

УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЙ α - Al_2O_3 . ВЗРЫВНОЙ МЕТОД СИНТЕЗА И СВОЙСТВА

А. А. Букаемский, С. С. Авраменко, Л. С. Тарасова

Научно-исследовательский физико-технический институт КрГУ Минобразования России
660036 Красноярск, buksir@nifti.krasnoyarsk.ru

Разработан взрывной метод получения α - Al_2O_3 в ультрадисперсном состоянии и определены оптимальные параметры синтеза. Частицы ультрадисперсного α - Al_2O_3 имеют сферическую форму и разделены между собой. Распределение по размерам логарифмически нормальное (среднечисленный размер 70 нм, дисперсия 1,9). Изучены особенности фазовых переходов в ультрадисперсном оксиде алюминия при ударно-волновом воздействии. Результаты рентгенофазового анализа позволяют предположить возможность стабилизации новой фазы высокого давления — δ' - Al_2O_3 , которая имеет кубическую гранцентрированную решетку с параметром $a = 8,53 \text{ \AA}$.

Ключевые слова: метастабильность, корунд, фазовый переход, ударно-волновой синтез, поверхность, модификация.

Большинство физических методов получения ультрадисперсных материалов основано на принципе испарения исходного вещества и последующей конденсации конечного продукта [1]. Разнообразии методов в основном определяется способами нагрева исходного материала: электрическим током [2], высокочастотным излучением [3], плазмой [4], горением [5], ударной волной [6] и др. В ряде методов дополнительным источником тепла являются экзотермические химические реакции, например окисление металлов до оксидов [2, 4, 6].

Для сохранения вещества в ультрадисперсном состоянии необходимо на завершающих стадиях синтеза организовать быстрое охлаждение материала. Малый размер синтезированных частиц и высокие скорости закалки вещества способствуют образованию метастабильных фаз синтезированных материалов.

Согласно данным каталога ASTM для оксида алюминия существует более 10 модификаций; единственной термодинамически стабильной является α - Al_2O_3 (корунд). Существование остальных фаз определяется условиями получения и наличием примесей (групп OH^- , азота и др.) и связано с различным расположением катионов алюминия по тетраэдрическим и октаэдрическим позициям.

Практически все существующие методы синтеза оксида алюминия в ультрадисперсном состоянии позволяют получать материал в ме-

тастабильных кристаллических модификациях: $\gamma + \delta$ [2], $\delta + \delta$ -AlON [4], $\delta + \theta$ [7]. Набор и соотношение фаз определяются условиями синтеза. Влияние скорости охлаждения на фазовый состав материала подробно исследовано в [8], где термодинамически обоснована большая вероятность образования из расплава оксида зародышей метастабильных фаз.

Единственным известным нам методом получения α - Al_2O_3 в ультрадисперсном состоянии является дробление крупного порошка корунда в высокоэнергетических планетарных мельницах [9]. Однако как для сухого, так и для влажного помола существует предельный размер, при достижении которого начинается обратная агрегация частиц. Решить эту проблему удалось за счет применения химически инертного к Al_2O_3 вещества, предотвращающего спекание частиц в процессе помола [10]. Полученный авторами порошок состоит из α - Al_2O_3 с характерным размером частиц 18 нм.

Известны работы по ударно-волновому воздействию на оксид алюминия [11, 12], в которых сообщается о значительном дроблении материала (до 19 нм), но на уровне блоков мозаик (или кристаллитов), размер самих частиц при этом практически не отличается от исходного.

В данной работе рассмотрен взрывной метод получения α - Al_2O_3 в ультрадисперсном состоянии. Определены параметры синтеза, необходимые для получения α - Al_2O_3 , исследованы свойства синтезированного материала и изуче-

Работа выполнена при частичной поддержке фонда INTAS (грант 97-1754).

ны особенности фазовых переходов в ультрадисперсном оксиде алюминия.

ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И СХЕМА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве исходного материала использовался ультрадисперсный порошок оксида алюминия взрывного синтеза. Метод его получения и основные физико-химические характеристики подробно изложены в [13, 14]. Порошок состоит из частиц сферической формы, которые разделены между собой, спеки и прочные агломераты отсутствуют. Распределение частиц по размерам логарифмически нормальное со следующими параметрами: среднечисленный размер $d_{0,5} = 70$ нм, дисперсия $\sigma = 1,9$. Порошок белого цвета с насыпной плотностью $0,42$ г/см³. По данным рентгенофазового анализа материал состоит из δ - и θ -модификаций Al_2O_3 (рис. 1, в), содержание последней — порядка 12 % [7].

Схема экспериментов аналогична применяемой в работе [14]. Опыты проводили в герметичной взрывной камере из нержавеющей стали объемом 24 дм³. Для предотвращения спекания частиц во фронте ударной волны взрывному воздействию подвергали смесь исходного порошка с водой в пропорции 1:1,6.

В качестве взрывчатого вещества использовали гексоген плотностью $1,1$ г/см³. Взрыв инициировали электроискровым методом. Масса заряда взрывчатого вещества сохранялась постоянной (≈ 21 г), а толщина слоя суспензии Δ_c варьировалась. В качестве контролируемого параметра использовали безразмерную величину $A = \Delta_c / \Delta_{ВВ}$, где $\Delta_{ВВ}$ — радиус заряда взрывчатого вещества.

После подрыва порошок собирали со стенок камеры и высушивали. Далее его исследовали на электронном микроскопе JEOL-100С. Рентгенофазовый анализ проводили на автоматизированном комплексе ДРОН-3 (CuK α -излучение).

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные порошки, так же как и исходный, характеризуются низкой насыпной плотностью ($0,67$ г/см³). Цвет порошков меняется от серого (при малых значениях A) до практически белого ($A > 0,75$).

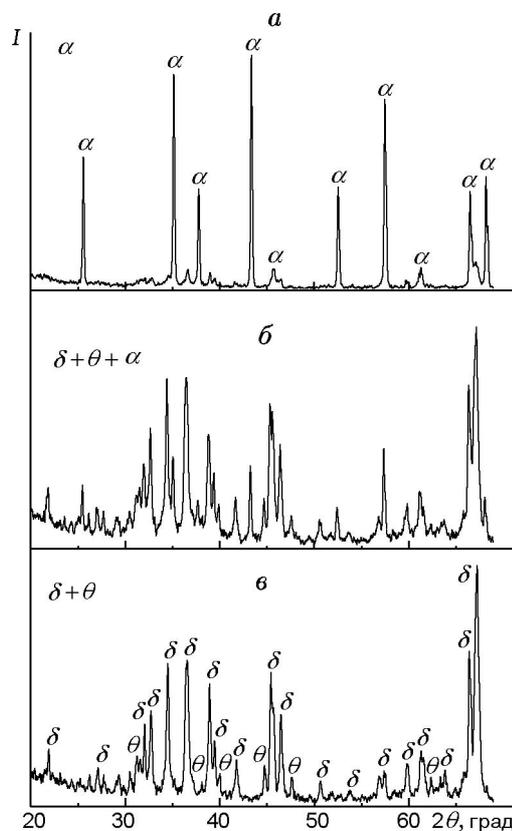


Рис. 1. Рентгенограммы порошков, модифицированных при $A = 0,2$ (а), $0,5$ (б), и исходного порошка (в)

Модифицированные порошки (рис. 2) представляют собой смесь частиц оксида алюминия и детонационного углерода, который и определяет цвет синтезированных материалов. Как и в исходном порошке, частицы оксида алюминия имеют сферическую форму и разделены между собой. Присутствуют спеки из двух-трех частиц, но их количество незначительно. Параметры распределения частиц по размерам ($d_{0,5}$, σ) у исходного и модифицированных порошков близки.

После отжига при температуре 900 °С цвет порошков становится белым, насыпная плотность не меняется. Исключение составляет порошок, модифицированный при $A = 0,2$, у которого сохранился серый оттенок.

Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют, что модифицированные порошки являются многофазными и состоят из фаз δ -, θ - Al_2O_3 , характерных для исходного порошка, и α -модификации оксида (рис. 1, б). Содержание фаз оценивали по зна-

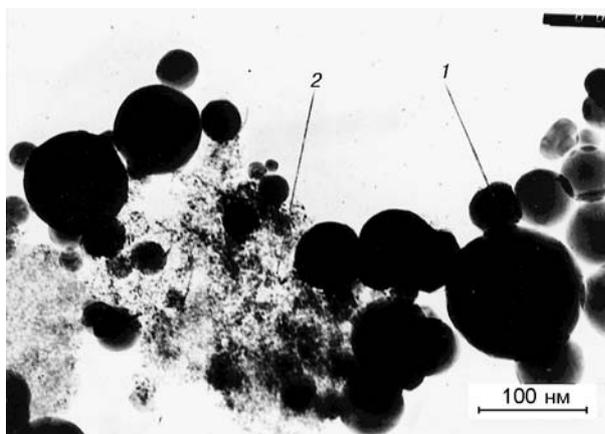


Рис. 2. Типичная фотография модифицированного порошка:

1 — Al_2O_3 ; 2 — детонационный углерод

Таблица 1

A	$I_\alpha/(I_\alpha + I_\delta)$	I_δ/I_θ
0,2	93,7	—
0,5	34,9	2,81
0,75	17,1	2,88
1,0	7,9	2,86
Исходный порошок	—	2,83

чению интенсивностей одиночных рефлексов на углах 2θ : $43,4^\circ$ ($I_\alpha^{100}\%$); $36,52^\circ$ ($I_\delta^{60}\%$); $44,7^\circ$ ($I_\theta^{80}\%$). В качестве контролируемых параметров использовали следующие соотношения: $I_\alpha/(I_\alpha + I_\delta)$; I_δ/I_θ . Результаты анализа приведены в табл. 1.

Видно, что соотношение δ - и θ -фаз для всех порошков, включая исходный, остается практически постоянным. Соотношение α - и δ -фаз определяется условиями синтеза. При $A = 0,2$ материал стабилизируется преимущественно в α - Al_2O_3 , содержание δ - Al_2O_3 незначительно и находится на уровне фона (рис. 1, а). При увеличении толщины слоя исходной суспензии содержание α - Al_2O_3 уменьшается, и при $A > 1$ рентгенограммы модифицированного и исходного порошков аналогичны.

Зависимость фазового состава модифицированных порошков от условий синтеза можно объяснить следующим образом. Цилиндрическая симметрия экспериментальной сборки определяет значительное затухание амплитуды ударной волны по мере ее распространения

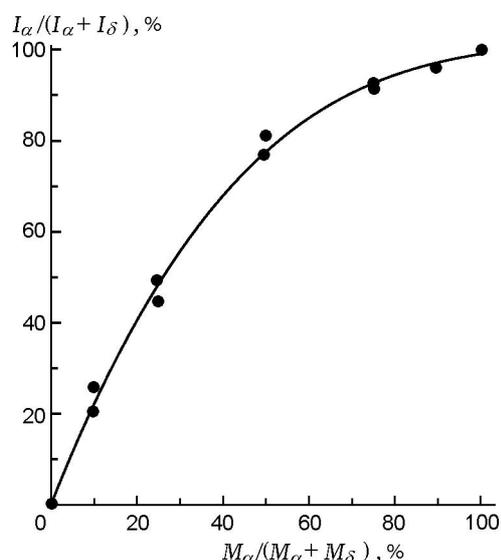


Рис. 3. Эталонная кривая для α - Al_2O_3

по слою исходного материала. Это приводит к разделению слоя суспензии на два подслоя, с различным фазовым составом. В первом, граничном с взрывчатым веществом подслое реализуются параметры ударно-волнового сжатия, достаточные для стабилизации α - Al_2O_3 . В следующем подслое условия нагружения недостаточны для изменения фазового состава материала. Таким образом, наблюдаемая последовательность фазовых подслоев от контактной границы с взрывчатым веществом следующая: α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow (\delta + \theta)$ - Al_2O_3 .

Для определения толщины слоя суспензии $\Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$, в котором происходит переход $\delta \rightarrow \alpha$, необходимо знать массу α - Al_2O_3 (M_α) в модифицированных порошках. Для этого была построена градуировочная кривая, определяющая связь между относительным количеством порошка ($B = M_\alpha/(M_\alpha + M_\delta)$), стабилизированного в α -модификации оксида, и данными рентгенофазового анализа ($I_\alpha/(I_\alpha + I_\delta)$), где M_δ — масса $(\delta + \theta)$ - Al_2O_3 . Исходный и модифицированный при $A = 0,2$ порошки смешивали в определенных массовых пропорциях и проводили рентгенофазовый анализ приготовленных смесей. Полученные экспериментальные данные экстраполировали полиномом 3-й степени (рис. 3):

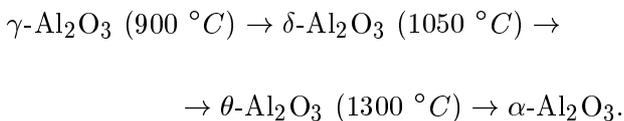
$$I_\alpha/(I_\alpha + I_\delta) = k_0 + k_1 B + k_2 B^2 + k_3 B^3,$$

где $k_0 = 0,168$; $k_1 = 2,396$; $k_2 = -1,978 \cdot 10^{-2}$; $k_3 = 5,726 \cdot 10^{-5}$. При помощи полученной кри-

вой для модифицированных порошков определяли относительное количество порошка, стабилизированного в α -модификации оксида, и вычисляли массу M_α . Для данной серии экспериментов осредненное значение M_α составило $(5,9 \pm 0,5)$ г, что соответствует толщине слоя $\Delta_c(\delta \rightarrow \alpha) = 1,9$ мм.

Следует отметить, что полученное значение $\Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$ коррелирует с характерной толщиной области повышенных давлений, возникающей в материале из-за наличия стационарной зоны химических реакций во взрывчатом веществе [15]. Это позволяет оценить давление перехода $\delta \rightarrow \alpha$ ($p_{\delta \rightarrow \alpha}$) в оксиде алюминия при ударно-волновом воздействии. Давление ударного сжатия вещества определяли по методике, разработанной в [16]. Если считать, что давление перехода находится в окрестности точки Чепмена — Жуге, получим значение $p_{\delta \rightarrow \alpha}$ порядка 70 кбар.

Фазовые переходы в оксиде алюминия исследованы достаточно подробно. Согласно данным [17, 18] при термическом воздействии на γ - Al_2O_3 реализуется следующая последовательность фазовых переходов:



Данная последовательность характерна для оксида алюминия, получаемого из гидроксидов. В этом случае стабилизация метастабильных модификаций осуществляется преимущественно гидроксильными группами OH^- . Считается [17], что фаза $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, обладающая моноклинной решеткой, является переходной фазой оксида алюминия и необходима для перестройки кристаллической структуры из тетрагональной решетки $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ в гексагональную $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. При этом в $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, как и в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, весь алюминий занимает две трети октаэдрических пустот [19].

В то же время интенсивная механическая обработка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в планетарно-центробежных мельницах приводит к сужению диапазона температур существования фазы $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ вплоть до ее полного исчезновения [20]. Механическое воздействие на материал сопровождается образованием различных дефектов кристаллической структуры, что облегчает трансформацию кристаллической решетки при последующем фазовом переходе.

В некоторых случаях при отжиге фазы $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученной из расплава, наблюдается прямой переход $\delta \rightarrow \alpha$ [21, 22]. Отсутствие θ -фазы автор [21] объясняет совершенством кристаллической структуры δ -модификации, полученной через жидкую фазу. Однако данные по механоактивации, приведенные выше, позволяют предположить, что отсутствие переходной θ -модификации обусловлено наличием в материале микронапряжений кристаллической решетки, возникающих при «быстрой» закалке.

Нам известно только несколько работ по фазовым переходам в оксиде алюминия под действием ударных волн [23, 24]. При ударно-волновом нагружении $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ по традиционной ампульной схеме сохранения вещества авторы [23] наблюдали отсутствие переходных фаз. В [24] исследовали последовательности фазовых переходов в χ - и γ -оксидах алюминия, для которых при статическом отжиге до α -модификации характерно наличие переходных α -фаз и δ -, θ -фаз соответственно. Эксперименты проводили по схеме, аналогичной применяемой в данной работе. Показано, что в порошках после ударно-волнового воздействия отсутствуют α -, δ -, θ -модификации оксида.

В данной работе частицы исходного порошка двухфазные ($\delta + \theta$) [7]. Поэтому при определенных параметрах ударно-волнового сжатия можно было ожидать увеличения содержания переходной θ -модификации оксида. Однако результаты рентгенофазового анализа (см. табл. 1) свидетельствуют о том, что вне зависимости от условий синтеза в модифицированных порошках не происходит изменения относительного содержания $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$. Это позволяет утверждать, что при ударно-волновом воздействии в ультрадисперсном оксиде алюминия реализуется прямой фазовый переход $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Угловые положения и интенсивности дифракционных линий $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ для порошка, модифицированного при $A = 0,2$, приведены в табл. 2. Для сравнения там же указаны рентгенометрические данные каталога ASTM (№ 10-173). Для модифицированного порошка наблюдается незначительный сдвиг линий рентгеновской дифракции в сторону меньших углов, что согласуется с результатами работы [23].

Согласно данным [11, 12] ударно-волновое воздействие на оксид алюминия значительно

Таблица 2

A = 0,2		В слое $\Delta_c \approx \Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$		Данные ASTM (№ 10-173)	
2 θ , град	I, %	2 θ , град	I, %	2 θ , град	I, %
25,56	52	25,52	58	25,60	75
35,12	91	35,08	93	35,16	90
37,76	41	37,72	44	37,81	40
43,32	100	43,30	100	43,40	100
45,72	8	45,78	6	46,22	2
52,52	44	52,46	45	52,60	45
57,48	84	57,42	88	57,57	80
59,72	4	59,72	3	59,82	4
61,28	11	61,22	8	61,22	6
66,52	42	66,43	35	66,61	30
68,2	51	68,10	48	68,26	50

изменяет структуру материала, что сопровождается искажением кристаллической решетки и уменьшением размера областей когерентного рассеяния. Эти изменения происходят за счет трения между частицами, что приводит к их деформации и измельчению [11]. Для исследуемых порошков результаты рентгенофазового анализа и исследований на электронном микроскопе свидетельствуют об отсутствии дробления материала как на уровне частиц, так и на уровне блоков мозаик. По-видимому, это связано с наличием в нагружаемой среде воды, которая играет роль демпфера.

Для изучения особенностей фазовых превращений в ультрадисперсном оксиде алюминия под действием ударных волн был проведен специальный эксперимент. Импульсному воздействию подвергался слой исходной суспензии, по толщине близкий к $\Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$. По данным рентгенофазового анализа модифицированный порошок состоит преимущественно из α - Al_2O_3 . Кроме того, на рентгенограмме присутствуют «слабые» рефлексы на углах 2 θ : 30,08; \approx 34,5; 36,48; 42,35; 45,79 и \approx 66,70°, совокупность которых не характерна для δ -, θ -, α - и других известных фаз оксида.

Для примера на рис. 4 приведены фрагменты рентгенограмм исходного и модифицированного порошков. Для δ - Al_2O_3 согласно [21] характерно наличие дублета на углах 2 θ = 45,61° (70 %) и 46,57° (65 %). На рентгенограмме исходного порошка (рис. 4, б) наблюдает-

ся расщепление первой дифракционной линии дублета (45,45° и 45,74°), что, по-видимому, является свойством порошка δ - Al_2O_3 взрывного синтеза. В модифицированном порошке (рис. 4, а) этот триплет трансформируется в одиночный рефлекс при 2 θ = 45,79°.

Результаты рентгенофазового анализа позволяют предположить стабилизацию оксида алюминия в новой фазе высокого давления, назовем ее условно δ' . По методике, приведенной в [25], было показано, что эта фаза имеет кубическую гранецентрированную решетку с параметром $a = (8,53 \pm 0,05)$ Å.

Данной фазе по количеству значимых рефлексов и их интенсивностям наиболее близок γ -оксид алюминия (ASTM № 10-425), однако угловые положения рефлексов несколько смещены. Фаза γ - Al_2O_3 имеет гранецентрированную кубическую решетку с параметром $a = 7,92$ Å.

Следует отметить, что в исходных частицах ($\delta + \theta$)- Al_2O_3 содержится примесный азот (0,23 %) [13]. Ранее [14] сообщалось о получении взрывным методом оксида алюминия с содержанием азота 1,11 % и близкого по структуре к γ -оксинитриду алюминия. Данный оксинитрид (ASTM № 18-52) имеет ГЦК-решетку, параметр a изменяется от 7,92 до 7,95 Å при увеличении содержания азота от 2,24 до 5,02 %. Существует также δ -оксинитрид алюминия (ASTM № 18-51), менее богатый азотом (0,62 %) и по структуре аналогичный δ - Al_2O_3 .

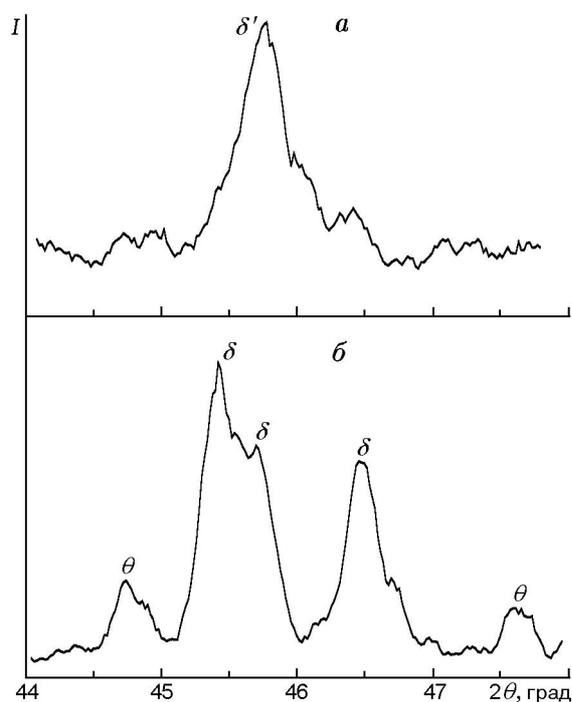


Рис. 4. Фрагменты рентгенограмм модифицированного (а) и исходного (б) порошков

Оксинитриды алюминия образуются при температурах ≈ 2000 °С по реакции $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{AlN}$, существуют до температуры 1600 и 1900 °С для γ - или δ - AlON соответственно, при охлаждении распадаются на α - Al_2O_3 и нитрид алюминия [26].

По-видимому, в зависимости от условий взрывного синтеза (например, от количества аммиака в продуктах детонации) в момент кристаллизации частиц образуются γ - или δ -оксинитриды, которые при последующем быстром охлаждении (закалке) преобразуются в соответствующие метастабильные фазы оксида. Азот при этом частично выходит из материала.

Исследуемое в данной работе ударно-волновое воздействие на $(\delta + \theta)$ - Al_2O_3 сопровождается разогревом материала, достаточным при $\Delta_c < \Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$ для образования α - Al_2O_3 . Малый размер частиц определяет их равномерный прогрев за времена ударного воздействия. Согласно [17] стабилизация α -модификации сопровождается удалением примесей из кристаллической решетки оксида. Логично предположить, что образование α -модификации начинается в центре частиц. Дви-

жение фронта кристаллизации сопровождается вытеснением азота из объема частиц и концентрированием его у поверхности. Последующее «замораживание» материала при разгрузке фиксирует повышенное содержание азота в приповерхностном слое частиц, что и определяет стабилизацию новой фазы δ' - Al_2O_3 .

Расположение этой фазы на поверхности должно влиять на кристаллическое строение α - Al_2O_3 в объеме частицы. Из табл. 2 видно, что положения всех линий рентгеновской дифракции для α -фазы, полученной при $\Delta_c \approx \Delta_c(\delta \rightarrow \alpha)$, значительно смещены в сторону малых углов. По сравнению с данными каталога ASTM (приведены ниже в скобках) для этого порошка наблюдается увеличение параметров кристаллической решетки до $a = 4,763$ Å (4,751 Å) и $c = 13,061$ Å (13,012 Å), что соответствует увеличению объема элементарной ячейки на 0,51 %.

ЛИТЕРАТУРА

1. Морохов И. Д., Трусов Л. И., Лаповок В. Н. Физические явления в ультрадисперсных средах. М.: Энергоатомиздат, 1984.
2. Котов Ю. А., Саматов О. М. Характеристики порошков оксида алюминия, полученных импульсным нагревом проволоки // Поверхность. Физика, химия, механика. 1994. № 10/11. С. 90–94.
3. Ген М. Я., Миллер А. В. Левитационный метод получения ультрадисперсных порошков металлов // Поверхность. Физика, химия, механика. 1983. № 2. С. 150–154.
4. Алексеев Н. В., Балихин И. Л. и др. Формирование ультрадисперсного порошка оксида алюминия в условиях ограниченной струи воздушной плазмы // Физика и химия обработки материалов. 1994. № 4/5. С. 72–78.
5. Золотко А. Н., Вовчук Я. И., Полетаев Н. И. и др. Синтез наноксидов в двухфазных ламинарных пламенах // Физика горения и взрыва. 1996. Т. 32, № 3. С. 24–33.
6. Белошапко А. Г., Букаемский А. А., Ставер А. М. Образование ультрадисперсных соединений при ударно-волновом нагружении пористого алюминия. Исследование полученных частиц // Физика горения и взрыва. 1990. Т. 26, № 4. С. 93–98.
7. Букаемский А. А., Тарасова Л. С., Федорова Е. Н. Исследование особенностей фазового состава и стабильности ультрадисперсного Al_2O_3 взрывного синтеза // Изв. вузов. Цветная металлургия. 2000. № 5. С. 60–63.
8. Вурзель Ф. Б., Хмельник В. А., Назаров В. Ф., Косоручкин Г. В. О получении

- газотермических корундовых покрытий // Физика и химия обработки материалов. 1988. № 3. С. 86–92.
9. **Аввакумов Е. Г.** Механические методы активации химических процессов. Н.: Наука, 1986.
 10. **Karagedov G. R., Lyakhov N. Z.** Preparation and sintering of nanosized α - Al_2O_3 powder // NanoStructured Mater. 1999. V. 11, N 5. P. 559–572.
 11. **Прюмер Р.** Обработка порошкообразных материалов взрывом. М.: Мир, 1990.
 12. **Heckel R. W., Youngblood J. L.** X-Ray line broadening study of explosively shocked MgO and α - Al_2O_3 powders // J. Amer. Ceram. Soc. 1968. V. 51, N 7. P. 398–401.
 13. **Букаемский А. А., Белошапко А. Г., Пузырь А. П.** Физико-химические свойства порошка Al_2O_3 взрывного синтеза // Физика горения и взрыва. 2000. Т. 36, № 5. С. 119–125.
 14. **Букаемский А. А.** Получение новых ультрадисперсных материалов и исследование их свойств: Дис. ... канд. физ.-мат. наук. Красноярск, 1995.
 15. **Альтшулер Л. В.** Применение ударных волн в физике высоких давлений // Успехи физ. наук. 1965. Т. 85, № 2. С. 197–258.
 16. **Дерибас А. А.** Физика упрочнения и сварки взрывом. Новосибирск: Наука, 1980.
 17. **Диаграммы состояния силикатных систем:** Справочник / Н. А. Горопов, В. П. Берзаковский, В. В. Лапин, Н. Н. Курцева. Л.: Наука, 1970. Вып. 2. С. 18–34.
 18. **Липпенс Б. К., Стеггерда Й. Й.** Активная окись алюминия // Строение и свойства адсорбентов и катализаторов. М.: Мир, 1973. С. 191–232.
 19. **Цвигунов А. Н., Хотин В. Г. и др.** Детонационный синтез взрывом новой модификации оксида алюминия из гиббсита // Стекло и керамика. 1998. № 12. С. 16–20.
 20. **Кириченко О. А., Ушаков В. А. и др.** Фазовые превращения и массоперенос в механически активированных низкотемпературных оксидах алюминия // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1999. Т. 35, № 3. С. 333–341.
 21. **Rooksby H. P.** The preparation of krystalline α -alumina // J. Appl. Chem. 1958. N 8. P. 44–49.
 22. **Серов М. М., Егоров О. Н., Вальяно Г. Е. и др.** Оксидные волокна, полученные закалкой расплава // Физика и химия обработки материалов. 1994. № 2. С. 129–131.
 23. **Адаменко Б. Г., Пашков П. О., Тамбовцева Л. Н.** Воздействие ударно-волновой обработки на фазовые превращения в окиси алюминия // Порошковая металлургия. 1978. № 10. С. 93–97.
 24. **Букаемский А. А., Пузырь А. П., Тарасова Л. С., Федорова Е. Н.** Дробление вещества и фазовые переходы в оксиде алюминия под действием ударных волн // Изв. вузов. Цветная металлургия. 2001. № 2.
 25. **Миркин Л. И.** Рентгеноструктурный анализ. Индицирование рентгенограмм: Справочное руководство. М.: Наука, 1981.
 26. **Коллонг Р.** Нестехиометрия. М.: Мир, 1974.

*Поступила в редакцию 13/X 2000 г.,
в окончательном варианте — 31/VIII 2001 г.*