

УДК 541.128

Шапорев В.П., Шестопапов А.В.

## СИНТЕЗ ЧАСТИЦ ТИТАНА АЛЮМИНИЯ АНИЗОТРОПНОЙ ФОРМЫ ПРИ ПРОТЕКАНИИ ТВЕРДОФАЗНЫХ РЕАКЦИЙ В СИСТЕМЕ ГИДРОКСИД АЛЮМИНИЯ–ДИОКСИД ТИТАНА

### Введение

Титанат алюминия ( $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ ) привлекает к себе внимание тем, что он является термостойким материалом с низким термическим расширением (температура плавления  $1860^\circ\text{C}$ , коэффициент термического расширения  $1,4 \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$  в диапазоне температур  $25\text{--}800^\circ\text{C}$ ) [1]. Преимущество отдается  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ , который синтезирован в виде нитевидных кристаллов или частиц анизотропной формы. Такие частицы используются как армирующий компонент при производстве композиционных материалов для накладок на днища поршней двигателей внутреннего сгорания (ДВС) [2,3], тепловой изоляции дизеля [4], упрочнения титанатного или алюминиевого сплавов, из которых изготавливаются детали ДВС [5,6].

Известные методы синтеза титаната алюминия [7,8] базируются на процессе спекания активного оксида алюминия с оксидом титана в присутствии добавок фторида алюминия ( $\text{AlF}_3$ ). Причем реакционная смесь синтезируется в результате смешения водных растворов сернокислого алюминия  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  и сернокислого титанила  $\text{TiOSO}_4$ . Образовавшийся осадок подвергается дегидратации и десульфурации, а полученный порошкообразный материал, состоящий из оксида алюминия и диоксида титана с добавкой 5–30 % фторида алюминия (в пересчете на атомы Al) подвергается тепловой обработке при  $1300^\circ\text{C}$  и выше. Как установлено авторами работ [7,8], при таких условиях обжига, особенно в случае стехиометрического соотношения спекаемых оксидов, наряду с образованием  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ , одновременно наблюдается склонность титаната алюминия к эвтектоидному распаду на оксид алюминия и диоксид титана типа рутила. Поэтому формирование кристаллов анизотропной формы весьма затруднено. В работе [9] рассмотрены и обоснованы теоретически экспериментальные результаты по образованию и кристаллизации нитевидных кристаллов титанатов в процессе твердофазного синтеза на основании процессов диффузии иницированных рекристаллизацией.

Показано, что в типичных дисперсных системах рост новых фаз осуществляется в результате низкотемпературных [ $T \approx (0,1\text{--}0,4) T_{\text{пл}}$  продукта] процессов массопереноса, а рост кристаллов анизотропной формы проходит в результате кристаллизации, образовавшейся рентгеноаморфной новой фазы. Однако публикации по исследованию процесса образования  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  с точки зрения теории, обоснованной в работе [9], отсутствуют.

В данной статье приведены результаты исследования по синтезу титаната алюминия с помощью термической обработки порошкообразной смеси из кислотосодержащих соединений алюминия (в основном  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) и диоксида титана с добавкой фторида алюминия ( $\text{AlF}_3$ ) и определения размера частиц, отношения поперечного размера к длине кристалла, а также кристаллографической ориентации в продольном направлении.

### Методика исследований

### Приготовление образцов и методы измерений

Для получения исходного материала для синтеза титаната алюминия готовили смеси различного состояния из порошкообразных компонентов. В качестве гидроксида алюминия использовали гидраргиллит, выпускаемый различными глиноземными заводами, который состоял из гранул с размерами 20–150 мкм, содержание гранул с размерами 40–80 мкм составляло ~80 %. Гранулы, в свою очередь, состояли из пластинчатых кристаллов гидраргиллита с характерным размером  $10^4$ – $10^5$  Å. Согласно [10] кристаллическая структура гидраргиллита базируется на пакетах АВ, образованных двумя слоями гидроксильных групп, между которыми расположен слой катионов алюминия. Пакеты АВ удерживаются вместе в объеме кристаллов за счет водородных связей. Объединение пакетов в структуре гидраргиллита может быть изображено последовательно АВ ВА АВ... [10]. Содержание структурной воды в гидраргиллите, определяемое по потерям массы при прокаливании, составляет 34,6 % и практически совпадает с теоретическим для гидроксидов состава  $Al(OH)_3$ . В качестве другого компонента использовали диоксид титана модификации анатаз. Анатаз существует в виде двух модификаций:  $\alpha$  и  $\beta$  и кристаллизуются они в тетрагональной системе.  $\beta$ -анатаз при 642 °С обратимо переходит в  $\alpha$ -форму, а в отсутствие примесей (особенно ионов Fe)  $\alpha$ -анатаз, начиная с 915 °С, переходит монотонно в рутил. Переход анатаза в рутил сопровождается уменьшением объема почти в 8 %. В экспериментах использовали диоксид титана квалификации ОСЧ 7–3 по ТУ 6–09–01–640–84. Массовая доля  $TiO_2$  составляла 96,2–97,7 %, массовая доля Fe – 0,009–0,039 %. Для уменьшения содержания ионов Fe диоксид титана обрабатывали 10 % раствором КОН, а затем 10 % раствором HCl. После отмывки и сушки  $TiO_2$  массовая доля Fe уменьшилась на порядок.

Указанные компоненты (гидраргиллит и диоксид титана) смешивались до получения гомогенной однородной смеси с использованием различных агрегатов, в том числе на завершающей стадии двухвальнoй шнековой машины с самоочищающимися шнеками и фильерой для получения гранулята в виде цилиндров с размерами (5–10)×(10–15) мм.

В ряде экспериментов вместо анатаза использовался аморфный гидроксид титана, который получается на промежуточной стадии производства диоксида титана с содержанием свободной воды 5–10 %. В процессе смешения и гомогенизации компонентов в смеси вводили 5 %, в пересчете на атомы Al,  $AlF_3$ . Компонент  $AlF_3$  вводили в указанном количестве, так как в [7,8] установлено, что большее количество  $AlF_3$  не оказывает влияние на процесс формирования кристаллов  $Al_2TiO_5$ . Компонент диоксид титана вводили в шихту с избытком от стехиометрии в количестве 1–2 %, что, согласно [9], наряду с небольшими примесями ионов Fe, способствует подавлению эвтектоидного распада  $Al_2TiO_5$  на оксид алюминия и рутил.

Изменение фазового состава при протекании твердо-фазной реакции проводилось непосредственно в процессе термической обработки гранулированной шихты, то есть методом «*insitu*».

Рентгенографическое исследование осуществляли на дифрактометре ДРОН-2 в  $Cu_{\alpha}$ -излучении при напряжении на трубке 36 кВ и силе тока 30 мА. Монохроматором служил графит, что обеспечивало хорошее разрешение линий на дифрактограммах. Для съемки применялась высокотемпературная рентгеновская камера УВД-2000, позволяющая проводить нагрев в среде воздуха или другого инертного газа до температуры 1400 °С.

Исследуемые образцы шихты подвергались также термическому анализу на дериватографе MOM 1500. Как при рентгенографических исследованиях, так и термическом анализе съемки проводились в неизотермических условиях при скоростях нагрева 150–200 град./мин. Указанные скорости нагрева выбраны, исходя из рекомендаций [9]. При термическом анализе кривые ДТА, ДТГ и ТГ регистрировались при скорости протяжки регистрационной бумаги 1 мм/мин. Регистрационная чувствительность кривых ДТА – 250 мВ, ДТГ – 1 мВ, ТГ – 100 мг. Некоторые образцы подвергались термической обработке в тиглях (лодочках). Тигли с объемом 30 см<sup>3</sup> изготовлены из платины, объем загрузки материала в тигель составил ~10–12 см<sup>3</sup>. Полученная после термической обработки масса в тиглях репульпировалась в дистиллированной воде и фильтровалась. Осадок репульпировался в этиловом спирте. Осадок сушился при 105 °С и в полученной массе определялись размеры кристаллов.

Замеры кристаллов и определение их структуры проводили на электронном микроскопе УЭМВ-100 и просвечивающем электронном микроскопе фирмы Сименс – «Эльмископ-1». Морфологию кристаллов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-2 (Япония). Кристаллографические параметры титаната алюминия даются в соответствии с таблицами стандарта ICPDS.

### Результаты исследований и их обсуждение

В первую очередь был исследован процесс дегидратации гидраргиллита при температурах нагрева 200 град./мин. до температуры реакции. На кривых ДТА зафиксирован небольшой по интенсивности эндотермический эффект при 220 °С, связанный с потерей воды и экзотермический эффект в области температур 730–860 °С. Последний обусловлен переходом (кристаллизацией) метастабильной структуры, образовавшейся при дегидратации в  $\eta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с кубической упаковкой по кислороду. При температуре фазового превращения гидроксид-оксид в присутствии парциального давления паров воды в газовой фазе с высокой воспроизводимостью, как установлено рентгенографическими исследованиями, формируется практически «однофазный» рентгеноаморфный продукт с высокой химической активностью, который не дает отражений на электронных дифрактограммах как от отдельных частиц, так от их массы. Содержание структурной (кристаллизационной) воды в этом продукте 5–10 массовых процентов, что меньше теоретического даже для гидроксидов алюминия состава AlO(OH). Известно, что в гидроксидах алюминия, включая гидраргиллит, ионы Al (III) находятся только в октаэдрической координации, а в оксидах  $\gamma$ -,  $\eta$ -,  $\chi$ - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – и в октаэдрической, и в тетраэдрической координации по кислороду [11]. Обработка спектров ЯМР<sup>27</sup>Al, которые сняты на образцах дегидратированного гидраргиллита, нагреваемого до температуры дегидратации со скоростью более 150 °С/мин, и приведены в работах [10, 12], показала, что, вероятно, полученный в наших экспериментах продукт дегидратации имеет содержание ионов Al (III) в 6-, 5-, 4-координированном состоянии близко к 85, 10 и 5 %. Из этого следует, что большая часть катионов после дегидратации гидраргиллита в неравновесных условиях сохраняет свое октаэдрическое окружение. То есть в продукте сохраняется основной структурный мотив исходного кристаллического гидроксида с формированием метастабильной промежуточной структуры твердой фазы, обладающей повышенной энергией и реакционной способностью, проявляя при этом свойства аморфного вещества, что и наблюдалось нами на рентгенограммах. Установлено, что рентгеноаморфное состояние системы наблюдается вплоть до температуры 950 °С, только при этой температуре появляются интенсивности, характерные для  $\chi$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–2 $\theta^\circ$ –

27; 35; 56. Выдержка рентгеноаморфного продукта дегидратации гидраргиллита при температуре 800 °С в течении 90 мин. позволила установить, что рентгеноаморфный продукт при длительной выдержке может кристаллизоваться в виде волокон (рис. 1).

Дифракционная картина рентгеновских лучей при нагревании диоксида титана с принятыми скоростями нагрева, а также ДТА, собственно подтвердили вышеотмеченные температурные интервалы перехода β- и α-анатаза в рутил. При переходе анатаза в рутил, начиная с температуры 1000 °С, наблюдалось укрупнение частиц с размера 40–60 мкм до 200 мкм. По-видимому это и является причиной уменьшения объема массы на 8–10 %, как отмечалось выше.



Рисунок 1 – Волокнистый продукт со структурой  $\left( \begin{array}{c} \text{-Al} \\ \text{-Al} \end{array} \right) \text{O} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{HO} \end{array} \text{Al}$  после выдержки при 800 °С. Увеличение в 20000 раз

Таким образом, индивидуальное исследование компонентов шихты при их нагреве со скоростью 200 град/мин показывает, что в интервале температур 650–950 °С компоненты шихты имеют высокую реакционную способность, близкие структурные мотивы и, вполне вероятно, что смесь компонентов в шихте при этих температурах вступит в реакцию с образованием рентгеноаморфного продукта  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  (рис. 2).

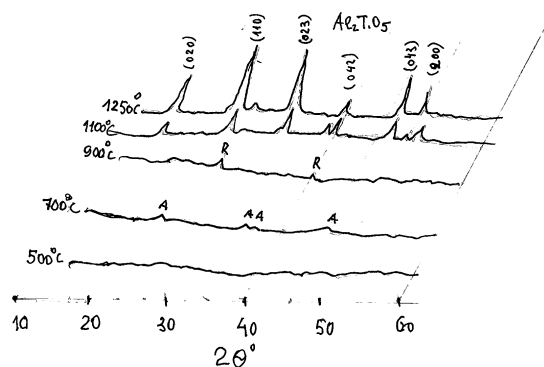


Рисунок 2 – Дифракционная картина рентгеновских лучей шихты, нагреваемой со скоростью 200 град/мин до различных температур. А – анатаз, R – рутил,  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  – титанат алюминия

На рис. 2 приведена дифракционная картина рентгеновских лучей исследуемой шихты с последующим обжигом при различных температурах.

Из приведенных рентгенограмм на рис. 2, как и следовало ожидать, в интервале температур 500–900 °С наблюдается рентгеноаморфная фаза. При 700 °С наблюдаются чуть заметные интенсивности  $\alpha$ -анатаза, а при 900 °С – рутила. Это связано с тем, что в шихте находится избыток оксида титана  $\beta$ -модификации, которая, как уже отмечалось выше, при 642 °С переходит в  $\alpha$ -модификацию, а при 900 °С – в рутил. Микрофотографии, полученные при исследовании структуры кристаллов в процессе нагрева до температур выше 600 °С, приведены на рис. 3.

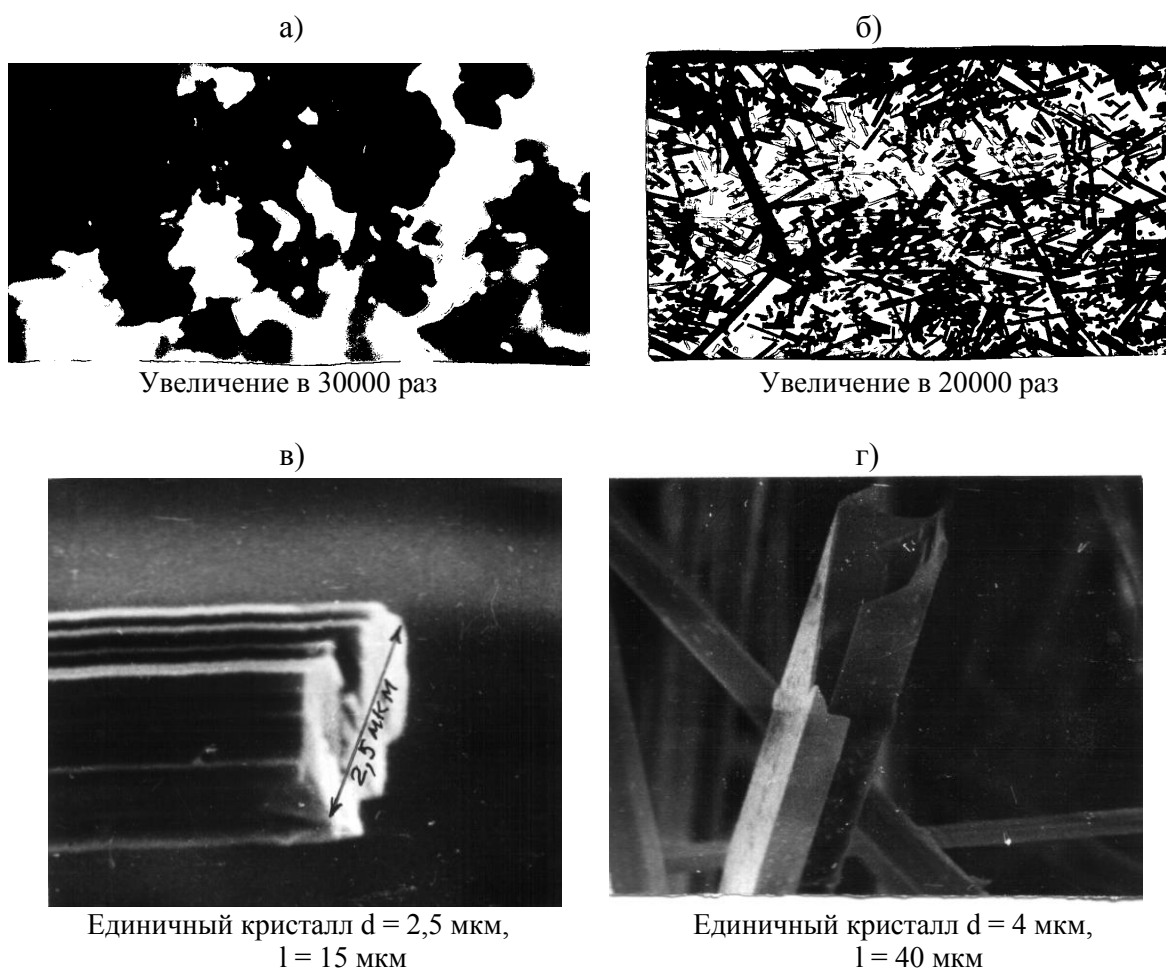


Рисунок 3 – Микрофотографии частиц титаната алюминия, синтезированных в процессе нагрева до различных температур  
а – 600 °С; б – 1000 °С; в – 1100 °С; г – 1300 °С

Из приведенных данных следует, что рентгеноаморфная фаза при достижении 1000 °С полностью кристаллизуется в частицы с анизотропной формой. Причем, как показано на экспозиции рис. 3 (в, г), в сечении кристаллы имеют огранку, близкую к шестиграннику, что согласуется с наблюдениями [1, 7, 8]. Влияние температуры обжига на размер и форму частиц отображено на рис. 4.

Таким образом, согласно результатам настоящих исследований, на число образующихся частиц анизотропной формы значительное влияние оказывает температурный режим обжига исходной шихты (рис. 4). Оптимальной температурой в процессе обжига можно принять 1200 °С, поскольку в этом интервале образуются

кристаллы с наибольшим значением  $l/d$ . Не следует, по-видимому, исключать и интервал температур 1000–1100 °С. В этом интервале при достаточно высоких отношениях  $l/d$  можно синтезировать тонкие кристаллы с диаметром 1–2 мкм.

В общем случае, с помощью просвечивающего электронного микроскопа было установлено, что получаемые анизотропные частицы представляют собой агрегаты из монокристаллов или тонких игольчатых кристаллов, расположенных в направлении длины; направление длины совпадает с осью (–а–).

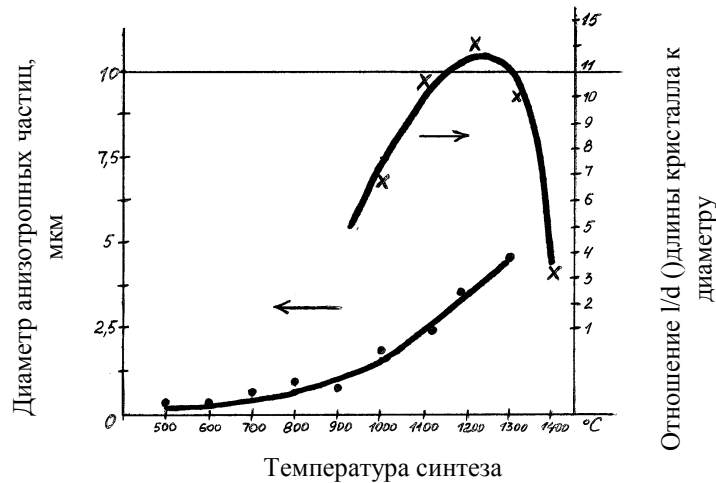


Рисунок 4 – Влияние температуры обжига на размер и форму частиц титаната алюминия; × – соотношения  $l/d$ ; • – размер кристалла в поперечном сечении

Для определения возможности использования полученных в данном исследовании титанатов алюминия в композитах были проведены исследования получения ориентированных формованных изделий из указанных материалов.

В такой порошок титаната алюминия добавляли 2 % по массе поливинилового спирта, смесь тщательно перемешивали и затем формовали с помощью экструзии тонкие пластины, которые укладывали в пакет и прессовали под давлением 1 т/см<sup>2</sup>. Получали ориентированные формованные изделия. Эти изделия резко нагревали до температуры 1400 °С и после выдержки в течение часа при этой температуре изделия извлекали из печи. Рентгенограмма поверхности прессования в процессе формования этих спеченных изделий приведена на рис. 5. Благодаря ориентации кристаллов титаната алюминия их дифракционная интенсивность в значительной степени отличалась от дифракционной интенсивности порошков.

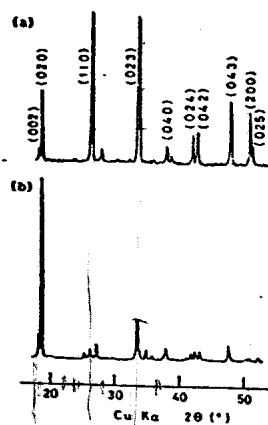


Рисунок 5 – Дифракційні картини рентгеновських лучей для поверхності спечених изделий: а – обычное прессование измельченных порошков; б – прессование многослойных пакетов из пластин, сформированных из порошков с частицами продолговатой формы

Степень ориентации в направлении различных осей, определенная методом, предложенным Лотжерингом, указана в табл. 1. Индекс ориентации образца 1, рассчитанный по рис. 5 в, был несколько меньше степени ориентации образца 2, полученного из порошка титаната алюминия. В любом случае отмечалась значительная ориентация параллельно оси  $-a-$  ( $F//a$ ). Данное обстоятельство свидетельствовало об ориентации продолговатых частиц параллельно поверхности образца, продольное направление которых совпадало с направлением оси  $-a-$ . В случае образца 1 отмечался высокий индекс ориентации ( $OkO$ ) ( $F \perp b$ ) и наблюдалась низкая воспроизводимость индекса ориентации ( $OkO$ ) ( $OOl$ ). Однако имела место хорошая воспроизводимость результатов оценки их отражения ( $OkI$ ) ( $F//a$ ).

Таблица 1 – Индексы Лотжеринга для различных направлений. Индексы предпочтительной ориентации образца 1 были рассчитаны с помощью рис. 5 в; образец 2 был изготовлен из такого же порошка

	Образец 1		Образец 2	
	$F \perp x$		$F \perp x$	
$x=a$	-9,08	+0,88	-0,07	+0,82
$x=b$	+0,56	-0,03	+0,39	-0,04
$x=c$	+0,05	+0,32	+0,14	+0,12

**Выводы**

1) В результате проведенных исследований было установлено, что анизотропные частицы титаната алюминия ( $Al_2TiO_5$ ) при протекании твердофазного процесса между гидроксидом алюминия и оксидом титана получают при температурах выше 900 °C.

2) Продольное направление продолговатых кристаллов, полученных в данной работе, было ориентировано по оси  $-a-$ .

3) Были получены ориентированные спеченные материалы с индексом Лотжеринга  $F//a = 0,88$ .

Литература

1. E. Kato, K. Daimon, J. Takahasbi and all. Синтез частиц титаната алюминия анизотропной формы // Report of the Research Laboratory of Engineering Materials, Tokio Instut of Technology – 1984.– У.– С. 75–86.
2. Schneider J.L. Chemically for med ceramic for engine wear materials / High. Tech. Ceram. Proc. World Congr. High. Tech. Ceram. 6th Int. Meet. Mod. Ceram. Technol. (6th CIMTEC), Milan, 24–28 June 1986 // Amsterdam e. a., 1987.– Pp. 2581–2587.
3. Baker A.R., Dawson D.I., Evang D.C. Ceramics and composite materials for precision enge component // Mater. and Des., 1987.– 8.– № 6.– Pp. 315–323.
4. Churchiel Randolph A., Smith Jemes E., Chark Nigel N., Turton Richard A. Low-heet rejechion engines – a concept review // SAE Techn. Pap. Ser., 1998.– № 880014.– Pp. 25–36.
5. Frendenberger Bob. Ceramic engine parts // Mot. Serv. (USA), 1987.– 66.– № 12.– Pp. 16–19.
6. Miller Bardley, Coblenz William, Paille Norman. Development of ceramic exhaust port liner // SAE Techn. Pap. Ser., 1988.– № 880677.– Pp. 1–19.
7. K. Daimon, E. Kato and all. Синтез титаната алюминия при спекании их оксидов // Ёгё кёкайси, 1986.– Т.94.– С. 380–382.
8. K. Daimon and E. Kato. Исследование кристаллов  $Al_2TiO_5$  анизотропной формы // J. Cryst. Growth, 1986.– 75.– С. 348–352.
9. Шаповрев В.П. Технология неорганических армирующих наполнителей // Диссертация на соиск. учен. степени докт. техн. наук по специальности 05.17.01 – технология неорганических веществ.– Харьков: ХГПУ, 1996.– 486 С.
10. Р.Я. Буянов, О.П. Криворучко. О природе термохимической активации кристаллических веществ // Изв. Сибирск. отдел АН СССР сер. химич. наук, 1986.– № 11.– В.4.– С. 39–44.
11. Mastikhin V.M., Krivoruchko O.P., Zolotovski B.P., Buyanov R.A. The Nature of Thermochemical Activation of hydroxides // React. Kinet. Catal. Lett., 1981.– 18.– № 1–2.– Pp. 117.
12. Автор. свид. СССР № 528733. Откр. изобр. образцы и тов. знаки, 1981.– № 47.

Bibliography (transliterated)

1. E. Kato, K. Daimon, J. Takahasbi and all. Sintez chastits titanata alyuminiya anizotropnoy formy Report of the Research Laboratory of Engineering Materials, Tokio Instut of Technology – 1984.– U.– P. 75–86.
2. Schneider J.L. Chemically for med ceramic for engine wear materials High. Tech. Ceram. Proc. World Congr. High. Tech. Ceram. 6th Int. Meet. Mod. Ceram. Technol. (6th CIMTEC), Milan, 24–28 June 1986 // Amsterdam e. a., 1987.– Pp. 2581–2587.
3. Baker A.R., Dawson D.I., Evang D.C. Ceramics and composite materials for precision enge component Mater. and Des., 1987.– 8.– # 6.– Pp. 315–323.
4. Churchiel Randolph A., Smith Jemes E., Chark Nigel N., Turton Richard A. Low-heet rejechion engines – a concept review SAE Techn. Pap. Ser., 1998.– # 880014.– Pp. 25–36.
5. Frendenberger Bob. Ceramic engine parts Mot. Serv. (USA), 1987.– 66.– # 12.– Pp. 16–19.



6. Miller Bardley, Coblenz William, Paille Norman. Development of ceramic exhaust port liner SAE Techn. Pap. Ser., 1988.– # 880677.– Pp. 1–19.
7. K. Daimon, E. Kato and all. Sintez titanata alyuminiya pri spekanii ih oksidov YogYo kYokaysi, 1986.– T.94.– P. 380–382.
8. K. Daimon and E. Kato. Issledovanie kristallov  $Al_2TiO_5$  anizotropnoy formy J. Cryst. Growth, 1986.– 75.– P. 348–352.
9. Shaporev V.P. Tehnologiya neorganicheskikh armiruyuschih napolniteley Dissertatsiya na soisk. uchen. stepeni dokt. tehn. nauk po spetsialnosti 05.17.01 – tehnologiya neorganicheskikh veschestv.– Harkov: HGPU, 1996.– 486 P.
10. R.Ya. Buyanov, O.P. Krivoruchko. O prirode termohimicheskoy aktivatsii kristallicheskikh veschestv Izv. Sibirsk. otdel AN SSSR ser. himich. nauk, 1986.– # 11.– V.4.– P. 39–44.
11. Mastikhin V.M., Krivoruchko O.P., Zolotovskiy B.P., Buyanov R.A. The Nature of Thermochemical Activation of hydroxides React. Kinet. Catal. Lett., 1981.– 18.– # 1–2.– Pp. 117.
12. Avtor. svid. SSSR # 528733. Otkr. izobr. obraztsyi i tov. znaki, 1981.– # 47.

УДК 541.128

Шапорев В.П., Шестопапов О.В.

### СИНТЕЗ ЧАСТОК ТИТАНУ АЛЮМІНІЮ АНІЗОТРОПНОЇ ФОРМИ ПРИ ПРОТІКАННІ ТВЕРДОФАЗНИХ РЕАКЦІЙ В СИСТЕМІ ГІДРОКСИД АЛЮМІНІЮ–ДІОКСИД ТИТАНУ

У статті наведено дані з процесу утворення нитковидних кристалів титанату алюмінію при протіканні твердофазної реакції в системі гідроксид алюмінію – діоксид титану. Доведено, що при нагріванні утворення нової фази ( $Al_2TiO_5$ ) зобов'язано низькотемпературним [ $T \approx (0,1-0,4) T_{пл}$  продукту] процесам масопереносу, а зростання кристалів анізотропної форми проходить внаслідок кристалізації утвореної рентгеноаморфної нової фази. Визначено температурні інтервали процесу, розміри кристалів, відношення поперечного розміру кристала до його довжини, а також кристаліграфічна орієнтація. На основі здобутих кристалів вироблені орієнтовано спечені матеріали з індексом Лотжеринга  $F/a = 0,88$ .

Shaporev V.P., Shestopalov O.V.

### SINTASIS OF PHASE OF ANIZOTROP FORM ALUMINUM TITANATE AT FLOWING OF FIRMLY PHASE REACTION IN THE SYSTEM ALUMINIUM HYDROXIDE–TITANIUM DIOXIDE

In the article information is resulted from the process of whiskerization aluminum titanate (ATI,  $Al_2TiO_5$ ) at flowing firmly phase reaction in the system aluminium hydroxide-titanium dioxide. It is well-proven that at heating of formation of new phase ( $Al_2TiO_5$ ) due to low temperature [ $T(0,1-0,4) T_m$  of product] processes of mass transfer, and growth of crystals of anizotrop form passes as a result of crystallization x-ray photography of amorphous new phase. Certain temperature intervals of process, sizes of crystals, relations of transversal

size of crystal, to his length, and also orientation of crystallography. On the basis of the obtained crystals mined-out sintered materials are oriented with Lotgering factor  $F//a = 0,88$ .