



УДК 544.452 + 621.762.2 + 666.3

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-3-25-38>Научная статья
Research article

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез высокодисперсной композиции керамических порошков Si_3N_4 – SiC с применением азида натрия и политетрафторэтилена

И. А. Уварова, А. П. Амосов , Ю. В. Титова, В. А. НовиковСамарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244 egundor@yandex.ru

Аннотация. Тугоплавкие керамические композиционные материалы системы «нитрид кремния – карбид кремния» (Si_3N_4 – SiC) обладают широким спектром ценных свойств и находят применение в различных промышленных областях в качестве прекрасных огнеупоров, конструкционных жаропрочных материалов в условиях больших механических нагрузок при высоких температурах, легких функциональных материалов для защиты от микроволнового излучения в авиации и космонавтике. Свойства композиционной керамики Si_3N_4 – SiC могут существенно улучшаться при повышении дисперсности компонентов композита, при переходе от компонентов микронных размеров к высокодисперсным (<1 мкм). Работа посвящена усовершенствованию простого энергосберегающего метода азидного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) композиций таких порошков из смесей порошка азид натрия (NaN_3) и элементных порошков кремния и углерода за счет использования активирующей и карбидизирующей добавки порошкового политетрафторэтилена (ПТФЭ). Эти смеси (шихты) в насыпном и прессованном виде сжигались в реакторе с давлением газообразного азота 3 МПа. Измерялись максимальное давление и выход твердых продуктов горения. С применением сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа определялись микроструктура и фазовый состав продуктов горения. Использование добавки ПТФЭ позволило устранить недостатки традиционного азидного СВС композиций Si_3N_4 – SiC с применением галоидных солей NH_4F , Na_2SiF_6 и $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$. При сохранении высокой дисперсности синтезированных композиций порошков Si_3N_4 – SiC их фазовый состав, особенно при использовании прессованных шихт, стал значительно ближе к задаваемому теоретическому составу, существенно увеличилось содержание карбида кремния в синтезированном продукте Si_3N_4 – SiC при уменьшении содержания примесей свободных кремния и углерода.

Ключевые слова: нитрид кремния, карбид кремния, композиции порошков, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, азид натрия, политетрафторэтилен, продукты горения, состав, структура

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда в рамках гранта № 23-29-00680.

Для цитирования: Уварова И.А., Амосов А.П., Титова Ю.В., Новиков В.А. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез высокодисперсной композиции керамических порошков Si_3N_4 – SiC с применением азид натрия и политетрафторэтилена. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия.* 2025;19(3):25–38.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-3-25-38>

Self-propagating high-temperature synthesis of a highly dispersed Si_3N_4 -SiC ceramic powders composition using sodium azide and polytetrafluoroethylene

I. A. Uvarova, A. P. Amosov , Yu. V. Titova, V. A. Novikov

Samara State Technical University
 244 Molodogvardeiskaya Str., Samara 443100, Russia

 egundor@yandex.ru

Abstract. Refractory ceramic composite materials of the silicon nitride–silicon carbide (Si_3N_4 -SiC) system possess a wide range of valuable properties and are used across various industrial fields as excellent refractories, structural heat-resistant materials capable of withstanding high mechanical loads at elevated temperatures, and lightweight functional materials for microwave radiation shielding in aviation and aerospace applications. The performance of Si_3N_4 -SiC composite ceramics can be significantly enhanced by increasing the dispersion of the component powders, transitioning from micron-sized particles to highly dispersed powders ($<1 \mu\text{m}$). This study focuses on improving a simple, energy-efficient method of azide self-propagating high-temperature synthesis (SHS) for obtaining such highly dispersed powder compositions, using mixtures of sodium azide (NaN_3) with elemental silicon and carbon powders, activated and modified by carbiding addition of powdered polytetrafluoroethylene (PTFE). These charge compositions, in both bulk and pressed forms, were combusted in a nitrogen atmosphere at 3 MPa. The maximum pressure and solid product yield were measured. The phase composition and microstructure of the combustion products were examined using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The introduction of PTFE as a reactive carbiding and activating additive effectively overcame the limitations of conventional azide SHS processes that use halide salts such as NH_4F , Na_2SiF_6 , and $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$. In addition to ensuring a high dispersion of the synthesized powders, the phase composition – particularly for the pressed charges – became significantly closer to the target theoretical composition. Notably, the silicon carbide content in the Si_3N_4 -SiC product increased substantially, while the amounts of free silicon and carbon impurities decreased.

Keywords: silicon nitride, silicon carbide, powder compositions, self-propagating high-temperature synthesis, sodium azide, polytetrafluoroethylene, combustion products, phase composition, microstructure

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation under grant No. 23-29-00680.

For citation: Uvarova I.A., Amosov A.P., Titova Yu.V., Novikov V.A. Self-propagating high-temperature synthesis of a highly dispersed Si_3N_4 -SiC ceramic powders composition using sodium azide and polytetrafluoroethylene. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(3):25–38. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-3-25-38>

Введение

Тугоплавкие керамические композиционные материалы системы «нитрид кремния – карбид кремния» (Si_3N_4 -SiC) обладают широким спектром ценных свойств и находят применение в различных промышленных областях. В первую очередь, эти материалы являются прекрасными огнеупорами и могут использоваться при высокой температуре (до 1500°C) благодаря превосходному сопротивлению окислению и ползучести, химической стабильности, низкому коэффициенту термического расширения, стойкости к тепловому удару [1]. Такие огнеупоры получают методом реакционного связывания порошка SiC частицами Si_3N_4 , синтезируемыми прямым азотированием кремния в прессованной порошковой смеси SiC и Si в атмосфере азота при высоких температурах (1300 – 1450°C) в течение нескольких часов [1; 2]. Продукт синтеза представляет собой двухфазную смесь α - Si_3N_4 и β - Si_3N_4 . Плотность

и прочность композитов тем выше, чем больше содержание волокнистой кристаллической фазы α - Si_3N_4 , которое возрастает при уменьшении размеров частиц SiC и Si, а также при наличии небольших примесей кислорода в атмосфере азота, приводящих к интенсивному окислению Si, образованию пара SiO и газофазному синтезу α - Si_3N_4 [1; 2]. Если промышленно выпускаемые карбидокремниевые огнеупоры (без Si_3N_4 в своем составе) имеют прочность на сжатие до 100 МПа при пористости порядка 20 % [3], то, например, реакционно-связанный композит состава $46\text{SiC}-50\text{Si}_3\text{N}_4-4\text{Y}_2\text{O}_3$ (%) показывает прочность на сжатие 319 МПа при пористости 26 % [1].

Композиционные огнеупоры Si_3N_4 -SiC получают также другими методами – формованием путем полусухого прессования (до 8 % жидкого связующего), пластическим формованием (до 24 % связующего), шликерным литьем (до 80 % воды) с последующими сушкой и спеканием при температурах до 1600°C [4–6]. В этих методах в качестве исходных

применяются обычно смеси полидисперсных микропорошков Si_3N_4 и SiC от тонкой фракции (1–5 мкм) до крупной (50–200 мкм) для обеспечения наиболее плотной упаковки частиц в порошковой смеси и конечном композите. Очевидно, использование таких сравнительно крупных порошков и большая пористость порядка 20 % не позволяют достичь в огнеупорах максимально возможных значений прочности композитов Si_3N_4 – SiC , в том числе при высоких температурах.

Для применения композитов Si_3N_4 – SiC в качестве конструкционных жаропрочных материалов в условиях больших механических нагрузок при высоких температурах (например, в газотурбинных двигателях) или в качестве высокотвердых инструментальных и износостойких материалов необходимо достижение максимально возможных значений твердости, прочности и вязкости разрушения. Для этого используются другие методы изготовления композитов Si_3N_4 – SiC , позволяющие приблизиться к их теоретической плотности и получить пористость, не превышающую доли процента. К ним относятся: спекание смеси порошков Si_3N_4 и SiC при повышенных температурах до 2000 °С (в том числе с образованием жидкой фазы) без применения давления; горячее прессование; горячее изостатическое прессование; искровое плазменное спекание; методы аддитивной технологии [5; 7–10]. При использовании этих методов неоднократно было показано, как существенно могут улучшаться механические свойства композиционной керамики Si_3N_4 – SiC при повышении дисперсности компонентов композита, при переходе от компонентов микронных размеров к высокодисперсным (<1 мкм), субмикронным (0,1–1,0 мкм) и наноразмерным (1–100 нм) компонентам, поэтому в настоящее время особое внимание уделяется разработке наноструктурных керамических композитов Si_3N_4 – SiC [11–15]. При этом у нанокompозитов Si_3N_4 – SiC наряду с повышением механических свойств улучшается и способность к поглощению микроволнового излучения, что важно для применения этих нанокompозитов в качестве легких функциональных материалов для защиты от микроволнового излучения в авиации и космонавтике [16].

На первый взгляд, проще всего нанокompозиты Si_3N_4 – SiC изготавливать *ex situ* из заранее приготовленных нанопорошков Si_3N_4 и SiC путем их механического смешивания, компактирования и спекания. Однако нанопорошки очень дороги, так как их невозможно получить простым механическим измельчением из дешевых крупных порошков, а приходится синтезировать различными дорогостоящими химическими методами [5]. Кроме того, наночастицы обладают сильной адгезией друг к другу, образуя прочные агломераты, которые трудно разрушить при механи-

ческом смешивании, что не позволяет получить однородную смесь нанопорошков. Такая неоднородность приводит при уплотнении и спекании к образованию дефектов структуры композита в виде большой химической неоднородности, разнотерности, пор и трещин [14]. С этой точки зрения в случае высокодисперсных порошков лучше использовать не *ex situ* механические методы смешивания приготовленных заранее керамических порошков, а *in situ* химические методы прямого синтеза нужной смеси керамических порошков из исходных реагентов [1; 14].

Известно несколько методов химического синтеза субмикронных и нанопорошковых композиций Si_3N_4 – SiC : пиролиз кремнийсодержащих полимеров; пиролиз метана и покрытие частиц Si_3N_4 высокодисперсным углеродом; карботермическое восстановление диоксида кремния в присутствии газообразного азота; газофазные реакции; плазмохимический синтез [14–21]. Но для этих методов характерно большое энергопотребление из-за необходимости нагрева до высоких температур и длительных выдержек, а также применение дорогостоящих оборудования и реагентов. Поэтому данные методы ограничиваются изготовлением композиционных порошков в лабораторных условиях и не переданы в промышленное производство, где поставщики керамических порошков по-прежнему производят только монофазные порошки, а большинство нанокompозитных керамических порошков получают традиционным способом смешивания и измельчения составляющих их монофазных порошков [14; 15]. Тем не менее химические методы синтеза композиционных порошков являются передовыми и требуют дальнейшего расширения и индустриализации. Когда эта цель будет достигнута, высококачественные нанокompозитные порошки станут коммерчески доступными, что, как ожидается, положительно скажется на эксплуатационных характеристиках производимой композитной керамики [14; 15].

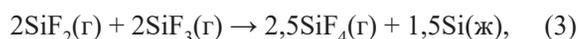
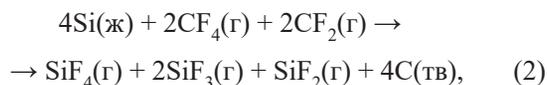
Среди химических методов синтеза субмикронных и наноразмерных порошковых композиций Si_3N_4 – SiC выделяется своей простотой и энергоэффективностью метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), основанный на горении недорогих исходных реагентов [22–24]. В самом простом случае сжигания смеси порошков кремния (размер частиц $d < 15$ мкм) и технического углерода ($d < 1$ мкм) в газообразном азоте при давлении 1–7 МПа, т.е. в системе $\text{Si}-n\text{C}-\text{N}_2$, горение удастся инициировать при содержании сажи не более $n = 0,8$, и продукт горения представляет собой композицию порошков Si_3N_4 – SiC с содержанием 5–60 мас. % SiC , остальное – Si_3N_4 с доминирующим содержанием β -модификации и небольшое количество непрореагировавшего кремния. Основную

часть продукта горения составляют частицы с размером 2–3 мкм, хотя присутствуют и более крупные с размером до 15 мкм в виде столбчатых кристаллов или агломератов из мелких частиц.

Использование активирующей добавки порошкового политетрафторэтилена (ПТФЭ) $(C_2F_4)_n$ в небольшом количестве 5–15 мас. % расширяет пределы горения системы Si–C–N₂ и дает возможность получить композиты с любым соотношением компонентов Si₃N₄ и SiC (от 0 до 100 %) с микронными размерами частиц и малой долей α -Si₃N₄ [22]. Применение такой разновидности СВС, как азидный СВС, в системах Si–C–NaN₃–ГС с использованием порошков кремния (Si), технического углерода (C), азид натрия (NaN₃) в качестве азотирующего реагента и галоидных солей (ГС) (NH₄F, Na₂SiF₆ и (NH₄)₂SiF₆) в качестве активирующей газифицирующейся добавки позволило при сжигании этих систем в насыпном состоянии в атмосфере азота при давлении 4 МПа в реакторе объемом 4,5 л получить высокодисперсные композиции Si₃N₄–SiC с содержанием карбидной фазы от 1,6 до 41,8 %, отличающиеся от синтезированных ранее с применением процесса горения как более высокой дисперсностью (преимущественно 100–500 нм), так и бóльшим содержанием α -фазы Si₃N₄ (до 10 раз больше, чем β -Si₃N₄) [23–25]. Однако экспериментальные составы синтезированных композиций заметно отличались от расчетных теоретических составов значительно бóльшим содержанием нитрида кремния и значительно меньшей долей карбида кремния, а также наличием примесей свободного кремния (до 5,7 %) и свободного углерода (до 5,1 %).

Известно, что реакция синтеза карбида кремния из смеси элементарных порошков кремния и технического углерода Si + C = SiC является слабоэкзотермической и ее нельзя провести в режиме горения [26]. Однако можно повысить реакционную способность смеси Si + C предварительным подогревом, наложением электрического поля, механической активацией, химической активацией, использованием среды газообразного азота или воздуха и провести реакцию синтеза SiC в режиме горения. Наиболее простым и эффективным способом является применение химической активирующей добавки политетрафторэтилена $(C_2F_4)_n$, которое приводит к полному протеканию реакции $Si + 0,9C + 0,05C_2F_4 = SiC + 0,1F_2$ в атмосфере азота при давлении 3 МПа и образованию частиц SiC со средним размером около 200 нм [27]. Стадийность химических превращений и структурообразования в волне горения смесей Si–C–C₂F₄ при относительно большом содержании ПТФЭ (C₂F₄:C = 0,5÷3,0) исследована в работе [28] при сжигании прессованных смесей порошков в атмосфере аргона при давлении 0,5 МПа. Продукты горения наряду с карбидом кремния содержали 16–33 % оста-

точного кремния (который нужен для образования Si₃N₄ при синтезе композиции Si₃N₄–SiC) и состояли из пористых агломератов размером 10–20 мкм, включающих закристаллизовавшиеся капли кремния и зерна SiC величиной 0,3–0,7 мкм. Более того, ПТФЭ можно использовать не только в качестве активирующей добавки, но и как карбидизирующий реагент вместо технического углерода при горении насыпной смеси Si + C₂F₄ в газообразном аргоне при давлении 0,5 МПа и синтезе карбида кремния в виде волокон диаметром 100–500 нм и равноосных частиц размером 0,5–3,0 мкм, объединенных в агломераты [29]. Однако при этом выход по синтезу SiC оказался очень мал, только около 10 % от общей массы шихты прореагировало с образованием ватоподобного SiC, остальной продукт представлял собой черный порошок из углерода и кремния. Такой результат был объяснен следующей последовательностью реакций при образовании карбида кремния с участием политетрафторэтилена C₂F₄ [28; 29]:



На первой стадии (1) происходит экзотермическое разложение ПТФЭ в зоне прогрева на газообразные фториды и твердые частицы углерода. На промежуточных стадиях (2) и (3) газообразные фториды взаимодействуют друг с другом и с частицами расплавленного кремния. На завершающей стадии (4) взаимодействуют частицы кремния и углерода (как исходного в виде сажи, так и полученного при разложении ПТФЭ) с образованием целевого карбида кремния. Для образования высокодисперсного SiC необходимо выполнение всех стадий, но реализация только первой стадии приводит к образованию газообразных фторидов и частиц сажи [29]. Горение с участием ПТФЭ происходит с высокой скоростью и интенсивным газовыделением, сопровождаемым разбросом компонентов шихты, при котором частицы кремния не могут вступить в реакцию с частицами углерода, так как реакция между ними маловероятна в объеме газа [29]. Таким образом, шихта с применением ПТФЭ должна быть не в насыпном, а в прессованном виде и с бóльшим размером прессованного брикета (диаметром 30 мм и более), а также сжигаться под избыточным давлением газа в СВС-реакторе, чтобы подавлять уход продуктов разложения ПТФЭ из зоны реакции [27–30].

Как показано в нашей работе [31], такой подход вполне оправдал себя при азидном СВС другой высокодисперсной порошковой композиции AlN–SiC с применением ПТФЭ. Частичная замена углерода в составе карбидизирующей смеси $0,9C + 0,05C_2F_4$ позволила устранить в большинстве случаев различных соотношений целевых фаз AlN и SiC недостатки традиционного азидного СВС с применением галоидных солей $(NH_4)_2SiF_6$, AlF_3 и NH_4F . При сохранении высокой дисперсности синтезированных композиций порошков AlN–SiC их фазовый состав, особенно при использовании прессованных шихт, стал значительно ближе к задаваемому теоретическому составу, существенно выросло содержание фазы SiC, исчезли нежелательные побочные фазы нитрида кремния и водонерастворимой соли криолита Na_3AlF_6 .

Попытка получить целевые составы высокодисперсной нитридно-карбидной композиции Si_3N_4 –SiC согласно стехиометрическим уравнениям при полной замене углерода на ПТФЭ в исходной смеси реагентов азидного СВС оказалась неудачной [32]. В случае насыпных смесей целевые фазы Si_3N_4 и SiC образовывались в очень малом количестве, а основным продуктом горения был свободный углерод. Такой результат соответствовал результатам работы [29] и объяснялся реализацией только первой стадии горения с реакциями (1) и (2) разложения ПТФЭ и образования газообразных фторидов кремния и свободного углерода. В случае прессованных смесей значительная часть частиц кремния успевала вступить в реакцию (4) с частицами углерода, поэтому целевые фазы Si_3N_4 и SiC образовывались в большем количестве, но из-за наблюдающегося и здесь разброса шихты заметная часть кремния оставалась непрореагировавшей. При этом количество синтезированной фазы SiC было значительно меньше теоретического количества согласно стехиометрическим уравнениям.

В связи с этим, как продолжение исследований [23–25; 32], в настоящей работе с целью увеличения содержания карбида кремния и приближения состава высокодисперсной композиции Si_3N_4 –SiC к теоретическому составу было изучено применение в методе азидного СВС частичной замены углерода на ПТФЭ в составе исходной смеси реагентов, т.е. проведено исследование процесса и продуктов горения системы Si – NaN_3 – C – C_2F_4 .

Методика исследований

Для исследования процесса азидного СВС композиций Si_3N_4 –SiC с частичной заменой углерода на ПТФЭ в составе исходной смеси реагентов (шихт) использовались следующие исходные компоненты шихт (здесь и далее – мас. %): порошок крем-

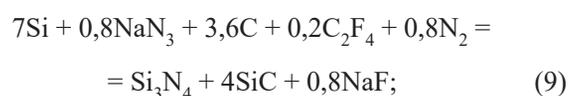
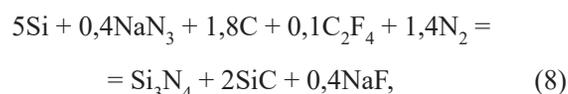
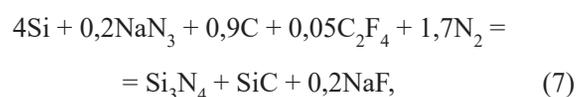
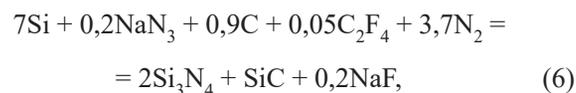
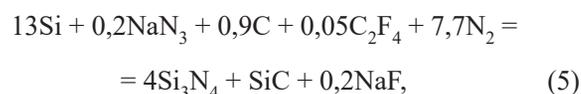
ния марки Кр00 (содержание основного вещества $\geq 99,9\%$, средний размер частиц $d = 40$ мкм); порошок азидата натрия классификации «Ч» ($\geq 98,71\%$, $d = 100$ мкм), политетрафторэтилен марки ПН-40 ($\geq 99,0\%$, $d = 40$ мкм), технический углерод (сажа) марки П701 ($\geq 88,0\%$, $d = 70$ нм в виде агломератов до 1 мкм).

Согласно работе [22], для получения большого содержания SiC в композитах с нитридом кремния необходимо частично замещать технический углерод активирующей карбидизирующей добавкой ПТФЭ в количестве 5, 10 и 15 %. При таком замещении получаются карбидизирующие смеси технического углерода с ПТФЭ следующего состава, эквивалентные 1 моллю карбидизирующего углерода:

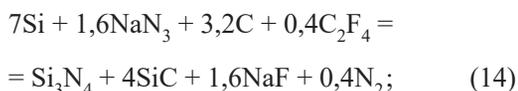
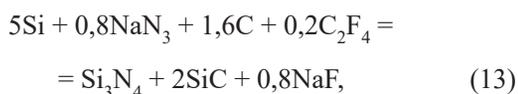
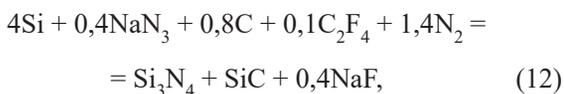
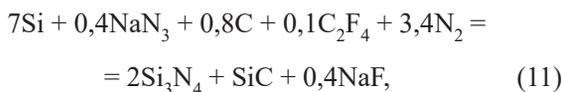
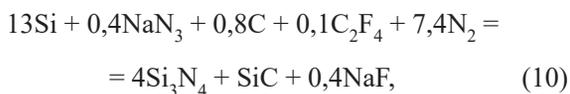


В рассматриваемом случае азидного СВС такой активный азотирующий реагент, как азид натрия NaN_3 , добавляется в шихту в количестве, необходимом для нейтрализации фтора, выделяющегося при полном разложении ПТФЭ, и увязывания фтора в водорастворимое соединение NaF, легко удаляемое из продукта азидного СВС водной промывкой. В итоге стехиометрические уравнения азидного СВС композиций порошков Si_3N_4 –SiC для 5 мольных соотношений целевых фаз нитрида кремния и карбида кремния: $Si_3N_4:SiC = 4:1; 2:1; 1:1; 1:2; 1:4$ – с применением карбидизирующих смесей (A)–(C) с ПТФЭ при сжигании в газообразном азоте будут иметь следующий вид:

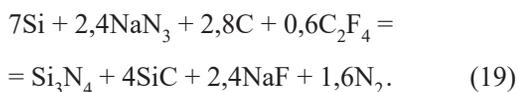
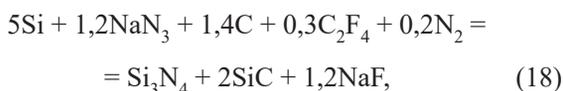
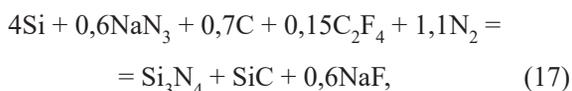
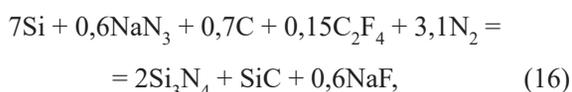
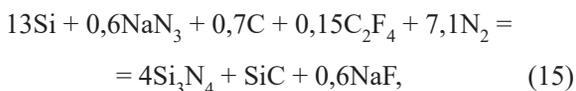
– для карбидизирующей смеси (A):



– для карбидизирующей смеси (B):



– для карбидизирующей смеси (C):

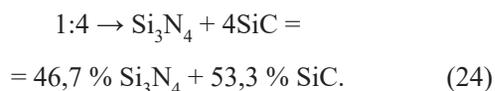
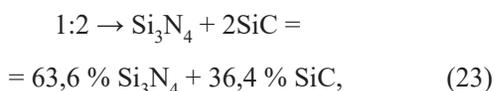
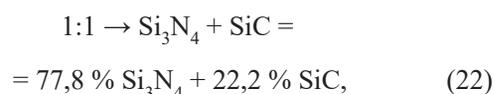
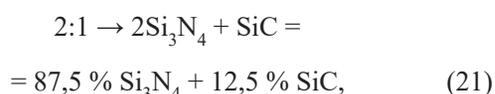
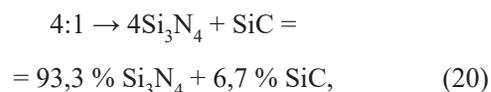


Смеси исходных реагентов уравнений (5)–(19) с массой в среднем 22 г сжигались в реакторе азидного СВС объемом 4,5 л с начальным давлением газообразного азота в нем $P_0 = 3$ МПа как в насыпном виде в кальковом стаканчике диаметром 30 мм и высотой 45 мм, так и в виде прессованных давлением 7 МПа брикетов диаметром 30 мм и высотой в среднем 22 мм. Горение инициировалось электрической вольфрамовой спиралью. Максимальное давление газа (P_{max}), возникающее в реакторе во время горения, фиксировалось по манометру. Охлажденный продукт горения извлекался из реактора, разрушался до сыпучего порошкообразного состояния в фарфоровой ступке и отмывался водой от побочного продукта – фторида натрия (NaF). Высушенный

отмытый продукт горения взвешивался и по разнице между массой шихты (m_0) и массой продукта (m_k) определялась потеря массы (Δm , %), которая трактовалась как разброс реагентов и продуктов при интенсивном горении. Фазовый состав синтезированных продуктов определяли на порошковом рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA (Thermo Fisher Scientific, Швейцария), оснащенном рентгеновской трубкой с медным анодом. Расшифровку дифрактограмм и количественную оценку фазового состава методом Ритвельда выполняли в программе «HighScore Plus» с использованием базы кристаллографических данных COD-2024. Исследование морфологии и размера частиц синтезированных композиций проводили на сканирующем электронном микроскопе JSM-6390A (Jeol, Япония).

Результаты и их обсуждение

В химических уравнениях (5)–(19) состав продуктов реакций выражен в молях, а в эксперименте – в мас. %. При переходе от мольных соотношений нитрида кремния с карбидом кремния к массовым процентам получают следующие соотношения для теоретического состава целевых композиций Si_3N_4 –SiC при условии удаления водорастворимой побочной соли NaF из продуктов реакций (5)–(19):



Результаты экспериментального определения параметров горения (максимального давления в реакторе P_{max} и потери массы Δm) исходных насыпных и прессованных порошковых смесей реакций (5)–(19), а также фазовых составов промытых твердых продуктов реакций представлены в таблице.

Из таблицы следует, что насыпные шихты уравнений (5)–(8) не горят, а горение шихты из уравнения (9) не приводит к образованию целевых фаз Si_3N_4 и SiC,

**Параметры горения исходных порошковых смесей (шихт) реакций (5)–(19)
и теоретический и экспериментальный фазовые составы промытых твердых продуктов реакций
для насыпных и прессованных шихт**

**Combustion parameters of the initial powder mixtures (charges) for reactions (5)–(19)
and theoretical and experimental phase compositions of the washed solid reactions for bulk and pressed charges**

Уравнение реакции	Si ₃ N ₄ :SiC (моль)	P _{max} , МПа	Δm, %	Содержание фаз в продуктах реакций, мас. %						
				Теория		Эксперимент				
				Si ₃ N ₄	SiC	α-Si ₃ N ₄	β-Si ₃ N ₄	SiC	Si	C
Насыпные шихты										
(5)	4:1			Нет горения						
(6)	2:1			Нет горения						
(7)	1:1			Нет горения						
(8)	1:2			Нет горения						
(9)	1:4	3,19	38,9	46,7	53,3	–	–	–	56,0	44,0
(10)	4:1			Нет горения						
(11)	2:1	3,00	83,8	87,5	12,5	30,0	59,0	8,0	–	–
(12)	1:1	3,70	46,3	77,8	22,2	18,0	56,0	23,0	3,0	–
(13)	1:2	4,02	19,4	63,6	36,4	19,0	52,0	27,0	2,0	–
(14)	1:4	4,02	30,6	46,7	53,3	22,0	24,0	52,0	2,0	–
(15)	4:1	3,50	58,2	93,3	6,7	40,1	50,7	5,2	4,0	–
(16)	2:1	3,19	57,0	87,5	12,5	35,0	51,4	9,6	4,0	–
(17)	1:1	3,89	74,6	77,8	22,2	23,3	53,6	20,5	2,6	–
(18)	1:2	4,23	80,1	63,6	36,4	20,9	44,8	30,6	3,7	–
(19)	1:4	4,13	81,4	46,7	53,3	20,9	29,1	49,0	1,0	–
Прессованные шихты										
(5)	4:1			Нет горения						
(6)	2:1			Нет горения						
(7)	1:1			Нет горения						
(8)	1:2	3,00	15,0	63,6	36,4	58,0	–	35,0	7,0	–
(9)	1:4	3,29	9,9	46,7	53,3	33,0	26,0	37,0	4,0	–
(10)	4:1			Нет горения						
(11)	2:1	3,29	56,9	87,5	12,5	34,2	60,4	5,4	–	–
(12)	1:1	3,45	17,2	77,8	22,2	29,0	49,0	16,0	–	6,0
(13)	1:2	3,96	32,4	63,6	36,4	25,0	44,0	31,0	–	–
(14)	1:4	3,78	27,1	46,7	53,3	22,1	37,6	40,3	–	–
(15)	4:1	3,54	17,5	93,3	6,7	43,6	49,1	6,3	1,0	–
(16)	2:1	3,78	18,6	87,5	12,5	30,2	59,5	10,3	–	–
(17)	1:1	4,01	12,6	77,8	22,2	27,9	48,5	21,6	2,0	–
(18)	1:2	4,04	35,3	63,6	36,4	23,0	45,0	32,0	1,0	–
(19)	1:4	4,36	80,4	46,7	53,3	23,6	27,9	48,5	–	–

так как продукты горения представляют собой только смеси свободных элементов кремния и углерода. Такие результаты можно объяснить тем, что уравнения (5)–(9) отражают использование шихт с карбидизирующей смесью (А), которая содержит минимальное количество активирующей добавки политетрафторэтилена (0,05C₂F₄ в 1 моль карбидизирующего угле-

рода). В то же время содержание порошка малоактивного кремния в этих шихтах велико: от 4 до 13 моль. И только шихта уравнения (9) с наибольшим количеством политетрафторэтилена (0,2C₂F₄) горит, но в насыпном состоянии дает продукт из смеси частиц Si и C, как и в работе [29], из-за реализации только реакции (1) первой стадии экзотермического разложения

ПТФЭ. Из таблицы также видно, что прессованные шихты уравнений (5)–(7) с содержанием $0,05C_2F_4$ добавки ПТФЭ не горят, а шихты уравнений (8) и (9) с добавками $0,1C_2F_4$ и $0,2C_2F_4$ горят, но состав их продуктов заметно отличается от теоретического состава наличием значительных примесей свободного кремния и меньшим содержанием SiC. Значения максимальных давлений газа в реакторе $P_{max} = 3,00$ и $3,29$ МПа, которые не отличались или были близки к начальному давлению $P_0 = 3,00$ МПа, а также небольшие разбросы массы при горении $\Delta m = 15,0$ и $9,9$ % свидетельствуют о неинтенсивном горении шихт с применением карбидизирующей смеси (А). (Совпадающая с величиной начального давления $P_0 = 3,00$ МПа величина максимального давления при горении $P_{max} = 3,00$ МПа может быть объяснена тем, что одновременно с повышением давления газа азота в реакторе за счет увеличения температуры при горении происходит уменьшение массы газообразного азота ввиду его значительного поглощения при образовании нитрида кремния).

Отметим, что в аналогичном случае получения другой композиции AlN–SiC методом азидного СВС с применением ПТФЭ все насыпные и прессованные шихты с использованием карбидизирующей смеси (А) горели, причем горели интенсивно с достижением максимальных давлений в реакторе от $3,51$ до $4,38$ МПа, и дали хорошие результаты в получении целевых фаз AlN и SiC [31]. Такие результаты объясняются тем, что в шихтах на получение композиции AlN–SiC на $0,05C_2F_4$ добавки ПТФЭ приходилось всего по 1 моль малоактивного порошка Si и от 1 до 4 моль высокоактивного порошка Al.

Из таблицы видно, что в случае применения карбидизирующей смеси (В) с увеличенным до

$0,1C_2F_4$ количеством активирующей добавки ПТФЭ в 1 моль карбидизирующего углерода для шихт уравнений (10)–(14) не горят только шихты уравнения (10) как в насыпном, так и прессованном виде из-за наличия в этих шихтах самого большого количества (13 моль) малоактивного порошка кремния. В остальных уравнениях (11)–(14) это количество кремния снижается до 4–7 моль, и шихты этих уравнений горят. Горение насыпных смесей происходит более интенсивно, с несколько бóльшим скачком давления и разбросом массы, фазовый состав целевых продуктов при некоторых мольных соотношениях Si_3N_4 и SiC ближе к теоретическому, чем в случае горения прессованных смесей, но содержит до 3 % примеси свободного кремния.

Наконец, из таблицы видно, что в случае использования карбидизирующей смеси (С) с наибольшим количеством ($0,15C_2F_4$) активирующей добавки ПТФЭ в 1 моль карбидизирующего углерода для уравнений (15)–(19) все шихты этих уравнений интенсивно горят как в насыпном, так и в прессованном виде с достижением примерно одинаковых максимальных давлений в реакторе от $3,50$ до $4,36$ МПа. Разброс массы сильно зависит от мольных соотношений Si_3N_4 и SiC. При соотношении 1:4 этот разброс достигает очень большого уровня (80 %) при горении как насыпной, так и прессованной шихт. Но при других мольных соотношениях Si_3N_4 и SiC разброс массы остается большим (от 57,0 до 80,1 %) в случае насыпных шихт и сравнительно небольшим (от 12,6 до 35,3 %) в случае прессованных шихт. Состав промытых продуктов горения прессованных шихт заметно лучше, чем насыпных шихт, и соответствует теоретическому составу как по содержанию фаз Si_3N_4 и SiC при всех соотношениях этих фаз, так

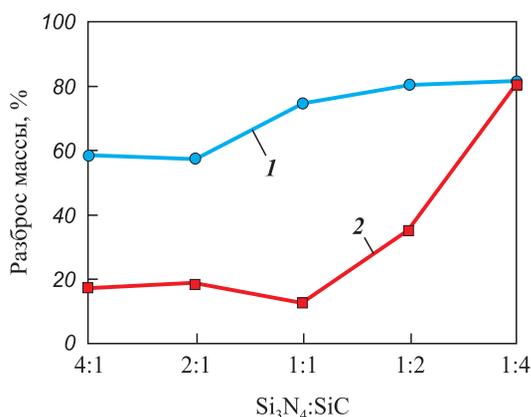


Рис. 1. Зависимость разброса массы при горении насыпных (1) и прессованных (2) шихт с карбидизирующей смесью (С) от мольного соотношения $Si_3N_4:SiC$

Fig. 1. Mass loss during combustion of bulk (1) and pressed (2) charges synthesized using carbiding mixture (С), as a function of the $Si_3N_4:SiC$ molar ratio

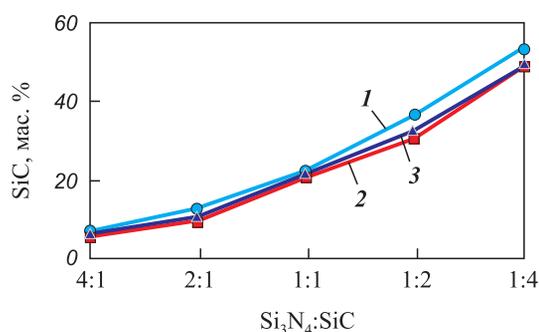


Рис. 2. Зависимость относительного теоретического (1) и экспериментального (2, 3) содержания фазы SiC в промытых продуктах горения насыпных (2) и прессованных (3) шихт с карбидизирующей смесью (С) от мольного соотношения $Si_3N_4:SiC$

Fig. 2. Relative theoretical (1) and experimental (2, 3) contents of the SiC phase in washed combustion products of bulk (2) and pressed (3) charges synthesized using carbiding mixture (С), as a function of the $Si_3N_4:SiC$ molar ratio

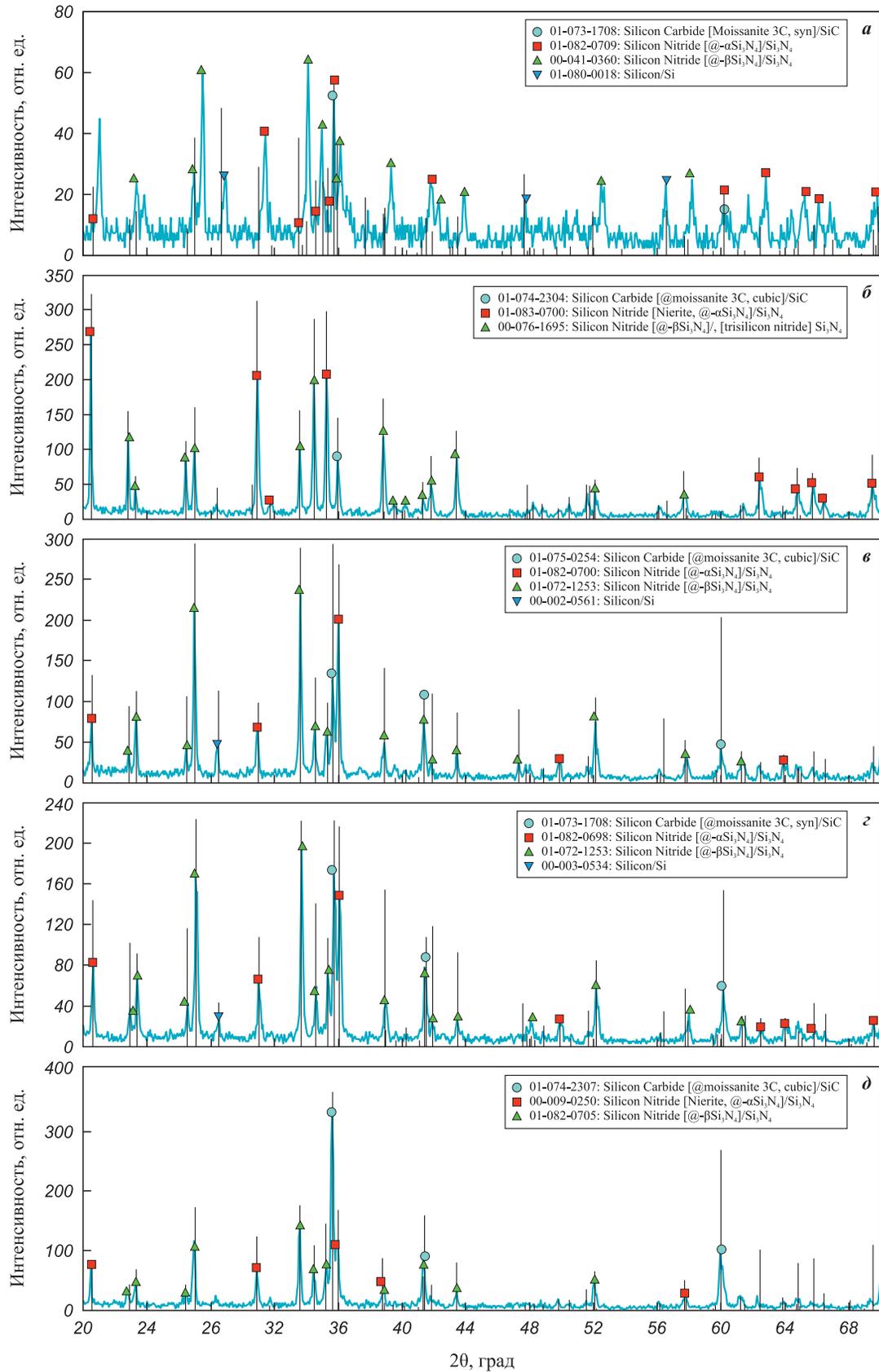


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы продуктов горения прессованных шихт (15)–(19)
a – шихта из уравнения (15), *б* – (16), *в* – (17), *г* – (18), *д* – (19)

Fig. 3. XRD patterns of combustion products from pressed charges (15)–(19)
a – mixture corresponding to equation (15), *б* – (16), *в* – (17), *г* – (18), *д* – (19)

и по меньшему содержанию примесей свободного кремния: до 2,0 % после горения прессованных шихт и до 4,0 % после горения насыпных шихт. В графическом виде полученные при использовании карбидизирующей смеси (С) результаты исследования разброса массы при горении и содержания фазы SiC в промытых продуктах горения насыпных и прессованных шихт представлены на рис. 1 и 2.

Как видно из рис. 1, разброс массы при горении прессованных смесей значительно меньше, чем в случае насыпных смесей, и только при соотношении $\text{Si}_3\text{N}_4:\text{SiC} = 1:4$ практически совпадает и очень велик: 80,4 и 81,4 %. Однако эксперимент с проведе-

нием горения такой прессованной смеси для соотношения 1:4 при повышенном с 3 до 4 МПа начальном давлении азота в реакторе показал существенное снижение (в 2 раза) разброса массы до 41,9 % при близком фазовом составе промытого продукта горения: $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4 = 42,0\%$; $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4 = 51,0\%$; $\text{SiC} = 6,0\%$; $\text{Si} = 1,0\%$.

Как следует из таблицы и рис. 2, фазовый состав промытых продуктов горения прессованных шихт с ПТФЭ в составе карбидизирующей смеси (С) лучше всего соответствует теоретическому составу по содержанию фаз Si_3N_4 и SiC при всех исследованных мольных соотношениях этих фаз. Этот полученный

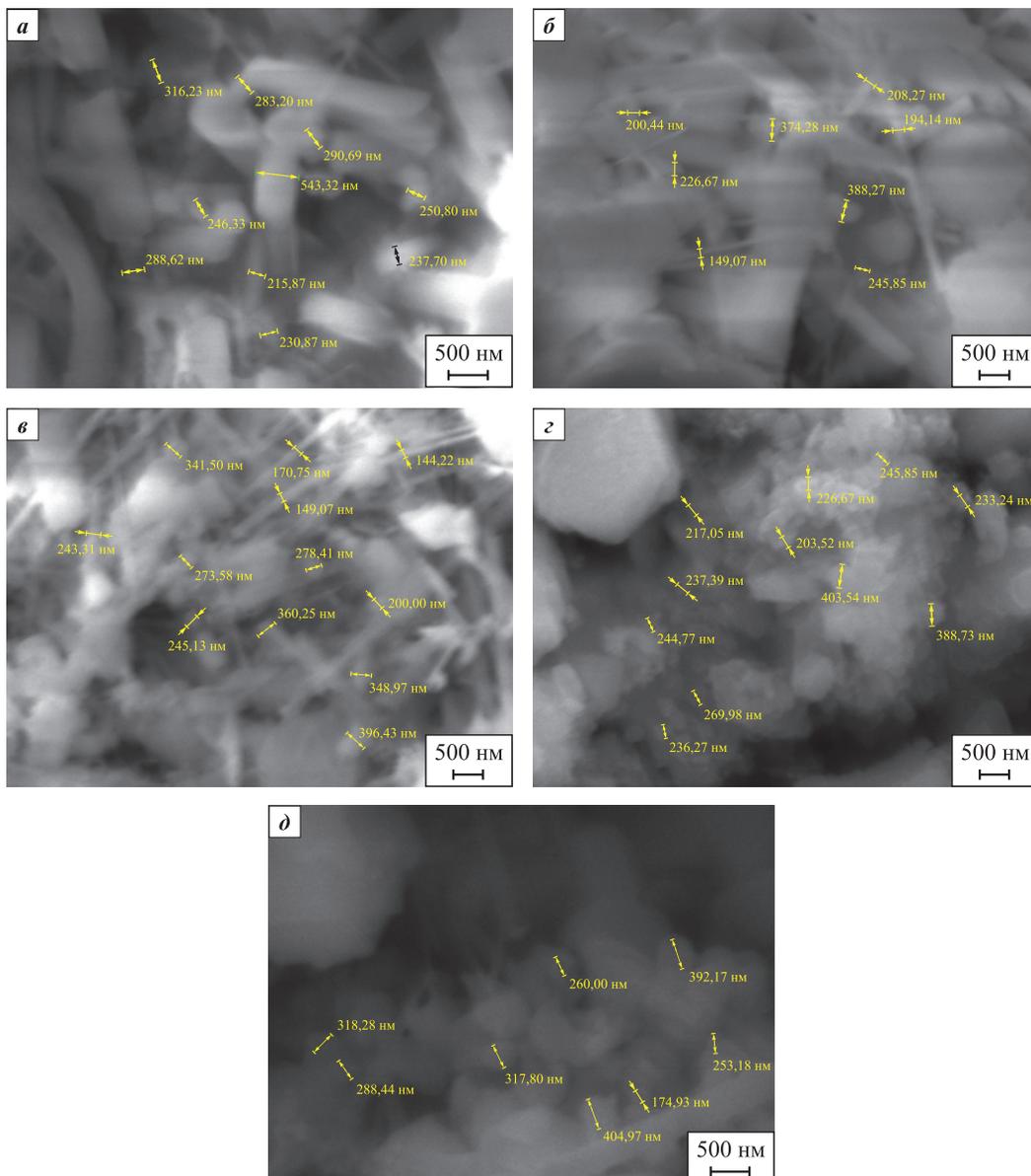


Рис. 4. Микроструктура продуктов горения прессованных шихт (15)–(19)
а – шихта из уравнения (15), б – (16), в – (17), з – (18), д – (19)

Fig. 4. Microstructure of the combustion products from pressed charges (15)–(19)
а – mixture corresponding to equation (15), б – (16), в – (17), з – (18), д – (19)

фазовый состав намного ближе к теоретическому составу композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$, чем полученные ранее результаты по традиционному азидному СВС (без использования ПТФЭ) с намного меньшим содержанием фазы SiC в продукте горения по сравнению с теоретическим содержанием [23–25].

Спектры рентгеновских дифрактограмм, полученные при проведении рентгенофазового анализа (РФА) промытых продуктов горения прессованных шихт с карбидизирующей смесью (С), представлены на рис. 3.

На спектрах РФА видны сильные рефлексы целевых фаз Si_3N_4 и SiC, а также слабые рефлексы примеси свободного Si или отсутствие последних. Нитрид кремния представлен двумя фазами: $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ и $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. Из рис. 3 и таблицы следует, что содержание этих фаз примерно одинаково при мольных соотношениях $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 4\text{:}1$ и $1\text{:}4$, а при остальных соотношениях содержание α -фазы примерно в 2 раза меньше содержания β -фазы. Таким образом, содержание α -фазы значительно (от 30 до 50 %) в составе нитрида кремния в синтезированных композициях $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$.

Микроструктура синтезированных композиций представлена на рис. 4.

Из рис. 4 видно, что продукты горения всех прессованных шихт представляют собой в большинстве случаев смеси высокодисперсных частиц с размером менее 1–2 мкм. В продукте горения шихты уравнения (15) для соотношения $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 4\text{:}1$ наблюдаются значительная доля столбчатых кристаллов с поперечным размером порядка 500 нм и длиной до 2 мкм и небольшая доля более мелких равноосных частиц и нановолокон диаметром менее 100 нм. В продукте горения шихты уравнения (16) для соотношения $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 2\text{:}1$ отмечены значительная доля более крупных столбчатых кристаллов с поперечным размером порядка 1 мкм и длиной до 5 мкм и равноосных частиц размером до 2 мкм и небольшая доля нановолокон. Продукт горения шихты уравнения (17) для соотношением $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 1\text{:}1$ выделяется большой долей нановолокон в смеси с равноосными частицами размером до 1 мкм. Продукт горения шихты уравнения (18) для соотношением $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 1\text{:}2$ состоит в основном из агломератов сравнительно мелких равноосных частиц с размером от 100 нм до 0,5 мкм. В продукте горения шихты уравнения (19) для соотношением $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 1\text{:}4$ наблюдаются в основном агломераты более крупных равноосных частиц с размером от 200 нм до 1 мкм.

Заключение

Применение традиционного подхода азидного СВС с использованием галоидных солей NH_4F ,

Na_2SiF_6 и $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ в качестве активирующей газифицирующейся добавки позволило ранее при сжигании в атмосфере газообразного азота шихт из смесей порошков кремния, технического углерода, азиды натрия и галоидной соли получить композиции высокодисперсных порошков (<1 мкм) системы $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$ с большим содержанием α -фазы нитрида кремния, однако составы этих композиций заметно отличались от расчетных теоретических составов значительно большим содержанием нитрида кремния и значительно меньшим содержанием карбида кремния, а также наличием примесей свободного кремния (до 5,7 %) и свободного углерода (до 5,1 %) [23–25].

Применение в настоящей работе политетрафторэтилена (ПТФЭ) вместо галоидных солей в качестве активирующей и карбидизирующей добавки с частичной заменой технического углерода, а азиды натрия – в роли активирующей азотирующей добавки в количестве, необходимом для нейтрализации фтора, выделяющегося при полном разложении ПТФЭ, активизировало горение смесей порошков кремния и углерода в атмосфере азота и существенно увеличило содержание карбида кремния в синтезированном продукте $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$, уменьшив при этом содержание примесей свободных кремния и углерода. Лучшие результаты были получены при использовании карбидизирующей смеси (С) с наибольшим содержанием ПТФЭ $0,15\text{C}_2\text{F}_4 + 0,7\text{C}$, что объясняется большим содержанием порошка малоактивного кремния (от 4 до 13 моль) в шихтах для синтеза композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$ по сравнению, например, с аналогичным случаем применения ПТФЭ для азидного СВС композиций AlN–SiC. В последнем случае лучшие результаты были достигнуты при использовании карбидизирующей смеси (А) с наименьшим содержанием ПТФЭ $0,05\text{C}_2\text{F}_4 + 0,9\text{C}$ в шихтах, содержащих всего по 1 моль малоактивного порошка Si и от 1 до 4 моль высокоактивного порошка Al.

На основе полученных результатов по разбросу массы при горении и по фазовому составу продуктов горения можно рекомендовать для получения композиций порошков $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$ применение горения прессованных шихт азидного СВС при частичной замене 0,3 моль углерода на 0,15 моль ПТФЭ при начальном давлении газообразного азота в реакторе 3 МПа (или 4 МПа для уменьшения разброса массы продукта при соотношении фаз $\text{Si}_3\text{N}_4\text{:SiC} = 1\text{:}4$). Продукты такого горения представляют собой в большинстве случаев смеси высокодисперсных частиц с размером менее 1–2 мкм и значительным содержанием α -фазы (от 30 до 50 %) нитрида кремния в синтезированных композициях $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$, фазовый состав которых будет значительно ближе к расчетному теоретическому составу целевых композиций $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$, чем в случае традиционного азидного СВС без использования ПТФЭ.

Список литературы / References

- Li J., Yuan W.J., Deng C.J., Zhu H. X. The effect of Si contents on the reaction-bonded $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ composite ceramics. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2013;47(1):012060. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/47/1/012060>
- Chenhong M., Li Y., Jiang P., Yue X. Synthesis mechanism of $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ whiskers via SiO vapor in reaction bonded $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;938(6):168723. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.168723>
- Карклит А.К., Пориньш Н.М., Каторгин Г.М., Норкина А.С., Соломинская И.Ю. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справочник. М.: Металлургия, 1990. 416 с.
- Стрелов К.К. Теоретические основы технологии огнеупорных материалов. М.: Металлургия, 1985. 480 с.
- Surendranathan A.O. An introduction to ceramics and refractories. 1st ed. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2015. 524 p. <https://doi.org/10.1201/b17811>
- Shahrestani S., Ismail M., Kakooei S., Beheshti M. Microstructure, phase compositions and mechanical properties of slip cast sintered $\text{SiC}/\text{Si}_3\text{N}_4$ composites. *Ceramics International*. 2021;47(12):13173–13180. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.182>
- Yang H., Li Q., Wang Zh., Sun M., Wu H., Cheng X. Effect of different sintering additives on the microstructure, phase compositions and mechanical properties of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ceramics. *ES Materials and Manufacturing*. 2022;15:65. <https://doi.org/10.30919/esmm5f487>
- Saleem A., Zhang Yu., Gong H., Majeed M.K. Fluoride doped $\text{SiC}/\text{Si}_3\text{N}_4$ composite as a high thermal conductive material with enhanced mechanical properties. *Ceramics International*. 2019;45(16):21004–21010. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.289>
- Khajelakzay M., Bakhshi S.R. Optimization of spark plasma sintering parameters of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ composite using response surface methodology (RSM). *Ceramics International*. 2017;43(9):6815–6821. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.02.099>
- Wang J.-Ch., Dommatti H., Hsieh Sh.-J. Review of additive manufacturing methods for high-performance ceramic materials. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019;103(1–4):2627–2647. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03669-3>
- Basu B., Balani K. Advanced structural ceramics. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2011. 502 p.
- Niihara K. New design concept of structural ceramics-ceramic nanocomposites. *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 1991;99(1154):982974–982982. <https://doi.org/10.2109/jcersj.99.974>
- Hirano T., Niihara K. Microstructure and mechanical properties of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ composites. *Materials Letters*. 1995;22(5–6):249–254. [https://doi.org/10.1016/0167-577X\(94\)00255-X](https://doi.org/10.1016/0167-577X(94)00255-X)
- Palmero P. Structural ceramic nanocomposites: A review of properties and powders' synthesis methods. *Nanomaterials*. 2015;5(2):656–696. <https://doi.org/10.3390/nano5020656>
- Montanaro L., Palmero P. Advances in the field of nanostructured ceramic composites. *Ceramics*. 2019;2: 296–297. <https://doi.org/10.3390/ceramics2020024>
- Li X., Lei W., Wei J., Zhang Ya., Shi Z. Synthesis and broadband electromagnetic wave absorption for lightweight porous $\text{SiC}/\text{Si}_3\text{N}_4$ composite nanowires. *Ceramics International*. 2023;49(23):37746–37757. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.09.102>
- Riedel R., Seher M., Becker G. Sintering of amorphous polymer-derived Si, N and C containing composite powders. *Journal of The European Ceramic Society*. 1989;5(2):113–122. [https://doi.org/10.1016/0955-2219\(89\)90018-6](https://doi.org/10.1016/0955-2219(89)90018-6)
- Yanai T., Ishizaki K. Mechanical properties of Si_3N_4 ceramics prepared from carbon coated powders. *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 1993;101(1175):764–768. <https://doi.org/10.2109/jcersj.101.764>
- Suri J., Shaw L., Zawrah M.F. Tailoring the relative contents of Si_3N_4 and SiC through carbothermic reduction and nitridation of silica fume. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2012;9(2):291–303. <https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2011.00710.x>
- Hojo J., Meada H., Kato A. Preparation of composite particles of $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ system by vapor reaction method. *Yogyo-Kyokai-Shi*. 1987;95(1):45–49.
- Lee H.J., Eguchi K., Yoshida T.J. Preparation of ultra-fine silicon nitride, and silicon nitride and silicon carbide mixed powders in a hybrid plasma. *Journal of the American Ceramic Society*. 2005;73(11):3356–3362. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1990.tb06461.x>
- Хачатрян Г.Л., Арутюнян А.Б., Харатян С.Л. Активированное горение смеси кремний–углерод в азоте и СВС композиционных керамических порошков $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ и карбида кремния. *Физика горения и взрыва*. 2006;42(5):56–62.
Khachatryan G.L., Arutyunyan A.B., Kharatyan S.L. Activated combustion of a silicon–carbon mixture in nitrogen and SHS of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ composite ceramic powders and silicon carbide. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*. 2006;42(5):543–548. <https://doi.org/10.1007/S10573-006-0086-7>
- Амосов А.П., Белова Г.С., Титова Ю.В., Майдан Д.А. Синтез высокодисперсной порошковой керамической композиции $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ при горении компонентов в системе $\text{Si-C-Na}_3\text{-NH}_4\text{F}$. *Журнал неорганической химии*. 2022;67(2):1–9. <https://doi.org/10.31857/S0044457X22020027>
Amosov A.P., Belova G.S., Titova Yu.V., Maidan D.A. Synthesis of highly dispersed powder ceramic composition $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ by combustion of components in the $\text{Si-C-Na}_3\text{-NH}_4\text{F}$ system. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 2022;67(2):123–130. <https://doi.org/10.1134/S0036023622020024>
- Амосов А.П., Титова Ю.В., Белова Г.С., Майдан Д.А., Минеханова А.Ф. СВС высокодисперсных порошковых композиций нитридов с карбидом кремния: Обзор. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2022;16(4):34–57. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-4-34-57>

- Amosov A.P., Titova Yu.V., Belova G.S., Maidan D.A., Minekhanova A.F. SHS of highly dispersed powder compositions of nitrides with silicon carbide. Review. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2022;16(4):34–57.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-4-34-57>
25. Белова Г.С. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез керамических нитридно-карбидных высокодисперсных порошковых композиций Si_3N_4 – SiC , AlN – SiC и TiN – SiC с применением азидов натрия и галоидных солей: Дис. ... канд. техн. наук. Самара: СамГТУ, 2022. 209 с.
26. Mukasyan A.S. Combustion synthesis of silicon carbide. In: *Properties and applications of silicon carbide*. Ed. R. Gerhardt. Rijeka, Croatia: InTech, 2011. P. 361–388.
27. Amirkhanyan N., Kirakosyan H., Zakaryan M., Zurnachyan A., Rodriguez M.A., Abovyan L., Aydinyan S. Sintering of silicon carbide obtained by combustion synthesis. *Ceramics International*. 2023;49(15):26129–26134.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.04.233>
28. Воротыло С., Левашов Е.А., Потанин А.Ю., Логинов П.А., Швындина Н.В. Особенности синтеза керамических композитов, дискретно армированных углеродными волокнами и формирующимися в волне горения in situ волокнами карбида кремния. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2020;(1):41–54.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2020-41-54>
- Vorotilo S., Levashov E.A., Potanin A.Yu., Loginov P.A., Shvyndina N.V. Features of synthesizing ceramic composites discretely reinforced by carbon fibers and SiC nanowires formed in situ in the combustion wave. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2020;61(5):559–570.
<https://doi.org/10.3103/S1067821220050168>
29. Закоржевский В.В., Лорян В.Э., Акопджанян Т.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нановолокон карбида кремния. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2020;(2):14–20.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2020-2-14-20>
- Zakorzhevsky V.V., Loryan V.E., Akopdzhanian T.G. Self-propagating high-temperature synthesis of silicon carbide nanofibers. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2020;61(6):675–679.
<https://doi.org/10.3103/S106782122006022X>
30. Нерсисян Г.А., Никогосов В.Н., Харатян С.Л., Мержанов А.Г. Химический механизм превращения и режимы горения в системе кремний–углерод–фторопласт. *Физика горения и взрыва*. 1991;27(6):77–81.
- Nersisyan G.A., Nikogosov V.N., Kharatyan S.L., Merzhanov A.G. Chemical transformation mechanism and combustion regimes in the system silicon-carbon-fluoroplastic. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*. 1991;27(6):720–724.
<https://doi.org/10.1007/BF00814517>
31. Амосов А.П., Титова Ю.В., Уварова И.А., Белова Г.С. Азидный самораспространяющийся высокотемпературный синтез высокодисперсной порошковой композиции AlN – SiC с применением политетрафторэтилена. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2024;18(6):28–43.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-6-28-43>
- Amosov A.P., Titova Yu.V., Uvarova I.A., Belova G.S. Azide self-propagating high-temperature synthesis of a highly dispersed AlN – SiC powder composition using polytetrafluoroethylene. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2024; 18(6):28–43.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-6-28-43>
32. Титова Ю.В., Уварова И.А., Амосов А.П., Белова Г.С., Майдан Д.А. Получение порошковой композиции Si_3N_4 – SiC по азидной технологии СВС с применением политетрафторэтилена. В сб.: *Proceedings of 9th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2024)* (Томск, 16–21 сентября 2024 г.). Томск: Изд-во ТПУ, 2024. С. 1489–1494.
<https://doi.org/10.56761/EFRE2024.N2-O-031103>

Сведения об авторах



Information about the Authors

Ирина Александровна Уварова – инженер кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» (МПМН) Самарского государственного технического университета (СамГТУ)

 ORCID: 0000-0003-3023-3289

 E-mail: mr.simple2@mail.ru

Александр Петрович Амосов – д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой МПМН, СамГТУ

 ORCID: 0000-0003-1994-5672

 E-mail: egundor@yandex.ru

Юлия Владимировна Титова – к.т.н., доцент кафедры МПМН, СамГТУ

 ORCID: 0000-0001-6292-280X

 E-mail: titova600@mail.ru

Владислав Александрович Новиков – к.т.н., доцент кафедры МПМН, СамГТУ

 ORCID: 0000-0002-8052-305X

 E-mail: vladislav_novyi@mail.ru

Irina A. Uvarova – Engineer of the Department of metallurgy, powder metallurgy, nanomaterials (MPMN), Samara State Technical University (SamSTU)

 ORCID: 0000-0003-3023-3289

 E-mail: mr.simple2@mail.ru

Aleksandr P. Amosov – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Head of the Department of MPMN, SamSTU

 ORCID: 0000-0003-1994-5672

 E-mail: egundor@yandex.ru

Yuliya V. Titova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Prof. of the Department of MPMN, SamSTU

 ORCID: 0000-0001-6292-280X

 E-mail: titova600@mail.ru

Vladislav A. Novikov – Cand. Sci. (Eng.), Associate Prof. of the Department of MPMN, SamSTU

 ORCID: 0000-0002-8052-305X

 E-mail: vladislav_novyi@mail.ru

Вклад авторов**Contribution of the Authors**

И. А. Уварова – проведение экспериментов по синтезу порошковых композиций в режиме горения, подготовка и оформление результатов экспериментов, участие в анализе и обсуждении результатов, участие в написании статьи.

А. П. Амосов – определение цели работы, обобщение полученных результатов, написание и редактирование текста статьи.

Ю. В. Титова – постановка задач исследований, планирование экспериментов, анализ и обсуждение результатов, участие в написании статьи.

В. А. Новиков – проведение СЭМ- и РФА-исследований синтезированных порошковых композиций, участие в анализе и обсуждении результатов.

I. A. Uvarova – conducted combustion-mode synthesis experiments on powder compositions; prepared and formatted experimental results; participated in the analysis and discussion of the findings; contributed to writing the manuscript.

A. P. Amosov – defined the research objective; summarized the obtained results; wrote and edited the manuscript.

Yu. V. Titova – formulated the research tasks; planned the experiments; analyzed and discussed the results; contributed to writing the manuscript.

V. A. Novikov – performed SEM and XRD analyses of the synthesized powder compositions; participated in the analysis and discussion of the results.

Статья поступила 19.03.2025 г.

Доработана 20.03.2025 г.

Принята к публикации 21.03.2025 г.

Received 19.03.2025

Revised 20.03.2025

Accepted 21.03.2025