



УДК 621.775.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-3-3

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ α -Al₂O₃
В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКНАХ
С СОДЕРЖАНИЕМ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ 99%
В ПРИСУТСТВИИ ДОБАВОК Fe₂O₃, MgO, SiO₂**

Ю.А. Балинова

кандидат технических наук

Т.М. Щеглова

Г.Ю. Люлюкина

А.С. Тимошин

Март 2014

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

УДК 621.775.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-3-3

Ю.А. Балинова, Т.М. Щеглова, Г.Ю. Люлюкина, А.С. Тимошин

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ α - Al_2O_3 В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКНАХ С СОДЕРЖАНИЕМ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ 99% В ПРИСУТСТВИИ ДОБАВОК Fe_2O_3 , MgO , SiO_2

Рассмотрено влияние добавок Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 на формирование α - Al_2O_3 в волокнах оксида алюминия, получаемых по золь-гель технологии. Показано влияние указанных оксидов на размер кристаллитов α - Al_2O_3 , распределение их по размерам, на скорость роста зерен при увеличении температуры термообработки.

Ключевые слова: волокна, α -оксид алюминия, размер, зерно, кристаллит, температура, гистограмма.

Yu.A. Balinova, T.M. Scheglova, G.Yu. Lyulyukina, A.S. Timoshin

FEATURES OF FORMATION α - Al_2O_3 IN POLYCRYSTALLINE FIBERS CONTAINING 99% ALUMINA DOPED WITH Fe_2O_3 , MgO , SiO_2

In present article is shown the influence of additives of Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 on alumina formation in fibers, obtained from spinning solution by sol-gel process. Influence of doping oxides on the grain size α - Al_2O_3 , size distribution, grain growth rate at increase of sintering temperature is considered.

Key words: fibers, α -alumina, size, grain, crystallite, temperature, histogram.

В настоящее время одним из наиболее перспективных наполнителей композиционных материалов для авиационной и космической техники являются поликристаллические волокна α - Al_2O_3 (корунда), которые, обладая рядом ценных свойств, составляют достойную конкуренцию монокристаллическим корундовым волокнам и волокнам SiC [1–9]. Получение волокон оксида алюминия по золь-гель технологии предполагает «сухое» формование вязкого формовочного раствора в гель-волокна с последующей их термической обработкой для формирования оксидного волокна [5, 10–17].

В процессе термообработки волокон происходит последовательное развитие переходных фаз Al_2O_3 , которые при температуре $>900^\circ\text{C}$ превращаются в α - Al_2O_3 . Температурные интервалы фазовых превращений и фазовый состав зависят от применяемых

прекурсоров, вводимых добавок, режимов термообработки и ряда других факторов, например ультразвуковой обработки. Для оксида алюминия при отсутствии модифицирующих добавок в первом приближении характерны фазовые превращения: $(\eta, \gamma)\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \delta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \theta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [5, 14–22]. Метастабильные фазы оксида алюминия при высоких температурах превращаются в стабильную фазу $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (корунд) [14–22]. Формирование $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в зависимости от совокупности факторов лежит в интервале температур 900–1350°C, после чего следует быстрый рост пористых зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ до микронного размера и более за счет процесса рекристаллизации [5, 22]. Чем выше температура и продолжительность спекания, тем больше размер кристаллитов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Кроме того, присутствие некоторых соединений, например Y_2O_3 , также способствует укрупнению зерен корунда. Для получения прочных поликристаллических волокон $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ требуется ограничивать рост зерен, снижать пористость и улучшать спекание. Это достигается введением специальных добавок, правильным выбором и строгим контролем режима термообработки.

Влиянию спекающих добавок в корундовой керамике посвящено множество исследований [5, 15, 16, 19, 23–31]. Рядом авторов установлено, что некоторые из исследованных спекающих добавок тормозят рост зерен корунда (Si, Mg и Ca), а другие ускоряют (Ti, Fe, Y) [15, 17, 23]. Одновременно в научной литературе присутствуют сведения о том, что ионы многозарядных металлов способствуют росту размеров кристаллитов [26, 27, 32], однако известно, что серийно выпускаемые волокна $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ содержат микродобавки таких оксидов, как Fe_2O_3 и SiO_2 [5, 13], которые образуют монослой (пленку) вторичной фазы вдоль границ зерна и препятствуют его росту.

Данные о влиянии добавок на формирование и структуру $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученные из литературных источников, довольно противоречивы. Причиной этого является различие в способах введения добавок, их количества, происходит ли формирование корунда в монолитной керамике или волокнах и ряд других причин. Как правило, речь идет о формировании $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в монолитной керамике [24–29]. Поэтому целесообразно проведение исследований по определению влияния добавок на формирование структуры $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в волокнах, получаемых по золь-гель технологии из неорганических прекурсоров.

В середине XX века ученые установили, что магний положительно влияет на спекание корунда [19]. Оксид магния при температурах $>1000^\circ\text{C}$, накапливаясь на границах зерен, образует фазу шпинели MgAl_2O_4 [17, 24, 27] в виде тонкой пленки. Шпинель снижает подвижность межзеренных границ и тормозит рост зерен [24, 28]. Некоторые

авторы считают, что MgO , накапливаясь на межзеренных границах, ограничивает рост зерен и без образования шпинели [28]. Если вводить добавку ионов магния на молекулярном уровне в формовочный раствор при золь-гель процессе, то образовавшийся при термообработке оксид магния повлияет не только на формирование и свойства корунда, но и на метастабильные фазы оксида алюминия [5, 24]. Повышается их температурная устойчивость, плотность, изменяется температура формирования [5, 29, 31]. Добавка оксида магния также повышает коррозионную стойкость изделий из корунда [27].

Диоксид кремния является наиболее частой добавкой к оксиду алюминия как в монолитной керамике, так и в волокнах [5, 15–17]. Даже микроколичества диоксида кремния влияют на спекание корунда [26]. Диоксид кремния в зависимости от количественного соотношения с оксидом алюминия влияет на плотность, размер зерен и формирование фаз оксида алюминия [5, 13, 15]. Если вводить диоксид кремния на молекулярном уровне при золь-гель процессе, то при достаточно высоком ($>5\%$ по массе) содержании SiO_2 размер зерна корунда уменьшается за счет взаимной стабилизации фаз корунда и муллита. Некоторыми авторами установлено [25–28], что при введении SiO_2 в микроколичествах в корундовую керамику наблюдается аномальный рост зерен корунда. Диоксид кремния распределяется по границам зерен в виде тонкой пленки аморфного SiO_2 [25–28], которая остается в аморфном состоянии вплоть до температуры образования муллита. Есть сведения [25], что добавка SiO_2 приводит к более узкому распределению частиц корунда по размерам.

При спекании корунда высокой чистоты значительно более высокую плотность можно получить, если ввести в него SiO_2 в количествах 500–2000 частей на миллион Al_2O_3 . Плотность корунда возрастает с увеличением содержания SiO_2 [32].

Совместное влияние добавок оксида кремния и оксида магния может отличаться от суммы эффектов при их раздельном введении в керамические материалы из оксида алюминия. В работе [27] показано, что наличие или отсутствие аномального роста зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ зависит от мольного соотношения Si/Mg . Если этот показатель <1 , то аномальный рост зерна отсутствует, при значении показателя >1 происходит аномальный рост зерна. Когда соотношение Si/Mg равняется 1, наблюдалось лишь незначительное присутствие аномально крупных зерен корунда.

В отличие от монолитной керамики, где размер зерен может достигать нескольких микрон, для получения прочных волокон требуется, чтобы размер зерен составлял 90–150 нм [24, 28]. Целью исследований является установление влияния добавок на размер кристаллитов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в волокнах, получаемых по золь-гель технологии из фор-

мовочных растворов.

В данной статье рассматривается влияние добавок Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 , вводимых в модельные образцы в количестве не более 1% (по массе), на температуру формирования и размер кристаллитов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Добавки вводились в исходный формовочный раствор на молекулярном уровне – в виде растворов солей. Полученные формовочные растворы высушивали на воздухе и подвергали термообработке при температурах до 1400°C .

Исследование влияния добавок на формирование фаз оксида алюминия проводилось на образцах формовочных растворов методами дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), рентгенофазового анализа (РФА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Дифференциальную сканирующую калориметрию образцов формовочных растворов проводили при скорости нагрева 5 К/мин . Для сравнения в табл. 1 приведены данные ДСК для формовочного раствора без добавок и с добавками.

Таблица 1

Данные ДСК для образцов формовочных растворов

Добавка	Температура окончания термического разложения, $^\circ\text{C}$	Температуры кристаллизации фаз δ - и $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $^\circ\text{C}$	Температура кристаллизации фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $^\circ\text{C}$
Без добавок	565	809	1110
Fe_2O_3	568	706 и 774	1107
$\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$	589	765 и 852	1096
MgO	727	814	1111
SiO_2	565	798	1108
SiO_2+MgO	568	778 и 875	1141

Проведенные исследования показали, что вводимые добавки оказывают заметное влияние на температуру процессов, происходящих до формирования корунда, и практически не влияют на температуру формирования $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Для исследования влияния добавок на размер зерна $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ образцы высушенных формовочных растворов с добавками подвергали отжигу при температурах $1100\text{--}1400^\circ\text{C}$. Размер зерна оценивали двумя методами: РФА (по интегральной ширине линии (113) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) и измерением размера зерна по фотографиям, полученным на ПЭМ.

Из данных, представленных в табл. 2, видно, что введение MgO способствует укрупнению зерна фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, что выражается в уменьшении интегральной ширины линии (113), а добавка оксида железа не приводит к изменению размера зерна, что не согласуется с литературными данными. Совместное введение оксидов магния и кремния, а также оксидов железа и кремния вызывает некоторое уменьшение размера кристаллитов.

Таблица 2

Влияние добавок на интегральную ширину и интенсивность линии (113) при температуре кристаллизации $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Добавка	Интегральная интенсивность, (имп·град)/с	Интегральная ширина линии (113), град
Без добавок	166	0,31
MgO	121	0,26
Fe ₂ O ₃	143	0,30
Fe ₂ O ₃ +SiO ₂	212	0,37
SiO ₂	230	0,35
MgO+SiO ₂	234	0,35

Следует отметить, что способ измерения интегральной ширины линии пригоден для оценки размера зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, но для точного определения размеров зерен использовали метод ПЭМ.

Измерение размеров зерен по фотографиям ПЭМ показало, что введение добавок способствует уменьшению размера зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, особенно при температурах $>1100^\circ\text{C}$. Добавки позволяют устранить рост зерен, в том числе при введении в формовочный раствор хлорида алюминия (рис. 1), который после обжига формовочного раствора при температуре 1100°C приводит к увеличению размера зерна $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ на 37–56%. Кроме того, экспоненциальный рост зерен при увеличении температуры термообработки, характерный для образцов без добавок, сменяется линейным в их присутствии. Скорость роста зерен при данных условиях обжига приблизительно одинаковая для всех растворов с добавками и составляет 31–32 нм на 100°C (см. рис. 1).

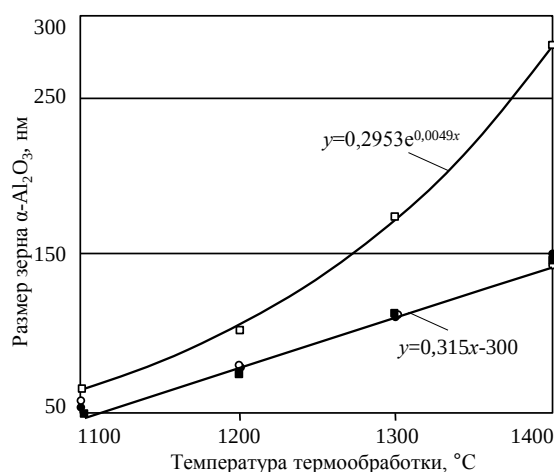


Рисунок 1. Изменение размера зерна $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при увеличении температуры термообработки в формовочном растворе без добавок (□) и с добавкой 1% (MgO+SiO₂) (■), то же + хлорид алюминия (○), 1% (Fe₂O₃+SiO₂) (●)

Добавки оксидов кремния и магния способствуют не только уменьшению размера зерна, но и его стабилизации при различной термообработке, например при термоударе (табл.

3), который является предельным режимом при термообработке волокон в проходных печах.

Таблица 3

Влияние термоудара на размер зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в присутствии добавок MgO и SiO₂ при температуре 1350°C

Термообработка	Размер зерна d , нм, в формовочном растворе с добавкой	
	хлорида алюминия	то же +1% (MgO+SiO ₂)
Нагрев и остывание с печью (d_0)	317	128
Термоудар (d_1)	139	125
Изменение размера зерна $\Delta d = (d_0 - d_1)/d_1$, %	56	0*

*В пределах погрешности измерения.

Из гистограмм распределения частиц по размерам (рис. 2) видно, что введение добавок SiO₂+MgO способствует сужению гистограммы распределения зерен по размерам, что подтверждается значениями коэффициентов вариации.

Большой разброс размеров зерен в поликристаллических волокнах, вероятно, связан с тем, что процесс кристаллизации происходит не одновременно для всех зерен, поэтому зерна, которые образовались раньше, успевают слиться и образовать более крупные кристаллиты.

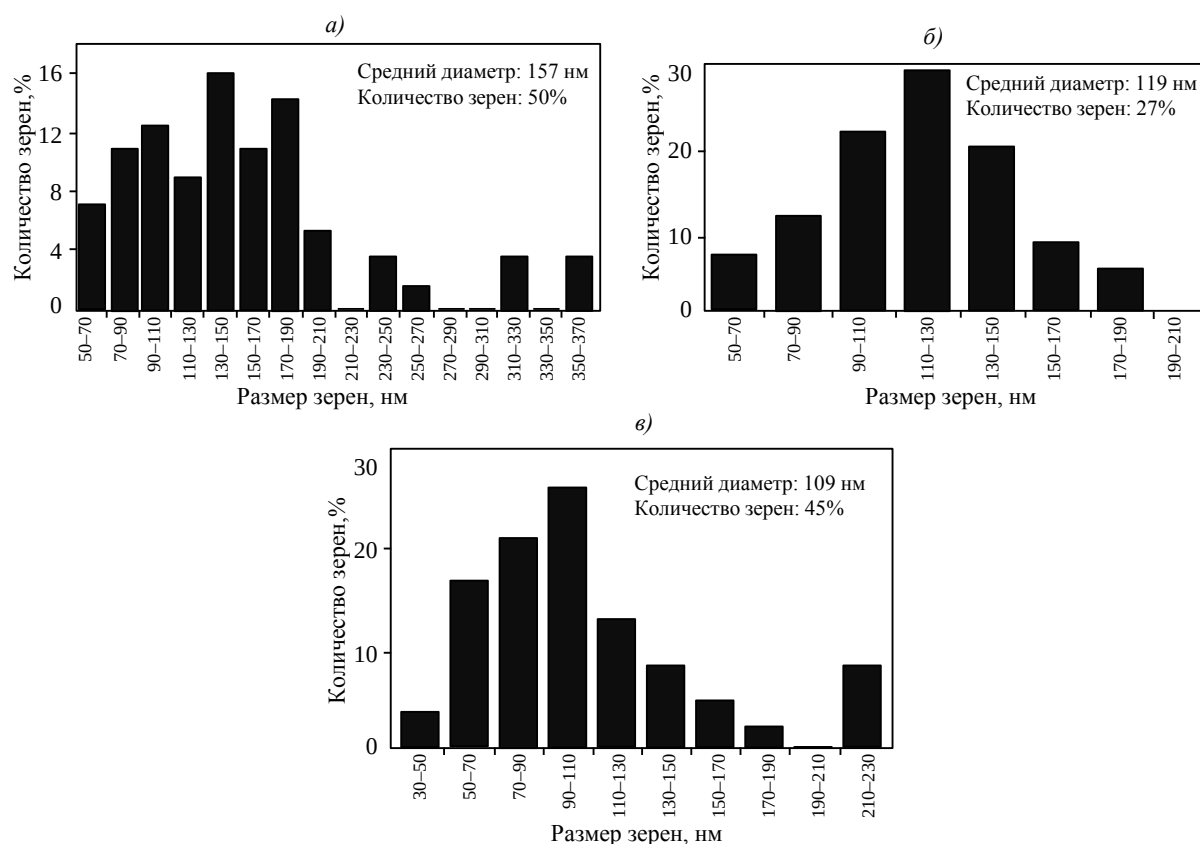


Рисунок 2. Гистограммы распределения зерен $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ по размерам при температуре термообработки 1300°C в формовочном растворе без добавок (а) и с добавками SiO₂+MgO (б) и Fe₂O₃+SiO₂ (в)

В присутствии добавок $\text{MgO}+\text{SiO}_2$ ощутимо (на 18–23%) снижается коэффициент вариации размера зерен, кристаллизация проходит более равномерно, вследствие чего образуется меньше крупных зерен, которые могут приводить к разрушению волокон. При этом сохраняется полидисперсная структура, способствующая получению наиболее плотной упаковки зерен в волокнах.

Из полученных экспериментальных данных следует:

- для получения высокопрочных термостабильных волокон $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ необходимо введение добавок, уменьшающих размер зерен и ограничивающих их рост при повышении температуры спекания;
- для выполнения данного условия является достаточным введение добавок в количестве, не превышающем 1% (по массе);
- добавки Fe_2O_3 , MgO , SiO_2 в указанных концентрациях не оказывают значительного влияния на температуру образования $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, но способствуют уменьшению размера кристаллитов корунда;
- влияние добавок на размер зерен и скорость их роста усиливается при увеличении температуры спекания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Балинова Ю.А. Перспективные армирующие высокотемпературные волокна для металлических и керамических композиционных материалов //Труды ВИАМ. 2013. №2. Ст. 05 (viam-works.ru).
3. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Гращенков Д.В., Шавнев А.А., Няфкин А.Н. Металломатричные композиционные материалы на основе Al-SiC //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 373–380.
4. Щетанов Б.В., Купцов Р.С., Свистунов В.И. Методы получения монокристаллических волокон оксида алюминия для создания композиционных материалов и высокотемпературной волоконной оптики //Труды ВИАМ. 2013. №4. Ст. 01 (viam-works.ru).
5. Балинова Ю.А. Непрерывные поликристаллические волокна оксида алюминия для композиционных материалов: Автореф. дис. к.т.н. М.: ВИАМ. 2012. 20 с.

6. Милейко С.Т. Композиты и наноструктуры //Композиты и наноструктуры. 2009. №1. С. 6–33.
7. Милейко С.Т. Композиты и наноструктуры. 7-я Международная конференция «Высокотемпературные композиты с керамической матрицей (НТ-СМС7)» //Композиты и наноструктуры. 2010. №3. С. 5–19.
8. Krenkel W., Lamon J. Hight-Temperature Ceramic Materials and Composites /In: 7-th Internatiolal Conference on Ceramic Matrix Composites (НТ-СМС 7). 2010. 938 p.
9. Novák P., Šotka D., Novák M., Michalcová A., Šerák J., Vojtěch D. Preparation of NiAl-Ceramics Composite by reactive Sintering /In: METAL-2010. Rožnov pod Radhoštěm. 2010. P. 231–236.
10. Щетанов Б.В., Балинова Ю.А., Люлюкина Г.Ю., Соловьева Е.П. Структура и свойства непрерывных поликристаллических волокон α -Al₂O₃ //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 13–17.
11. Щетанов Б.В., Щеглова Т.М., Балинова Ю.А. Изготовление, структура и свойства поликристаллических волокон оксида алюминия /В сб. материалов 29-ой Международной конф. «Композиционные материалы в технологии». Ялта. 2009. С. 148–150.
12. Балинова Ю.А., Кириенко Т.А. Непрерывные высокотемпературные оксидные волокна для теплозащитных, теплоизоляционных и композиционных материалов //Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. №4. С. 24–29.
13. Ивахненко Ю.А., Бабашов В.Г., Зимичев А.М., Тинякова Е.В. Высокотемпературные теплоизоляционные и теплозащитные материалы на основе волокон тугоплавких соединений //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 380–385.
14. Шкрабина Р.А., Мороз Э.М., Левицкий Э.А. Полиморфные превращения окисей и гидроокисей алюминия //Кинетика и катализ. 1981. Т. XXII. №5. С. 1293–1299.
15. Щетанов Б.В. Механизм формирования структуры и разработка процессов получения поликристаллических волокон оксида алюминия для теплозащитных и теплоизоляционных материалов: Автореф. дис. д.т.н. М.: ВИАМ. 2000. 70 с.
16. Birchall J.D. The preparation and properties of polycrystalline aluminium oxide fibers //Trans. J. Br. Ceram. Soc. 1983. V. 82. P. 143–145.
17. Fei Zuo, Claud Carry, Sebastien Sounier, Sylvain Marinel, Dominique Goeuriot. Comparison of the Microwave and Conventional Sintering of Alumina: Effect of MgO Doping and Particle Size// Journal of the American Ceramic Society. 2013. V. 6. P. 1732–1737.

18. Lavaste V., Berger M.H., Bunsell A.R., Besson J. Microstructure and mechanical characteristics of alpha-alumina-based fibers //J. of Materials Science. 1995. V. 30. №17. P. 4215–4225.
19. Xue L.A., Chen I. Influence of additives on the γ -to- α transformation of alumina //J. of Materials Science Letters. 1992. V. 11. №8. C. 443–445.
20. Zhou R.-S., Snyder R.L. Structures and Transformation Mechanisms of the η -, γ - and θ -Transition Aluminas //J. Acta Cryst. 1991. V. 47. №5. P. 617–630.
21. Nakagawa Z., Aosaki T., Enomoto N. Crystallization Process of Amorphous Aluminas to α -Alumina //Materials Science and Engineering Serving Society. Amsterdam: Elsevier Science B. 1998. P. 52–55.
22. Naslain R., Wallenberger F.T. Ceramic oxide fibers from sol-gels and slurries /In: Advanced Inorganic Fibers. Processing, Structures, Properties, Application. Boston. 2000. V. 6. P. 205–232.
23. Sumita S., Bowen H.K. Effects of foreign oxides on grain growth and densification of sintered Al_2O_3 //Ceramic Transactions. 1988. V. 21. P. 840–847.
24. Monceau D., Petot C., Petot-Ervas G., Fraser J.W., Fraser M.J., Graham M.J., Sproule G.L. Surface segregation and morphology of Mg-doped α -alumina //Journal of European Ceramic Society. 1997. V. 80. P. 2361–2366.
25. Kim M.J., Kim S.M., Yoon D.Y. Singular Grain Boundaries in Alumina Doped with Silica //J. Am. Ceram. Soc. 2004. V. 87. P. 507–509.
26. MacLaren R.M., Cannon M.A., Gülgün R., Voytovych N., Popescu-Porion C., Scheu U., Täffner M. Rühle Abnormal grain growth in alumina: Synergetic effects of Yttria and Silica //Journal of American Ceramic Society. 2007. V. 86(4). P. 650–659.
27. Gavrilov K.L., Bennison S.J., Mikeska K.R., Levi-Setti R. Role of magnesia and silica in alumina microstructure evolution //Journal of Materials Science. 2003. V. 38. P. 3965–3972.
28. Bagley R.D., Johnson D.L. Effect of magnesia on grain growth in alumina //Advanced Ceramic materials. 1984. №10. P. 666–678.
29. Radonjic L., Srdic V. Effect of magnesia on the densification behavior and grain growth of nucleated gel alumina //Materials Chemistry and Physics. 1997. V. 47. P. 78–84.
30. Ikegami T., Iyi N., Sakaguchi I. Influence of magnesia on sintering stress of alumina //Ceramics International. 2010. V. 36. P. 1143–1146.
31. Dillon S.J., Harmer M.P., Rohrer G.S. Influence of interface energies on solute partitioning mechanisms in doped aluminas //Acta Mat. 2010. V. 58. P. 5097–5108.

32. Louet N., Reveron H., Fantozzi G. Sintering behaviour and microstructural evolution of ultrapure α -alumina containing low amounts of SiO_2 //Journal of European Ceramic Society. 2008. V. 28. P. 205–215.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of development of materials and technologies to process them for the period up to 2030] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 7–17.
2. Kablov E.N., Shhetanov B.V., Ivahnenko Ju.A., Balinova Ju.A. Perspektivnye armirujushhie vysokotemperaturnye volokna dlja metallicheskih i keramicheskikh kompozicionnyh materialov [Prospective reinforcing fiber for high temperature ceramic composites and metal materials] //Trudy VIAM. 2013. №2. St. 05 (viam-works.ru).
3. Kablov E.N., Shhetanov B.V., Grashhenkov D.V., Shavnev A.A., Njafkin A.N. Metal-lomatrichnye kompozicionnye materialy na osnove Al–SiS [Metal matrix composites based on Al–SiC] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 373–380.
4. Shhetanov B.V., Kupcov R.S., Svistunov V.I. Metody poluchenija monokristallicheskih volokon oksida aljuminija dlja sozdanija kompozicionnyh materialov i vysokotemperaturnoj volokonnoj optiki [Methods of producing single crystal alumina fibers to create a high-temperature composite materials and fiber optics] //Trudy VIAM. 2013. №4. St. 01 (viam-works.ru).
5. Balinova Ju.A. Nepreryvnye polikristallicheskie volokna oksida aljuminija dlja kompozicionnyh materialov [Continuous polycrystalline alumina fibers for composite materials]: Avtoref. dis. k.t.n. M.: VIAM. 2012. 20 s.
6. Milejko S.T. Kompozity i nanostruktury [Composites and Nanostructures] //Kompozity i nanostruktury. 2009. №1. S. 6–33.
7. Milejko S.T. Kompozity i nanostruktury. 7-ja Mezhdunarodnaja konferencija «Vysokotemperaturnye kompozity s keramicheskoi matricej (NT-SMS7)» [Composites and nanostructures. 7th International Conference "High-ceramic matrix composites (HT-SMS7)"] //Kompozity i nanostruktury. 2010. №3. S. 5–19.
8. Krenkel W., Lamon J. High-Temperature Ceramic Materials and Composites /In: 7-th International Conference on Ceramic Matrix Composites (HT-CMC 7). 2010. 938 p.

9. Novák P., Šotka D., Novák M., Michalcová A., Šerák J., Vojtěch D. Preparation of NiAl-Ceramics Composite by reactive Sintering /In: METAL-2010. Rožnov pod Radhoštěm. 2010. P. 231–236.
10. Shhetanov B.V., Balinova Ju.A., Ljuljukina G.Ju., Solov'eva E.P. Struktura i svojstva nepreryvnyh polikristallicheskih volokon α -Al₂O₃ [Structure and properties of continuous polycrystalline α -Al₂O₃ fibers] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №1. S. 13–17.
11. Shhetanov B.V., Shheglova T.M., Balinova Ju.A. Izgotovlenie, struktura i svojstva polikristallicheskih volokon oksida aljuminija [Manufacturing, Structure and properties of polycrystalline alumina fibers] /V sb. materialov 29-oj Mezhdunarodnoj konf. «Kompozicionnye materialy v tehnologii». Jalta. 2009. S. 148–150.
12. Balinova Ju.A., Kirienko T.A. Nepreryvnye vysokotemperaturnye oksidnye volokna dlja teplozashhitnyh, teploizoljacionnyh i kompozicionnyh materialov [Continuous high temperature oxide fibers for thermal barrier, thermal insulation and composite materials] //Vse materialy. Jenciklopedicheskij spravocnik. 2012. №4. S. 24–29.
13. Ivahnenko Ju.A., Babashov V.G., Zimichev A.M., Tinjakova E.V. Vysokotemperaturnye teploizoljacionnye i teplozashhitnye materialy na osnove volokon tugoplavkih soedinenij [High-temperature and heat-insulating materials based on fibers of refractory compounds] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 380–385.
14. Shkrabina R.A., Moroz Je.M., Levickij Je.A. Polimorfnye prevrashhenija okisej i gidrookisej aljuminija [Polymorphic transformations of aluminum oxides and hydroxides] //Kinetika i kataliz. 1981. T. XXII. №5. S. 1293–1299.
15. Shhetanov B.V. Mehanizm formirovanija struktury i razrabotka processov poluchenija polikristallicheskih volokon oksida aljuminija dlja teplozashhitnyh i teploizoljacionnyh materialov [The mechanism of formation of the structure and development of processes for the production of polycrystalline alumina fibers for thermal barrier and heat insulation materials]: Avtoref. dis. d.t.n. M.: VIAM. 2000. 70 s.
16. Birchall J.D. The preparation and properties of polycrystalline aluminium oxide fibers //Trans. J. Br. Ceram. Soc. 1983. V. 82. P. 143–145.
17. Fei Zuo, Claud Carry, Sebastien Sounier, Sylvain Marinel, Dominique Goeuriot. Comparison of the Microwave and Conventional Sintering of Alumina: Effect of MgO Doping and Particle Size// Journal of the American Ceramic Society. 2013. V. 6. P. 1732–1737.

18. Lavaste V., Berger M.H., Bunsell A.R., Besson J. Microstructure and mechanical characteristics of alpha-alumina-based fibers //J. of Materials Science. 1995. V. 30. №17. P. 4215–4225.
19. Xue L.A., Chen I. Influence of additives on the γ -to- α transformation of alumina //J. of Materials Science Letters. 1992. V. 11. №8. S. 443–445.
20. Zhou R.-S., Snyder R.L. Structures and Transformation Mechanisms of the η -, γ - and θ -Transition Aluminas //J. Acta Cryst. 1991. V. 47. №5. P. 617–630.
21. Nakagawa Z., Aosaki T., Enomoto N. Crystallization Process of Amorphous Aluminas to α -Alumina //Materials Science and Engineering Serving Society. Amsterdam: Elsevier Science B. 1998. P. 52–55.
22. Naslain R., Wallenberger F.T. Ceramic oxide fibers from sol-gels and slurries /In: Advanced Inorganic Fibers. Processing, Structures, Properties, Application. Boston. 2000. V. 6. P. 205–232.
23. Sumita S., Bowen H.K. Effects of foreign oxides on grain growth and densification of sintered Al_2O_3 //Ceramic Transactions. 1988. V. 21. P. 840–847.
24. Monceau D., Petot C., Petot-Ervas G., Fraser J.W., Fraser M.J., Graham M.J., Sproule G.L. Surface segregation and morphology of Mg-doped α -alumina //Journal of European Ceramic Society. 1997. V. 80. P. 2361–2366.
25. Kim M.J., Kim S.M., Yoon D.Y. Singular Grain Boundaries in Alumina Doped with Silica //J. Am. Ceram. Soc. 2004. V. 87. P. 507–509.
26. MacLaren R.M., Cannon M.A., Gülgün R., Voytovych N., Popescu-Porion C., Scheu U., Täffner M. Rühle Abnormal grain growth in alumina: Synergetic effects of Ytria and Silica //Journal of American Ceramic Society. 2007. V. 86(4). P. 650–659.
27. Gavrilov K.L., Bennison S.J., Mikeska K.R., Levi-Setti R. Role of magnesia and silica in alumina microstructure evolution //Journal of Materials Science. 2003. V. 38. P. 3965–3972.
28. Bagley R.D., Johnson D.L. Effect of magnesia on grain growth in alumina //Advanced Ceramic materials. 1984. №10. P. 666–678.
29. Radonjic L., Srdic V. Effect of magnesia on the densification behavior and grain growth of nucleated gel alumina //Materials Chemistry and Physics. 1997. V. 47. P. 78–84.
30. Ikegami T., Iyi N., Sakaguchi I. Influence of magnesia on sintering stress of alumina //Ceramics International. 2010. V. 36. P. 1143–1146.
31. Dillon S.J., Harmer M.P., Rohrer G.S. Influence of interface energies on solute partitioning mechanisms in doped aluminas //Acta Mat. 2010. V. 58. P. 5097–5108.

32. Louet N., Reveron H., Fantozzi G. Sintering behaviour and microstructural evolution of ultrapure α -alumina containing low amounts of SiO₂ //Journal of European Ceramic Society. 2008. V. 28. P. 205–215.