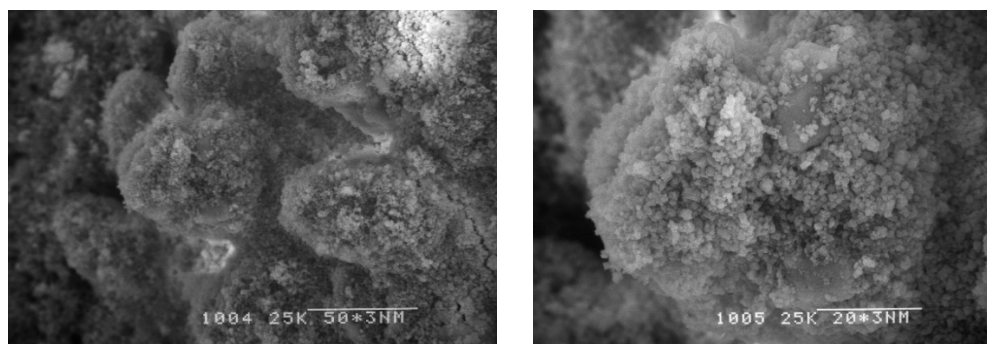


Рисунок 5 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава АМг12,0.

Габитус кристаллов байерита – строго изометричный с прямыми кристаллографическими гранями. Это шести- и восьмиугольные кристаллы размером 0,4 – 0,5 мкм.

По границам прямых граней байерита адсорбируется аморфная гидратная фаза благородной шпинели $(Al_2O_3-MgO) \cdot nH_2O$ (10 – 18%).

Зафиксировано наличие примесной фазы – $NaAlO_2$ (4% сверх 100%), она состоит из кристаллов короткопризматической формы шириной 4 – 8 мкм, длиной 8 – 12 мкм.

По данным РФА осадок после химического диспергирования сплава Al – Mo представлен двумя кристаллическими фазами: гиббсит ($\alpha - Al_2O_3 \cdot 3 H_2O$) и повеллит ($CaMoO_4$). Осадок в результате химического диспергирования Al – Mo представлен агломерированными частицами, агломераты характеризуются формой, близкой к сферической, и имеют «радиально–лучевое строение». Габитус кристаллов, составляющих сферические частицы, призматический (рисунок 6). Преобладающий размер агломератов – 50 – 80 мкм, размеры призматических кристаллов укладываются в интервал 8 – 15 мкм (60% об) и 15 – 40 мкм (40% об).

Осадок, полученный химическим диспергированием из сплава Al – Zr, представлен основными кристаллическими фазами: гиббситом ($\alpha-Al_2O_3 \cdot 3H_2O$), 89% масс. и интерметаллидом Al_3Zr (7% масс.). Размер областей когерентного рассеяния (ОКР) для гиббсита составляет 43 нм, а для интерметаллида 68 нм.

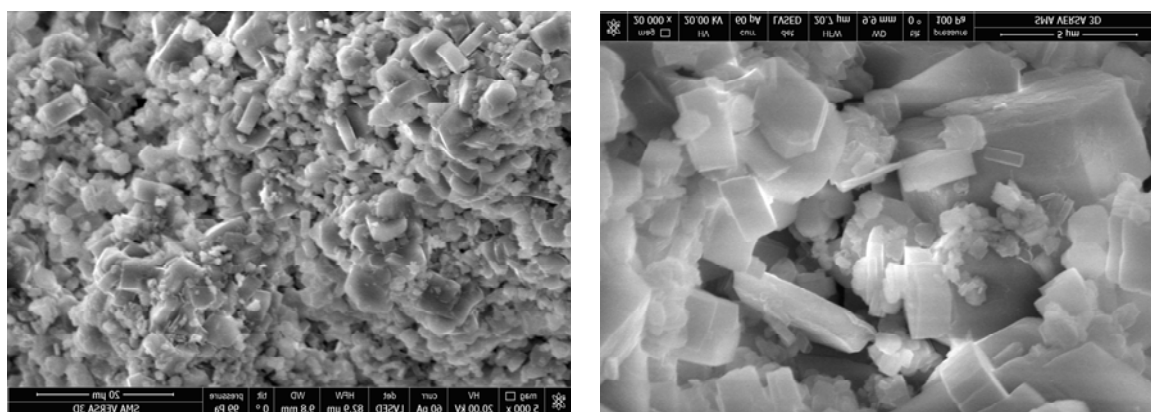


Рисунок 6 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава Al – Mo.

Анализируя состав порошка оксида алюминия с цирконием после химического диспергирования алюминий–циркониевого сплава, можно отметить наличие в порошке твердого раствора Al_3Zr в количестве 7% масс. (рисунок 7) с выраженной дендритной структурой. Это позволяет утверждать, что указанный состав действительно является эвтектическим.

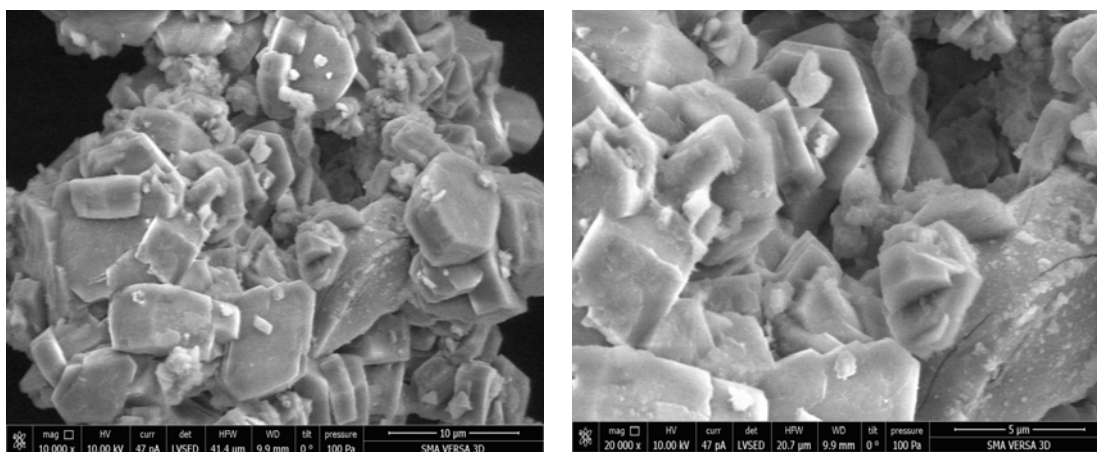


Рисунок 7 – Вид частиц порошка гидроксида алюминия, после химического диспергирования сплава Al – Zr.

Результаты исследования реологических свойств синтезированных порошков представлены в таблице 1.

Результаты изучения распределения частиц синтезированных порошков гидроксида алюминия по размерам приведены в таблице 2

Таблица 1 – Реологические свойства порошков после химического диспергирования и термообработки

Исходный сплав	Насыпная плотность		Критерий текучести $K = \rho_1 / \rho_2$, отн. ед.	Критерий уплотняемости $\delta = \rho_2 - \rho_1$, г/см ³	Степень утряски $S = \delta / \rho_1 \cdot 100$ %
	Свободная засыпка, ρ_1 , г/см ³	Засыпка после утряски, ρ_2 , г/см ³			
В-1469	0,59	1,24	0,47	0,65	109,6
АК12	1,04	1,44	0,72	0,39	38,1
Al – Zr	1,25	1,60	0,78	0,35	28,1
Al – Mo	1,31	1,66	0,79	0,35	26,5
АМ _{Г0,6}	0,41	0,66	0,62	0,25	60,98
АМ _{Г6}	0,31	0,40	0,78	0,13	41,94
АМ _{Г12}	0,27	0,33	0,82	0,06	22,22

Таблица 2 – Параметры распределений по размерам частиц синтезированных порошков

Материал	Модальный диам., мкм	Размах (d90–d10)/d50, мкм	D[4,3]	d10, мкм	d50, мкм	d90, мкм	Уд. поверхность, см ² /см ³
В-1469	1,11	5,38	2,7	0,13	1,32	7,23	158728
AK12	14,33	2,85	6,9	0,18	5,52	15,89	88140
Al – Zr	0,06	6,82	0,2	0,02	0,1	0,72	1017656
Al – Mo	2,15	5,19	4,2	0,77	2,22	12,28	59938
AM _{Г0,6}	3,69	2,09	1,4	0,23	1,25	2,86	95504
AM _{Г6}	2,97	1,94	2,4	0,32	1,85	3,9	61492
AM _{Г12}	4,09	2,45	7,4	2,74	5,49	16,16	12137

Исследование реологических свойств и гранулометрического состава порошков, полученных методом химического диспергирования алюминиевых сплавов различного состава, позволило установить взаимосвязь между параметрами исходного сплава, морфологией частиц получаемого порошка и его технологическими характеристиками. Разработанный метод химического диспергирования обеспечивает получение высокодисперсных порошков гидроксида алюминия со средним размером частиц не более 5 мкм (d50 от 0,1 до 5,52 мкм) и узким распределением по размерам (размах 1,94–6,82), при этом максимальная удельная поверхность достигается у порошка Al–Zr (1017656 см²/см³), что свидетельствует о наноразмерном характере частиц данного состава. Пластинчатая форма частиц (порошок В–1469) обеспечивает низкую текучесть (K=0,47), но высокую способность к уплотнению при утряске (S=109,6%). Аналогичные тенденции характерны для всех исследованных порошков и объясняются фазовыми превращениями гидроксидов в оксиды алюминия, которые сопровождаются изменением морфологии и плотности частиц. Установленные закономерности влияния химического состава исходного сплава на гранулометрический состав и реологические свойства порошков создают научную основу для целенаправленного регулирования технологических характеристик керамического сырья, а сочетание высокой

дисперсности, узкого распределения частиц по размерам и оптимальных реологических параметров (критерий текучести 0,62 – 0,89, степень утряски 22 – 61%) обеспечивает благоприятные условия для формования керамических изделий различными методами и получения плотноспечённой керамики с высоким уровнем эксплуатационных свойств.

Глава 4. Технология изготовления керамики

В главе приведено описание разработки технологии изготовления новых керамических материалов на основе синтезированных порошков. Для изготовления керамики с высокими показателями физико-механических свойств необходимо было выбрать правильный режим термообработки порошка. Такой режим должен обеспечивать сохранение оптимальной активности порошка к спеканию, снижение риска образования трещин в ходе обжига и, одновременно, получение в процессе спекания керамики с минимальным значением объемной усадки. Для этого нецелесообразно допускать полное завершение процесса $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода, приводящее к практически полной утрате прокаленным порошком исходно высокой активности к спеканию. В технологии керамики большое значение имеет величина усадки, как правило, связанная с высокой вероятностью появления трещин, деформаций и значительным разбросом линейных размеров керамики после обжига. Последнее становится особенно важно при уменьшении величины допусков размеров изделий.

Экспериментально подбирали температуру прокаливания порошкообразных осадков из ряда: 1100, 1200, 1300, 1400°C. В первой серии эксперимента из прокаленных порошков заготовки изготавливали одноосным прессованием в стальных формах при давлениях из ряда: 100, 150 и 200 МПа. Прессовки сушили при 120°C в течение не менее 2 ч. Обжиг керамики проводили при температуре 1500°C с выдержкой при максимальной температуре 1 час. Обнаружено, что высокими физико-механическими свойствами обладает керамика, изготовленная из порошка, прокаленного при 1100°C, при давлении прессования заготовок 200 МПа, но необходимо учесть, что такая керамика имеет больше 23% линейной усадки (для материалов, изготовленных из АК12,

Al – Zr, Al – Mo). Образцы, имеющие от 50% и выше общей пористости, характеризовались усадкой не выше 8%. При прокаливании порошков при 1400°C величина линейной усадки керамики из них стабильно не превышала 15% при общей пористости образцов 11%. Поэтому температура 1400°C была выбрана для прокаливании синтезированных порошков в дальнейших экспериментах.

В данной работе использовали следующие технологии формования образцов и изделий: одноосное полусухое прессование, горячее парафиновое литье и вибролитье из водных шликеров.

При полусухом прессовании для приготовления шихты в качестве временного технологического связующего (ВТС) использовали 5% водный раствор поливинилового спирта (ГОСТ 10779–78). Экспериментально установлено, что оптимальное содержание ВТС составляет от 5,5 до 8,3% масс. Прессование образцов производили в стальной пресс-форме при давлении 200 МПа. Выжигание связки проводили в 2 этапа: при температуре 200 градусов выдержка 1 час, после увеличивали температуру до 350 градусов, выдержка 1 час. Обжиг проводили при температуре 1500°C с выдержкой 1 час.

Технологию горячего литья из парафинового шликера применяли для изготовления керамики сложной формы. Для создания жидкотекучего шликера порошок смешивали с ВТС, в качестве которой использовали технический парафин с органическими добавками. Важно, что при концентрации ВТС в шликере более 17 масс. % возрастает вероятность повышения усадки и деформации обожжённого изделия.

В качестве пробного был выбран порошок, полученный химическим диспергированием сплава АК12, который имеет бимодальное распределение частиц по размерам. Также это связано с тем, что при обжиге он образует двухфазный материал из оксида алюминия и прослоек нефелина, которые создают армирующий эффект. Чтобы избежать образования агломератов порошок перед приготовлением шликера подвергали помолу в шаровой мельнице, футерованном изнутри корундовыми пластинами. Соотношение

порошок: мелющие тела составляло 1:4. В качестве мелющих тел использовали корундовые шары диаметром 12 мм. Скорость вращения барабана 50 оборотов в минуту, время выдержки 1 час. Порошок имел размер $D_{90} < 5,54$ мкм. В качестве ВТС использовали связку марки СВ-5 состава (88% парафина и 12% пчелиный воск). Литейную способность готового шликера определяли на установке для горячего шликерного литья под давлением 2 атм. и температуре 75 градусов с помощью прибора ПЛС-1. Достаточная для изготовления изделий с толщиной стенок 300 мкм литейная способность горячего шликера составляет 57 мм. Экспериментально выявлено, что для шликера из выбранного порошка она достигается при концентрации ВТС не более 9 масс. %

Удаление ВТС на основе парафина из отливок производили в тиглях или капсулах в объеме засыпки из порошка технического глинозема марки Г00 путем прокаливания в электрической печи сопротивления по режиму, включающему изотермические выдержки по 1 часу при 70, 100, 150, 300°C, скорости нагрева не более 5°C/ч. Прокаленные заготовки отделяли от засыпки вручную.

Обжиг керамики проводили при температуре 1530°C, выдержка 1 час.

Для изготовления крупногабаритных изделий сложной конфигурации применяли метод вибрационного литья из водных масс. В качестве основного материала использовали электрокорунд различных фракций: 1) с размером частиц 0,5 – 3 мм, 2) с размером частиц меньше 0,5 мм., 3) глинозем реактивный табулярный (ГРТ) с размером частиц около 4 мкм. Были изготовлены 15 формовочных смесей, состав которых представлен в таблице 3.

Для формования заготовок использовали вибростол VIBR-X с частотой 50 Гц и амплитудой 6 мм.

Экспериментально установлено, что наилучшими показателями по насыпной плотности и пустотности обладают массы № 3 и 8 (данные составы идентичны) с пропорциями 40–30–30, т.е. содержание крупной фракции (0,5 – 3 мм) – 40%, средней фракции (меньше 0,5 мм) – 30 % и мелкофракционного заполнителя (средний размер частиц 4 мкм) – 30%. Для данного состава экспериментально была подобрана влажность состава, равная

9% масс., обеспечивающая минимальную пористость и достаточную транспортировочную прочность. В результате сушки при температуре 70°C около 50% изготовленных материалов имели брак в виде трещин, пустот и т.д.

Таблица 3 – Составы шихты для вибрационного литья.

Пропорции		40-50-10	40-40-20	40-30-30	40-20-40	40-10-50
Номер массы		1	2	3	4	5
Фракции, г.	-3 +0,5	200	200	200	200	200
	-0,5 +0	250	200	150	100	50
	ГРТ	50	100	150	200	250
Пропорции		60-10-30	50-20-30	40-30-30	30-40-30	20-50-30
Номер массы		6	7	8	9	10
Фракции, г.	-3 +0,5	50	100	200	200	250
	-0,5 +0	50	100	150	250	300
	ГРТ	150	150	150	150	150
Пропорции		10-60-30	20-50-30	30-40-30	40-30-30	50-20-30
Номер массы		11	12	13	14	15
Фракции, г.	-3 +0,5	50	100	150	200	250
	-0,5 +0	300	250	200	150	100
	ГРТ	150	150	150	150	150

В качестве наномодифицирующей добавки для стабилизации данной суспензии была использована добавка порошка оксида алюминия, полученная химическим диспергированием сплава В-1469. Добавку на основе В-1469 добавляли к вышеописанной суспензии, изменяя её концентрацию с шагом 1%. Результат оценивали по количеству брака после сушки. Наилучший результат наблюдается у состава, содержащего 27% ГРТ и 3% добавки нанодисперсного порошка, полученного химическим диспергированием сплава В-1469. Доля брака после сушки составляла меньше 5%.

Изготовили партию изделий с добавкой указанного состава по обычно применяемой в производстве технологии, включающей обжиг изделий после сушки при температуре 1650°C в печи с воздушной атмосферой. Изделия подвергли в заводских условиях испытаниям на термостойкость, предусматривающим циклический нагрев до 1200°C и охлаждение в воде. Партия изделий, изготовленных с наномодифицирующей добавкой

синтезированного порошка, выдержала положенные по условиям испытаний 10 циклов.

Глава 5. Изучение фазового состава, структуры и физико–механических свойств разрабатываемого материала

В главе приведены структура, фазовый состав и физико-механические свойства керамических материалов, изготовленных из порошков, полученных химическим диспергированием алюминиевых сплавов. Все порошки после термической обработки подвергали помолу в течение 2 часов в шаровой мельнице. После помола порошки подвергали фракционированию и фракции выше 100 мкм отсеивали. Необходимо добавить, что содержание фракции выше 100 мкм составляло меньше 6% масс. Размеры частиц данных порошков представлены в таблице 4.

Анализ гранулометрического состава порошков после термической обработки и измельчения выявил существенные изменения параметров распределения частиц по размерам по сравнению с исходными порошками гидроксида алюминия.

Таблица 4 – Результаты анализа распределения частиц по размерам порошков после термической обработки и измельчения

Материал	Модальный диам., мкм	Размах (d90–d10)/d50, мкм	D[4,3]	d10, мкм	d50, мкм	d90, мкм	Уд. поверхность, см ² /см ³
В-1469	7,45	1,84	6,7	1,07	6,25	12,59	26954
АК12	14,33	2,85	6,9	0,18	5,52	15,89	88140
Al – Zr	3,49	2,82	4,8	0,87	3,54	10,88	32466
Al – Mo	12,54	1,77	8,6	1,36	8,53	16,51	31371
АМГ _{0,6}	16,78	3,51	10,1	0,70	6,78	24,55	30739
АМГ ₆	4,20	2,49	7,4	2,72	5,41	16,21	12216
АМГ ₁₂	15,72	3,18	8,8	0,62	6,31	20,72	33284

Модальный диаметр частиц исследуемых порошков варьируется в диапазоне от 3,49 мкм (Al – Zr) до 16,78 мкм (АМГ_{0,6}), при этом медианный размер d50 составляет от 3,54 до 8,53 мкм, что свидетельствует о сохранении

высокой дисперсности материалов после термического воздействия. Порошок Al – Zr характеризуется наименьшими значениями модального диаметра (3,49 мкм) и медианного размера (3,54 мкм), что указывает на его повышенную устойчивость к агломерации при термообработке. Максимальные значения модального диаметра зафиксированы у магнийсодержащих порошков $AM\Gamma_{0,6}$ (16,78 мкм) и $AM\Gamma_{12}$ (15,72 мкм), а также у порошков АК12 (14,33 мкм) и Al – Mo (12,54 мкм), что объясняется интенсификацией процессов спекания и агломерации частиц при термической обработке. Размах распределения $(d_{90} - d_{10})/d_{50}$ находится в пределах 1,77–3,51, причём наиболее узкое распределение характерно для порошков Al – Mo (1,77), В – 1469 (1,84) и $AM\Gamma_6$ (2,49), а наиболее широкое – для $AM\Gamma_{0,6}$ (3,51) и $AM\Gamma_{12}$ (3,18). Средневзвешенный диаметр $D[4,3]$ изменяется от 4,8 мкм (Al – Zr) до 10,1 мкм ($AM\Gamma_{0,6}$), отражая вклад крупных частиц в общее распределение. Удельная поверхность порошков после термообработки существенно снижается по сравнению с исходными гидроксидами и составляет от 12216 $см^2/см^3$ ($AM\Gamma_{0,6}$) до 88140 $см^2/см^3$ (АК12), что обусловлено укрупнением частиц вследствие фазовых превращений гидроксидов в оксиды алюминия и частичного спекания. Порошок АК12 сохраняет максимальную удельную поверхность (88140 $см^2/см^3$), что свидетельствует о его высокой активности к спеканию при последующем изготовлении керамических материалов.

Анализируя состав порошка оксида алюминия с цирконием после химического диспергирования алюминий–циркониевого сплава, можно отметить наличие в порошке твердого раствора Al_3Zr 7% масс. с выраженной дендритной структурой. Это позволяет утверждать, что указанный состав действительно является эвтектическим. Тот факт, что после спекания появляется эвтектика, содержащая оксиды циркония, подтверждается РФА (таблицы 5), поскольку после кристаллизации корунда на поверхности появляются капли в виде жидкой фазы.

Таблица 5 – Фазовый состав порошка и керамики Al – Zr, масс. %.

Фаза	Формула	Порошок Al – 10Zr	Керамика Al – 10Zr
Unknown	–	3%	
Гиббсит	Al(OH) ₃	89%	
Корунд	Al ₂ O ₃		83%
–	Al ₃ Zr	7%	
Бадделит	ZrO ₂		12%
Диоксид циркония (тетрагональный)	ZrO ₂		3%
Оксид натрия–алюминия	NaAl ₁₁ O ₃₇		3%

В ходе обжига при 1500°C только начинают зарождаться капли жидкой фазы и не происходит полного обволакивания Al₂O₃ (рисунок 8). Это позволяет предположить, что данная система перестает быть квазибинарной из-за разложения при первом нагреве интерметаллида, что подтверждается РФА (таблица 5).

Смещение пиков корунда и интерметаллида в области больших углов может также свидетельствовать об образовании твердых растворов циркония в алюминии. Таким образом, данную систему нельзя рассматривать как квазибинарную; она представляет собой политермический разрез системы Al₂O₃ – Al₃Zr – ZrO₂. Минимальная температура появления расплава в данной системе составляет 1500±15°C. Ниже этой температуры указанные фазы сосуществуют в твердом состоянии.

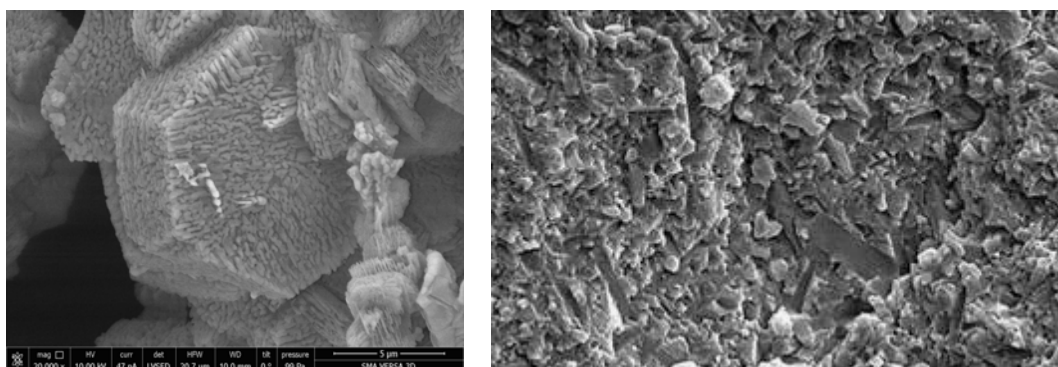


Рисунок 8 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава Al – Zr полусухим прессованием.

Структура керамики на основе порошка из сплава В-1469 представлена пластинками и агрегатами из этих пластинок, соединяющихся друг с другом при спекании. Пространство между частичками является пустым, что образует систему каналов и пор (рисунок 9).

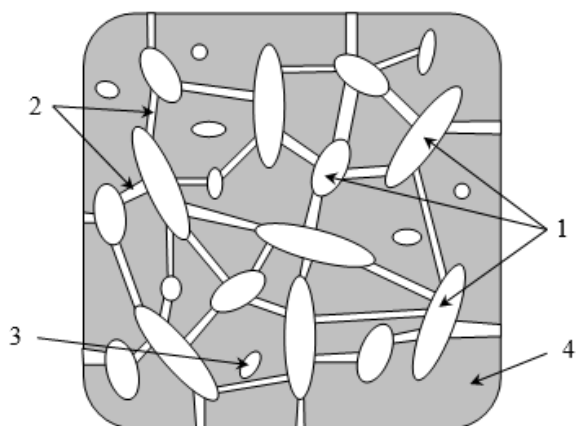


Рисунок 9 – Схематическое представление структуры спекеного материала, изготовленного из продукта химического диспергирования сплава Al – Li (1,5% масс.) (структура материала типа 4).

1 – система открытых сообщающихся пор через каналы 2 (поры и каналы микронного сечения); 3 – закрытые поры; 4 – мелкозернистая (матричная) составляющая материала.

Полученная структура материала, состоящая из системы сообщающихся пор и каналов микронного сечения (рисунок 10), по-видимому, способна к обеспечению значительной релаксации термических напряжений при высокоскоростных циклах «нагрев – охлаждение», к эффективному рассеянию теплового потока, а также к фильтрации газовых и жидких сред. Материал состоит из твердых частиц корунда Al_2O_3 , представленных пластинками, которые окружены оболочкой из хиббонита $CaAl_{12}O_{19}$, а вся конструкция упрочняется шпинельной фазой $Al_{2,667}O_4 - \sigma - Al_2O_3$.

Структура материала, изготовленного на основе порошка из сплава АК12, представлена высокоплотными зернами пластинчатой формы размером 1 – 10 мкм, содержащими субмикронные поры (рисунок 11). В данной структуре зафиксированы также межзеренные поры, размер которых сопоставим с размерами зерен. Таким образом, данная структура характеризуется бимодальным распределением пор по размерам.

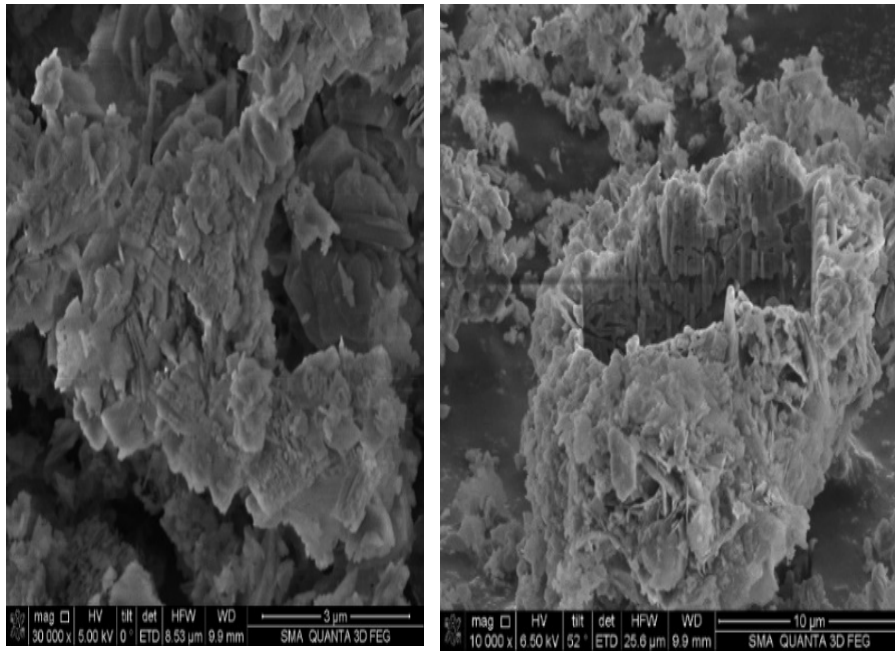


Рисунок 10 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава В-1469 полусухим прессованием.

Данный материал представлен двумя фазами: корунд и нефелин (натрий – алюмосиликатное соединение). Эта фаза, судя по полученным результатам, равномерно распределена по границам зерен корунда, образуя пространственную сетку, которая армирует изготовленный материал.

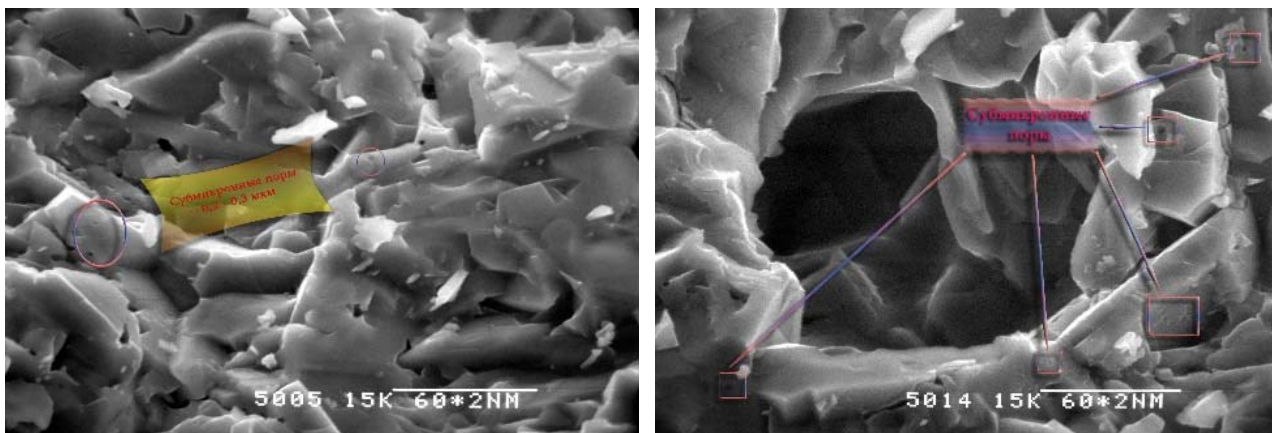


Рисунок 11 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава АК12 полусухим прессованием.

Керамика, изготовленная шликерным литьем и обожженная при 1530°C, имеет плотносспекшую структуру с пористостью меньше 1% (рисунок 12). Также видны субмикронные поры, которые не снижают несущую нагрузку.

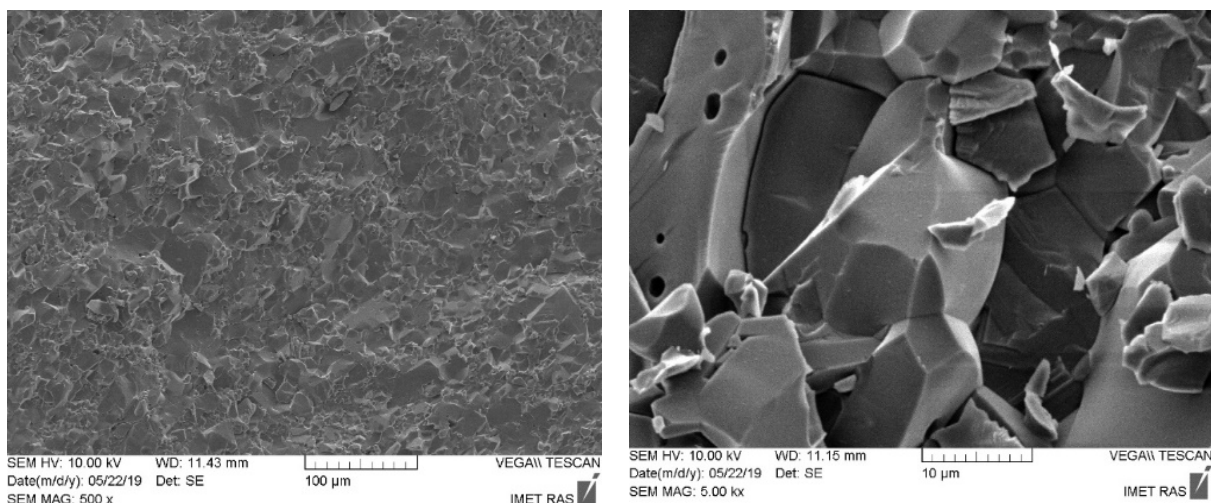


Рисунок 12 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава АК12 шликерным литьем.

Керамические материалы, изготовленные полусухим прессованием и обжигом при 1500°C с выдержкой 1 час из порошков на основе сплавов АМг с различным содержанием магния, представлены различными структурами.

На рисунке 13 показаны фрактограммы поверхностей изломов сплава Al –Mg (0,6%масс.). На всех фрактограммах можно выделить субмикронные и микронные кристаллы, межкристаллические субмикронные поры, агломераты, образованные мелкодисперсной фазой, и межагломератные поры.

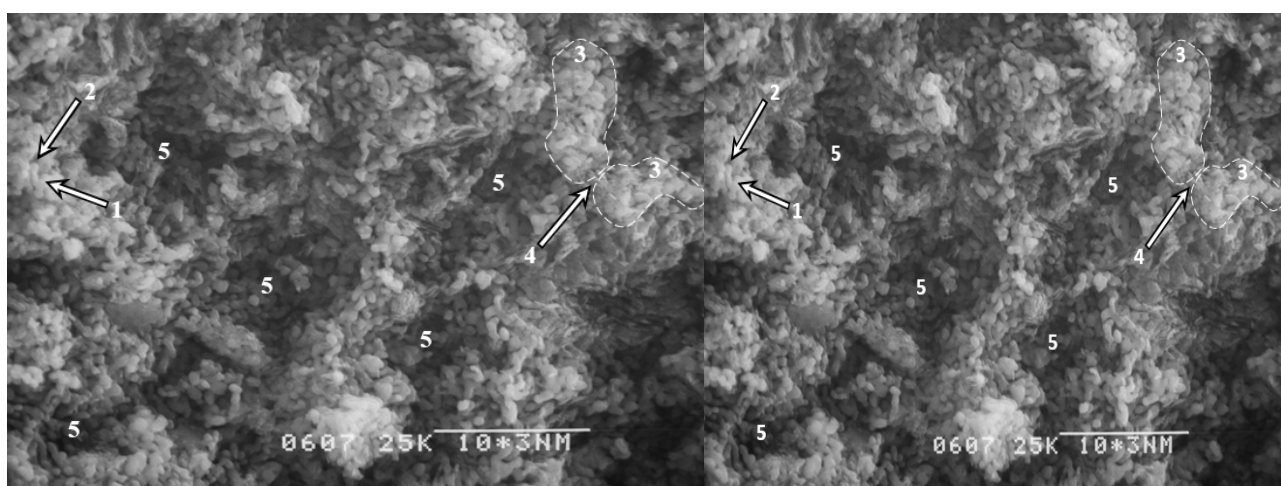


Рисунок 13 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава АМг0,6 полусухим прессованием, где 1 – мелкодисперсная фаза (субмикронные и микронные кристаллы); 2 – субмикронные межкристаллические поры; 3 – агломераты образованные мелкодисперсной фазой; 4 – межагломератные поры; 5 – полости — локальные области вырыва мелких округлых гранул.

Общей отличительной особенностью рассматриваемых фрактограмм является значительное количество локальных областей вырыва округлых гранул из мелкодисперсной фазы с образованием характерных полостей.

Основная кристаллическая фаза – $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (92 – 94%) гексагональной сингонии, состоящая из призматических кристаллов длиной 2 – 3 мкм и толщиной 1,0 – 1,5 мкм.

Для материала на основе порошка из сплава АМг6 также зафиксированы полости – локальные области вырыва округлых гранул из мелкодисперсной фазы, а также осколок–полусфера от полой толстостенной (4 – 5 мкм) округлой гранулы (рисунок 14), прочно связанный с мелкокристаллической фазой за счет спекания. Образование такой гранулы могло произойти за счет зернограничной коррозии мелкого зерна исходного сплава.

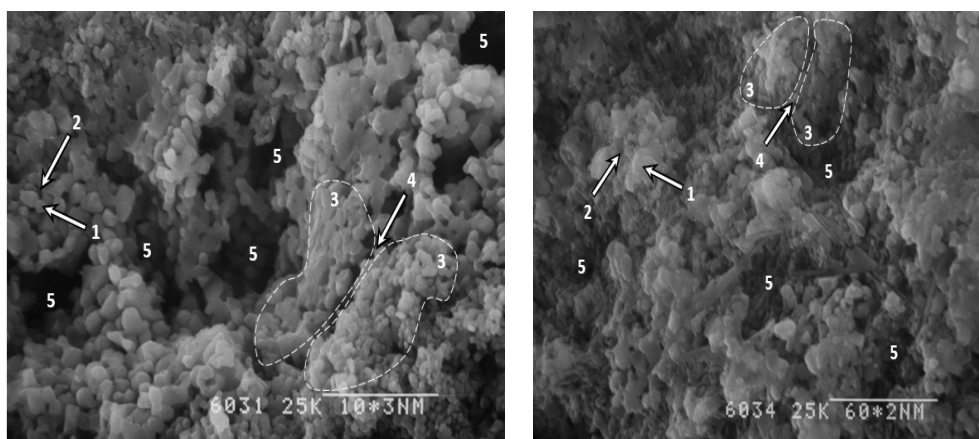


Рисунок 14 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава АМг6,0 полусухим прессованием, где 1 – мелкодисперсная фаза (субмикронные и микронные кристаллы); 2 – субмикронные межкристаллические поры; 3 – агломераты, образованные мелкодисперсной фазой; 4 – межагломератные поры; 5 – полости — локальные области вырыва округлых гранул

На рисунке 15 представлены фрактограммы поверхностей изломов материала Al – Mg (12% масс). На всех приведенных фрактограммах поверхностей изломов можно выделить общие характерные элементы структуры: мелкодисперсную фазу (по данным петрографического анализа – это кристаллы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и Al_2MgO_4), состоящую из субмикронных и микронных

кристаллов, межкристаллические субмикронные поры, а также агломераты, образованные кристаллами мелкодисперсной фазы и межагломератные поры.

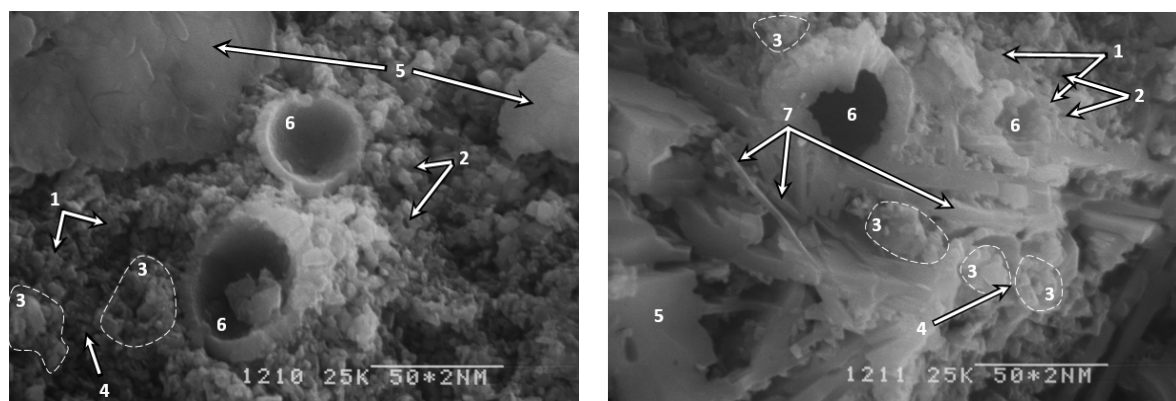


Рисунок 15 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава АМг12,0 полусухим прессованием, где 1 – мелкодисперсная фаза (субмикронные и микронные кристаллы); 2 – мелкокристаллические субмикронные поры; 3 – агломераты образованные мелкодисперсной фазой; 4 – межагломератные поры; 5 – осколки оболочки округлой гранулы; 6 – осколки округлых гранул в виде полусфер

Визуально в структуре оболочки нельзя зафиксировать межкристаллических субмикронных пор, присущих мелкодисперсной фазе. Это можно объяснить конденсацией в межкристаллическом поровом пространстве оболочки и на ее поверхности $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и Al_2MgO_4 из паровой фазы. Такое «залечивание» субмикронных пор в структуре оболочки приводит к значительному возрастанию ее плотности и прочности. Наличие в структуре нитевидных кристаллов может обеспечить армирующий эффект, позволяющий сочетать высокие показатели пористости и прочности разрабатываемого материала.

Структура керамики, полученной из порошка Al – Mo, представлена пористыми зёрнами размером 1 – 10 мкм, которые являются спечёнными в объёме прессовки исходными сферолитами (рисунок 16). Данные структурные элементы состоят из микронных и субмикронных частиц, а также пор аналогичного размера, что обеспечивает формирование развитой системы открытой пористости.

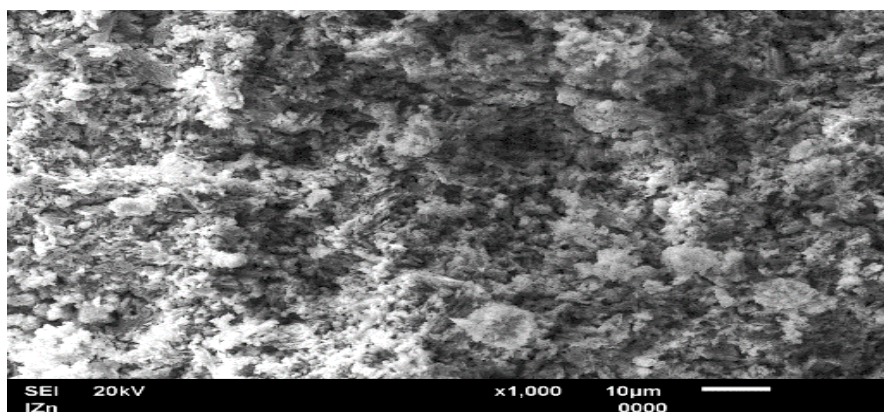


Рисунок 16 – Вид поверхности материала после излома, полученного из сплава Al – Mo полусухим прессованием

Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о том, что молибден присутствует в структуре керамики в виде молибдата кальция CaMoO_4 , содержание которого составляет 4% от общего объёма; основной фазой является корунд $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (90%), оставшаяся часть представлена аморфной фазой, не идентифицируемой методом РФА.

Результаты физико-механических свойств керамических материалов представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Физико-механические свойства керамики.

	ρ , г/см ³	ΔV , %	П _{об} , %	П _{откр} , %	П _{закр} , %	$\sigma_{изг}$, МПа	$\sigma_{сж}$, МПа	σ_p , МПа	K _{Ic} МПа·м ^{1/2}	a_H , Дж/м ²
В-1469	1,76	6,1	53	45,5	7,5	60	182	23	1,0	$1,75 \cdot 10^3$
АК12	2,94	12	25	2	23	120	600	26	2,0	$8,5 \cdot 10^3$
Al – Zr	3,32	15	11	1	10	320	1200	130	5,5	$6,5 \cdot 10^3$
Al – Mo	1,44	7	67	60	7	45	180	14	1,0	$1,25 \cdot 10^3$
АМГ _{0,6}	2,52	10,3	37	31	6	50	240	15	0,9	
АМГ ₆	2,52	10	37	30	7	60	280	17	1,4	
АМГ ₁₂	1,32	7	65	39	11	47	210	15	0,7	
Шлик. литье	3,92	9	<1	0	0	450	1850	160	7,0	$8 \cdot 10^3$
Вибро литье	3,23	10	17	11	6	22	75	9	1,0	

Материалы, обожженные из синтезированных порошков алюминиевых сплавов, полученных химическим диспергированием, обладают разнообразными свойствами. Начиная от материалов с общей пористостью 67% и заканчивая абсолютно плотными материалами. Разнообразие свойств этих материалов определяет их применение в различных областях промышленности. Пористые материалы могут использоваться для создания теплоизоляционных материалов, фильтров, катализаторов и огнеупоров. Плотнospеченные материалы, в свою очередь, подходят для изготовления элементов защиты для бронезилетов, волокон для протяжки проволок среднего диаметра, термостойкого огнезащитного материала (таких как подставки, плиты для садки спекаемых изделий, тигли, лодочки, элементы футеровки печей) для эксплуатации в различных условиях, включая воздушную атмосферу, защитные газовые среды и вакуум, при рабочих температурах в диапазоне 1500° – 1700°С.

Керамика, полученная методом шликерного литья, характеризуется плотностью 3,92 г/см³, пористостью менее 1%, пределом прочности при изгибе 450 МПа, прочностью при сжатии 1850 МПа и трещиностойкостью 7,0 МПа·м^{1/2}. В то время как алюмооксидная керамика, полученная методом свободного спекания, характеризуется пределом прочности при изгибе 300-350 МПа, а корундовая керамика с добавками нанокристаллического оксида алюминия, полученная методом прессования и спекания при 1500°С, достигает прочности при изгибе 314 – 437 МПа и трещиностойкости 4,3 МПа·м^{1/2}. Таким образом, разработанная керамика превосходит известные аналоги по прочности при изгибе на 29–43%, а по трещиностойкости на 63%.

Материалы, изготовленные из порошков В-1469, Al – Mo и AMГ₁₂, характеризуются высокой пористостью в диапазоне от 50% до 67%, а также обладают высокой прочностью по сравнению с материалами аналогичной пористости. Для оценки возможности использования данных материалов в качестве фильтрующих элементов было проведено исследование их устойчивости к воздействию щелочей и кислот, результаты которого представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Значения кислотостойкости и щелочестойкости разработанного материала

Наименование образца	Значение кислотостойкости, %	Значение щелочестойкости, %
В-1469	95 – 96	91 – 92
Al – Мо	95 – 97	94 – 95
АМГ ₁₂	97 – 98	92 – 93

Результаты исследования показали, что керамические образцы, полученные в ходе эксперимента, обладают не только высоким уровнем кислотостойкости – от 95% до 98%, но и рядом других значимых свойств: В-1469 способен отделять радиоактивные нуклиды из водных растворов, а Al – Мо и АМГ₁₂, несмотря на развитую пористую структуру, по механической прочности не уступают плотнопечённой керамике, что существенно расширяет область их практического применения.

Керамический материал изготовленный из сплава АМГ₁₂ обладает сравнительно низким коэффициентом теплопроводности (коэффициент теплопроводности: при 400°С – 0,792 Вт/м·К, при 800°С – 0,436 Вт/м·К, при 1200°С – 0,357 Вт/м·К), который уменьшается с увеличением температуры среды более чем в два раза. Этот факт объясняется как наличием развитого пористого пространства, его сложной структурой, извилистостью пор и каналов, так и химической природой его структурных составляющих, а главное – наличием твердого раствора оксида алюминия в шпинели, нарушающего стехиометрический состав вещества, снижающего электро- и теплопроводность и делающего материал эффективным теплоизолятором.

Учитывая изученные характеристики нового материала, был сделан вывод о его потенциальном применении для создания высокопористых фильтров для газовых и жидких сред, носителей катализаторов, пористых антифрикционных изделий, работающих в условиях трения с самосмазыванием, а также для огнеупорной облицовки печей и эффективной теплоизоляции.

Материал изготовленный ГШЛ из порошка АК12 обладает высокими показателями механических свойств и диэлектрическим сопротивлением. Из данного материала были изготовлены керамические изоляторы (рисунок 17).

Данный керамический материал успешно прошли натурные испытания на диэлектрическое сопротивление, обладают высокой плотностью $3,92 \text{ г/см}^3$, низкой пористостью. Для данного материала был написан лабораторный технологический регламент.



Рисунок 17 – Керамический изолятор изготовленный ГШЛ из синтезированного порошка АК12.

ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Разработан новый метод химического диспергирования алюминиевых сплавов для получения высокодисперсных порошков гидроксидов алюминия, легированных кремнием, магнием, литием, молибденом и цирконием. В основе метода лежит процесс химического твердо–жидкофазного взаимодействия с образованием ультрадисперсных продуктов реакции. Установлено, что при увеличении температуры выше 40°C и концентрации NaOH на 20% происходит бурная экзотермическая реакция, которая приводит к закипанию щелочного раствора и коагуляции частиц с последующей их пассивацией металлгидроксидной оболочкой. Если температура ниже 20°C и концентрация

NaOH ниже 12%, реакция останавливается в самом начале процесса. Это связано с недостаточным количеством гидроксид-ионов NaOH.

2. Разработан технологический процесс химического диспергирования, учитывающий тип легирующих элементов сплавов систем Al – Si, Al – Mg, Al – Li, Al – Zr и Al – Mo. Определены диапазоны температур, концентрации растворов щелочей и скорости перемешивания, позволяющие получать требуемые свойства высокодисперсных порошков гидроксида алюминия. Разработанные режимы защищены патентами РФ: №136796, №163349, №162034, №163349, №111840.

3. Определены структура и фазовый состав порошков, полученных химическим диспергированием алюминиевых сплавов АК12, АМг0,6, АМг6, АМг12, В-1469, Al – Zr, Al – Mo. Показано, что кремнийсодержащие порошки состоят из агломератов нерегулярной формы, размером до 20 мкм, составленных из полиэдрических кристаллов размером 2 – 3 мкм, порошки с магнием состоят из полых сферических частиц, объемная доля которых возрастает с увеличением содержания магния в исходном сплаве, литийсодержащий порошок состоит из пластинчатых частиц, толщиной от 100 до 600 нм и длиной до 50 мкм. Порошок из сплава алюминия с молибденом представлен агломератами почти сферической формы, размерами 50 – 80 мкм размеры призматических кристаллов укладываются в интервал 8 – 15 мкм (объемная доля 60%) и 15 – 40 мкм (объемная доля 40%), порошок из сплава алюминия с цирконием состоит из частиц призматической формы с размерами в диапазоне 10 – 40 мкм. Фазовый состав порошка сплава с кремнием включает гиббсит и байерит, причем гиббсит составляет 87% массы. В фазовом составе порошка сплава АМг0,6 доминирует α -Al₂O₃, также присутствуют в небольшом количестве γ -Al₂O₃, β -Al₂O₃, натриевый алюминат β -модификации и следы алюмо-магнезиальной шпинели MgAl₂O₄. Для сплава АМг6 характерно наличие байерита и твердого раствора замещения Mg⁺² в Al(OH)₃. Фазовый состав сплава АМг12 включает в себя: аморфный бемит (12 – 15%), байерит (40 – 50%) и аморфную гидратную фазу благородной шпинели (Al₂O₃ – MgO)·nH₂O (10 – 18%) при дополнительном

присутствии NaAlO_2 . Порошок сплава с молибденом представлен двумя фазами: гиббситом ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), повеллитом (CaMoO_4). В порошке сплава с цирконием доминирует гиббсит (89% масс.), а также присутствует интерметаллид Al_3Zr (7% масс.). Порошок из сплава В-1469 состоит из двух основных фаз: $\text{Al}(\text{OH})_3$ – гиббсита и байерита с моноклинной кристаллической решеткой, а также норстрандита с триклинной решеткой и $\text{LiAl}_2(\text{OH}) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ с гексагональной решеткой.

4. Определены микроструктура и фазовый состав керамических материалов из порошков, полученных химическим диспергированием сплавов алюминия с Si, Mg, Li, Zr и Mo. Показано, что использование порошков из легированных алюминиевых сплавов приводит к формированию композитной структуры получаемых керамик, состоящей из комбинации кристаллических фаз: для сплава с Si – корунда и нефелина, с Mg – корунда и шпинели, с Li – трех различных модификаций шпинельных фаз и корунда, с Mo – корунда и силиката, а с Zr – корунда, силиката и диоксида циркония. Структура керамики из порошка сплава с цирконием представлена дендритами, с литием – пластинами толщиной 100–600 нм и агрегатами из этих пластин, с кремнием – пластинами размером от 1 до 10 мкм, содержащими межзеренные размером 0,1 – 10 мкм поры. Структура керамики с Mg состоит из субмикронных и микронных гранул. Структура керамики с молибденом представлена зернами размером 1 – 10 мкм.

5. Разработана технология получения беспористого керамического материала из порошка сплава АК12, включающая горячее шликерное литье и обжиг в воздушной атмосфере при температуре не выше 1530°C . Предел прочности материала при изгибе составил 450 МПа, при сжатии – 1850 МПа, удельное электрическое сопротивление 10^{13} Ом·м/м². Показано, что усадка керамики при обжиге не превышает 9%, что повышает выход годных изделий. Изоляторы, изготовленные из данного материала, прошли испытания в реальных условиях эксплуатации. Освоено серийное производство.

6. Показано, что керамика, изготовленная полусухим прессованием порошка, полученного методом химического диспергирования сплава АК12,

имеет величину ударной вязкости $8,5 \cdot 10^3$ Дж/м², сопоставимую с таковой у известных аналогов из плотноспеченной алюмооксидной керамики. Данный материал был испытан в качестве элементов броневой защиты в соответствии с ГОСТ Р 50744–95 и получено заключение о его рекомендации к применению в бронежилетах класса Бр5.

7. Показано, что химическое диспергирование алюминиевых сплавов с магнием является альтернативным способом получения полых алюмооксидных микросфер. Установлено, что выход данных микросфер в продукте повышается с увеличением содержания магния в исходном сплаве. Керамики, полученные из этих порошков, обладают сравнительно низким коэффициентом теплопроводности (коэффициент теплопроводности: при 400°С – 0,792 Вт/м·К, при 800°С – 0,436 Вт/м·К, при 1200°С – 0,357 Вт/м·К), который уменьшается более чем в два раза с увеличением температуры окружающей среды. Это позволяет использовать материал в качестве теплоизолятора.

8. Показано, что керамика, изготовленная из порошка сплава В-1469, имеет открытую пористость 45%, общую пористость 51%, кажущуюся плотность 1,95 г/см³. Материал имеет при этом прочность при изгибе 51 МПа, параметр трещиностойкости 0,7 МПа·м^{1/2}, прочность при ударной вязкости $1,5 \cdot 10^3$ Дж/м². Испытания фильтров из данной керамики показали, что материал проявляет способность отделять радиоактивные нуклиды из водных растворов.

9. Разработана технология получения керамики на основе порошка, полученного методом химического диспергирования сплава Al – Mo, с общей пористостью 67%, открытой пористостью 60%, кажущейся плотности 1,44 г/см³. Прочность керамики при изгибе составляет 50 МПа, параметр трещиностойкости – 1,0 МПа·м^{1/2}, прочность при ударной вязкости – $1,25 \cdot 10^3$ Дж/м².

10. Разработана технология водного вибролитья керамического капсуля сложной конфигурации с рабочей температурой до 1800°С из массы, содержащей помимо основных зернистых фракций промышленно производимого электрокорунда, нанодисперсную добавку в количестве 3% из

порошка, полученного методом химического диспергирования сплава В-1469. Добавка предотвращает расслоение формовочной массы изготовлении вибрационным литьем. Выпущена опытная партия тиглей, проведены их испытания. Термостойкость изделий, изготовленных с применением разработанной добавки, составила не меньше 10 термоциклов.

11. На основе полученных экспериментальных данных была разработана и запатентованы (патент РФ №136796, №163349, №162034, №163349, №111840) установки для получения ультрадисперсных легированных порошков гидроксида и оксида алюминия.

Список основных публикаций по теме работы в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК и Scopus

1. Шляпин А.Д. Свойства гидроксида алюминия, получаемого при производстве водорода / Шляпин А.Д., Иванов Д.А., Омаров А.Ю. // Машиностроение и инженерное образование. – 2011. – №2. – С. 48 – 51.

2. Шляпин А.Д. Физико–механические свойства нового керамического материала / Шляпин А.Д., Рыбальченко В.В., Иванов Д.А., Хайри А.Х., Омаров А.Ю. // Машиностроение и инженерное образование. – 2011. – №4. – С. 25 – 29.

3. Шляпин А.Д. Изучение порошков гидроксида алюминия, полученных методом химического диспергирования алюминия и его сплавов / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Хайри А.Х., Трифонов Ю.Г. // Новые огнеупоры. – 2012. – № 10. – С. 27 – 32.

Shlyapin A.D. Study of aluminum hydroxide powder prepared by chemical dispersion of aluminum and its alloy / Shlyapin A.D., Omarov A.Y., Khairi A.K., Trifonov Y.G. // Refractories and Industrial Ceramics. 2013, Volume 53, Issue 5, pp. 317–321.

4. Омаров А.Ю. Технологическая схема спекания нанодисперсных порошков, полученных методом химического диспергирования / Омаров А.Ю., Бадаев Ф.З., Трифонов Ю.Г. // Новые огнеупоры. – 2012. – № 10. – С. 32 – 35.

Omarov A.Yu. Production scheme for sintering nanodispersed powders prepared by chemical dispersion / A. Yu. Omarov, F. Z. Badaev, Yu. G. Trifonov // *Refractories and Industrial Ceramics*. 2013, Volume 53, Issue 5, pp. 322–325.

5. Омаров А.Ю. Физико–механические свойства керамических материалов, полученных их отходов рабочего цикла генератора водорода / Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Васин А.А., Касатова Н.А. // *Новые огнеупоры*. – 2012. – № 11. – С. 52 – 57.

6. Шляпин А.Д. Структура и фазовый состав нового керамического материала / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г. // *Новые огнеупоры*. – 2012. – № 12. – С. 18 – 21.

7. Шляпин А.Д. Метод химического диспергирования как способ получения нанодисперсного порошка оксида алюминия для изготовления конструкционных нанокерамик с уникальными свойствами / Шляпин А.Д., Алехин В.П., Омаров А.Ю. // *Наноинженерия*. – 2012. – № 3. – С. 9–11.

8. Шляпин А.Д. Структура и фазовый состав порошков, полученных химическим диспергированием алюминиево–магниевого сплава / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Сидорцова О.Л. // *Машиностроение и инженерное образование*. – 2013. – №1. – С. 21 – 25.

9. Шляпин А.Д. Исследование фазового состава алюминиево–магниевого керамик, получаемых из сплавов алюминия с содержанием магния 0,6 и 6% / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Сидорцова О.Л. // *Машиностроение и инженерное образование*. – 2013. – №2. – С. 49 – 53.

10. Шляпин А.Д. Изучение порошков оксида алюминия, полученных методом химического диспергирования алюминиево–магниевого сплава / Шляпин А.Д., Тарасовский В.П., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г. // *Новые огнеупоры*. – 2013. – № 6. – С. 63 – 65.

11. Омаров А.Ю. Физико–механические свойства керамических материалов, полученных при химическом диспергировании алюминиевого сплава марки АК12 / Шляпин А.Д., Тарасовский В.П., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Айрих А.И. // *Новые огнеупоры*. – 2013. – № 7. – С. 30 – 33.

12. Омаров А.Ю. Структура и фазовый состав новых керамических материалов, полученных из порошков гидроксидов алюминия методом химического диспергирования алюмомагниевого сплава / Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г. // Новые огнеупоры. – 2013. – № 9. – С. 37 – 40.

Omarov A.Yu. Structure and phase composition of ceramic materials prepared from aluminum hydroxide powder by chemical dispersion of aluminum–magnesium alloys / Omarov A.Yu., Trifonov Yu.G. // Refractories and Industrial Ceramics. 2014. Т. 54. № 5. С. 362–365.

13. Шляпин А.Д. Изучение порошков, полученных методом химического диспергирования алюминиево–литиевых сплавов / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Касатова Н.А // Огнеупоры и техническая керамика. – 2013. – №3. – С. 15–20.

14. Шляпин А.Д. Структура порошков гидроксида алюминия, получаемых в качестве побочного продукта при производстве водородного топлива / Шляпин А.Д., Тарасовский В.П., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г. // Стекло и керамика. – 2013. – №5. – С. 31 – 32.

Omarov A.Yu. Structure of aluminum hydroxide powders obtained as a byproduct of hydrogen fuel production / A. D. Shlyapin, A. Yu. Omarov, V.P. Tarasovskii, Yu. G. Trifonov // Glass and Ceramics. 2013, Volume 70, Issue 5–6, pp. 192–194.

15. Шляпин А.Д. Исследование структуры и фазового состава алюмооксидных порошков, полученных методом химического диспергирования алюминиевого сплава с различным содержанием магния / Шляпин А.Д., Тарасовский В.П., Омаров А.Ю., Никольский В.С., Курбатова И.А. // Стекло и керамика. – 2013. – №12. – С. 17 – 20.

A. D. Shlyapin. Investigation of the Structure and Phase Composition of Aluminum Oxide Powders Obtained by Chemical Dispersion of an Aluminum Alloy with Different Magnesium Content / A. D. Shlyapin, V. P. Tarasovskii, A. Yu. Omarov, V. S. Nikol'skii, I. A. Kurbatova // Glass and Ceramics. 2014, Volume 70, Issue 11–12, pp 437–440

16. Шляпин А.Д. Физико–механические свойства керамического материала, полученного из нанодисперсных порошков оксида алюминия / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Касатова Н.А // Наноинженерия. – 2013. – №9. – С. 36 – 39.

17. Васин А. А. Пористая керамика из порошков, полученных методом химического диспергирования сплава Al–Mg (20 мас. %) / Васин А. А., Тарасовский В. П., Рыбальченко В. В., Омаров А. Ю. // Новые огнеупоры. – 2014. – № 11. – С. 47–49.

A. A. Vasin. Porous Ceramic Made from Powders Prepared by Chemical Dispersion of Alloy Al–Mg (20 wt.%) / A. A. Vasin, V. P. Tarasovskii, V. V. Rybal'chenko, A. Yu. Omarov // Refractories and Industrial Ceramics. 2015. Volume 55, Issue 6, pp 532–534.

18. Шляпин А.Д. Высокопористый прочный керамический материал из порошка, полученного химическим диспергированием алюминиевого сплава, содержащего литий / Шляпин А.Д., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Тарасовский В.П. // Новые огнеупоры. – 2015. – № 4, – С. 53 – 55.

Omarov A.Yu. Highly Porous Strong Ceramic Material Made from Powder Prepared by Chemical Dispersion of Aluminum Alloy Containing Lithium / Yu. G. Trifonov, A. D. Shlyapin, A. Yu. Omarov, V. P. Tarasovskii // Refractories and Industrial Ceramics. 2015, Volume 56, Issue 2, pp 201–203.

19. Омаров А.Ю. Структура, фазовый состав и реологические свойства порошков, полученных химическим диспергированием сплавов алюминия с Мо, V и Zr. / Омаров А.Ю., Шляпин А.Д. // Машиностроение. – 2018. – Т. 6. – № 2. – С. 39–45.

Omarov A.Yu. The Structure, Phase Composition and Rheological Properties of Powders Obtained by Chemical Dispersion of Al Alloys with Mo, V and Zr / A.Yu. Omarov, A.D. Shlyapin // Solid State Phenomena Submitted: 2018. ISSN: 1662–9779, Vol. 284, pp 167–175

20. Васин А.А. Алюомагнезиальной шпинели с использованием метода химического диспергирования алюминий–магниевого сплава с повышенным

содержанием магния / Васин А.А., Корнюшин М.В., Омаров А.Ю., Марченко С.С. // Оригинальные исследования. – 2019. – Т. 9. – № 12. – С. 5–17.

21. Васин А.А. Механизм структуро- и фазообразования полых микросфер алюмомагнезиальной шпинели при получении порошков с использованием метода химического диспергирования алюминий-магниевого сплава / Васин А.А., Тарасовский В.П., Смирнов А.В., Омаров А.Ю., Резниченко А.В., Скакова Т.Ю. // Стекло и керамика. – 2020. – № 1. – С. 3–9.

Vasin A.A. Structure and phase formation mechanism for hollow spheres of aluminum-magnesia spinel in obtaining powders by chemical dispersion of aluminum-magnesium alloys / Vasin A.A., Tarasovskii V.P., Smirnov A.V., Omarov A.Y., Reznichenko A.V., Skakova T.Y. // Glass and Ceramics. 2020. T. 77. № 1–2. С. 3–8.

Статьи, опубликованные в базах данных Scopus и Web of Science:

1. Omarov A.Yu. Highly porous ceramic material made of powder obtained by chemical dispersion of lithium-containing aluminum alloy / Yu. G. Trifonov, A. D. Shliapin, A. Yu. Omarov // International Journal of Advanced Biotechnology and Research, ISSN 0976–2612, Online ISSN 2278–599X, Vol–7, Issue–4, 2016, pp. 1377–1380.

2. Omarov A.Yu. Structure and phase composition of the powders obtained by Chemical dispersion of aluminum-zirconium alloy / A. Yu. Omarov, A. D. Shliapin, N. I. Beliayeva // Journal of Fundamental and Applied Sciences, ISSN 1112–9867, Fundam Appl Sci. 2016, 8(3S), 2565–2570. doi: <http://dx.doi.org/10.4314/jfas.v8i3s.399>

Патенты РФ:

1. Патент №2013128383. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Омаров А.Ю., Юрасов А.Б., Васин А.А., Рыбальченко В.В., Шляпин А.Д. – Заявл. 21.06.2013. – Оpubл. 27.12.2014. – Бюл. № 36.

2. Патент № 2012146829. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Баринов С.М., Демин В.А., Иванов А.В.,

Иванов Д.А., Омаров А.Ю., Рыбальченко В.В., Хайри А.Х., Шляпин А.Д., Шляпин С.Д., – Заявл. 02.11.2012. – Оpubл. 10.05.2014 Бюл. № 13.

3. Патент № 2536692. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Омаров А.Ю., Юрасов А.Б., Васин А.А., Рыбальченко В.В., Шляпин А.Д., – Заявл. 21.06.2013. – Оpubл. 27.12.2014. Бюл. № 36.

4. Патент № 163349. Устройство для получения гидроксидов алюминия и водорода / Омаров А.Ю., Шляпин А.Д., Касатова Н.А., Никишкина О.В., – Заявл. 26.11.2015. – Оpubл. 10.07.2016. Бюл. № 19

5. Патент №2584992. Способ получения алюмооксидной конструкционной керамики / Бадаев Ф.З., Касатова Н.А., Левченко В.А., Омаров А.Ю., Хайри А.Х., Шляпин А.Д. – Заявл. 16.12.2014. – Оpubл. 27.05.2016. Бюл. № 15

6. Патент №136796. Установка по производству порошков методом химического диспергирования / Шляпин А.Д., Рыбальченко В.В., Руденко И.Б., Омаров А.Ю., Кравченков А.Н., Кошкин В.И., Зайцев Е.С., Васин А.А., Хомяков С.М., – Заявл. 24.06.2013. – Оpubл. 20.01.2014. Бюл. № 2

7. Патент № 2013149984. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Иванов А.В., Иванов Д.А., Кошкин В.И., Омаров А.Ю., Шляпин А.Д., Шляпин С.Д. – Заявл. 11.11.2013. – Оpubл. 20.05.2015. Бюл. № 14

8. Патент № 2453517. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Баринов С.М., Демин В.А., Иванов А.В., Иванов Д.А., Омаров А.Ю., Хайри А.Х., Шляпин А.Д., Шляпин С.Д. – Заявл. 09.12.2010. Оpubл. 20.06.2012. Бюл. № 17

9. Патент № 2545270. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Баринов С.М., Иванов А.В., Иванов Д.А., Кошкин В.И., Омаров А.Ю., Трифонов Ю.Г., Шляпин А.Д., Шляпин С.Д. – Заявл. 21.11.2013. – Оpubл. 27.03.2015. Бюл. № 9

10. Патент № 2522487. Способ получения конструкционной алюмооксидной керамики / Баринов С.М., Демин В.А., Иванов А.В., Иванов Д.А., Омаров А.Ю., Рыбальченко В.В., Хайри А.Х., Шляпин А.Д., Шляпин С.Д. – Заявл. 02.11.2012. – Оpubл. 10.05.2014. Бюл. № 13

11. Патент № 111840. Установка для получения водорода и гидроксидов алюминия из алюминия или его сплавов / Демин В.А., Шляпин А.Д., Порошин В.В., Кошкин В.И., Хайри А.Х., Омаров А.Ю., Руденко И.Б. – Заявл. 23.06.2011. – Оpubл. 27.12.2011. Бюл. № 36