

PACS: 81.20.Ev

В.С. Урбанович, Н.В. Шипило, М.В. Шестель

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР НА МИКРОСТРУКТУРУ И СВОЙСТВА НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

Статья поступила в редакцию 12 марта 2015 года

Исследовано влияние условий термобарической обработки на плотность, микротвердость и теплопроводность образцов керамики из AlN и взаимосвязь этих характеристик с микроструктурой. Изучены свойства поликристаллического нитрида алюминия, полученного спеканием микропорошка при давлениях 2.5 и 4 GPa в диапазоне температур 1300–2200 °C без активирующих добавок. Установлен немонотонный характер их изменения в зависимости от температуры спекания. Наиболее высокая относительная плотность 99.7% достигнута у образцов нитрида алюминия, спеченных при давлении 4 GPa и температурах 1800–2100 °C. Образцы, спеченные при температуре 1800 °C, имеют максимальную микротвердость 20 GPa и плотную мелкозернистую структуру, в которой содержание зерен размером менее 0.5 мкм составляет около 90%. Максимальные значения теплопроводности 180–190 W/(m·K) образцов достигнуты при более высоких температурах спекания 1900–2100 °C. Это связано в основном с высокой плотностью, увеличением среднего размера зерна вследствие рекристаллизации, а также со снижением уровня микронапряжений до уровня исходного порошка.

Ключевые слова: нитрид алюминия, термобарическая обработка, высокие давления и температуры, микроструктура, плотность, микротвердость, теплопроводность

Досліджено вплив умов термобаричної обробки на щільність, мікротвердість і теплопровідність зразків кераміки з AlN і взаємозв'язок цих характеристик з микроструктурою. Вивчено властивості полікристалічного нітриду алюмінію, отриманого спіканням мікропорошку при тисках 2.5 і 4 GPa в діапазоні температур 1300–2200 °C без активуючих добавок. Встановлено немонотонний характер їхньої зміни в залежності від температури спікання. Найбільш високої відносної щільності 99.7% досягнуто у зразків нітриду алюмінію, спечених при тиску 4 GPa і температурах 1800–2100 °C. Зразки, спечені при температурі 1800 °C, мають максимальну мікротвердість 20 GPa і щільну дрібнозернисту структуру, в якій вміст зерен розміром менше 0.5 мкм становить близько 90%. Максимальні значення теплопровідності 180–190 W/(m·K) зразків досягнуті при більш високих температурах спікання 1900–2100 °C. Це пов'язано в основному з високою щільністю, збільшенням середнього розміру зерна внаслідок рекристалізації, а також зі зниженням рівня мікронапруг до рівня вихідного порошку.

Ключові слова: нітрид алюмінію, термобарична обробка, високі тиски і температури, мікроструктура, щільність, мікротвердість, теплопровідність

Введение

Керамика на основе вюрцитной фазы нитрида алюминия широко применяется во многих областях современной техники и обладает рядом уникальных свойств, в частности небольшим коэффициентом термического расширения, высокими термостойкостью и теплопроводностью [1]. Основные способы ее получения предусматривают длительный высокотемпературный отжиг и использование активирующих добавок [2–7]. Одним из эффективных методов изготовления высокоплотной AlN-керамики является спекание под высоким давлением. В ряде работ при спекании нитрида алюминия под высоким (~ 5 GPa) давлением в течение продолжительного (от 1800 s) времени применяли добавки, такие как Y_2O_3 [8], La_2O_3 [9] и CaC_2 [10].

Тем не менее технология высоких давлений позволяет спекать данный материал и без добавок. Так, в [11] была получена высокоплотная и высокотеплопроводная (190 W/(m·K)) AlN-керамика без использования добавок в условиях высоких давлений (6.5 GPa) и температур (2000°C) в течение 1800 s. В работе [12] показано, что с увеличением давления спекания от 3.15 до 4.95 GPa при $T = 1700^\circ\text{C}$ в течение 3000 s наблюдается повышение относительной плотности AlN до 99.94%. Спеченный AlN с относительной плотностью 94.92% был получен при более низкой (1300°C) температуре в течение 3000 s [13]. Кроме того, в работах [14–16] показана возможность использования технологии высоких давлений с более коротким временем спекания для изготовления AlN-керамики с высокими эксплуатационными характеристиками.

Структурообразование AlN при термобарическом спекании определяется такими основными факторами, как дисперсность исходного порошка, температура и длительность спекания [17]. Авторами [18,19] показано, что с увеличением длительности спекания под высоким давлением имеет место периодическое изменение структурного состояния нитрида алюминия от сильно деформированного до полностью восстановленного. Это обусловлено одновременным действием процессов деформации и релаксации с наличием стадий преимущественного протекания одного из них на определенных этапах P – T -обработки.

Однако влияние величины давления при спекании на физико-механические и теплофизические свойства керамики из нитрида алюминия практически не изучено. Данная работа направлена на исследование влияния условий термобарической обработки на плотность, микротвердость, теплопроводность керамики из AlN, а также на изучение взаимосвязи этих характеристик с микроструктурой.

Материалы и методы исследования

В качестве исходного материала использовали порошок вюрцитной фазы нитрида алюминия печного синтеза производства Донецкого завода химреактивов (ТУ 6-09-110-75). Частицы имели форму игл длиной около $6.5 \mu\text{m}$ и диаметром не более $0.5 \mu\text{m}$ (рис. 1). Цилиндрические заготовки AlN диаметром 11 mm и высотой 4 mm прессовали в стальной пресс-форме при давлении 1.0

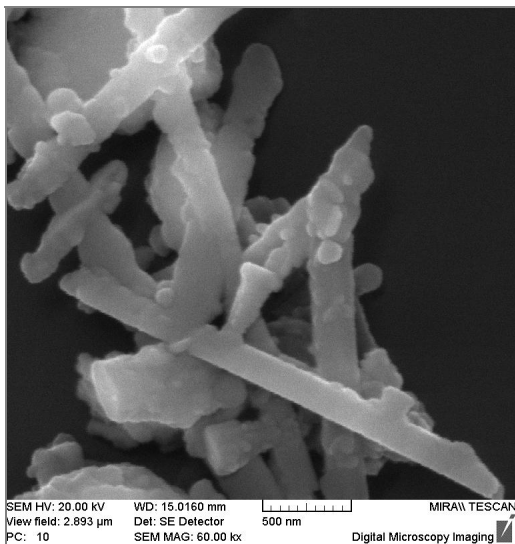


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение частиц порошка AlN печного синтеза

GPa. Спекание заготовок проводили в контейнерах из литографского камня с графитовыми нагревателями в устройстве высокого давления типа «наковальни с углублениями» [20] при температурах $1300\text{--}2200^\circ\text{C}$ и давлениях 2.5 и 4 GPa в течение 60 s . Контроль режимов спекания осуществляли при помощи терморегулятора спекания ТС-3 [21].

Плотность спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания в четыреххлористом углероде при комнатной температуре. Измерения микротвердости проводили на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 1 N . Теплопроводность измеряли сравнительным методом [22,23].

Структурные исследования осуществляли на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3 в $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении. Электронно-микроскопические исследования проводили в ИПМ НАНУ методом просвечивающей электронной микроскопии по тонким фольгам и угольным репликам от естественных поверхностей изломов. Анализ микроструктуры спеченных образцов осуществляли на автоматическом анализаторе изображения «Mini-Magiscan» фирмы «Joyce Loebel» (Англия) с использованием программы «Автоскан» в ИПМ НАН Беларуси.

Результаты и обсуждение

На рис. 2 представлены зависимости плотности, микротвердости и уширения линий отражений 203 и 302 на дифрактограммах образцов, полученных при давлениях 2.5 и 4 GPa в интервале $T = 1300\text{--}2200^\circ\text{C}$, от температуры спекания.

Как видно из рисунка, плотность и микротвердость спеченных образцов AlN зависят и от температуры, и от давления спекания. Уплотнение образцов протекает относительно быстро, достигая насыщения с увеличением температуры спекания до 1600°C при $P = 2.5 \text{ GPa}$ и до 1800°C при $P = 4 \text{ GPa}$. Более высокая плотность достигается при большем давлении. Образцы, полученные при этих температурах и давлениях, обладают относительной

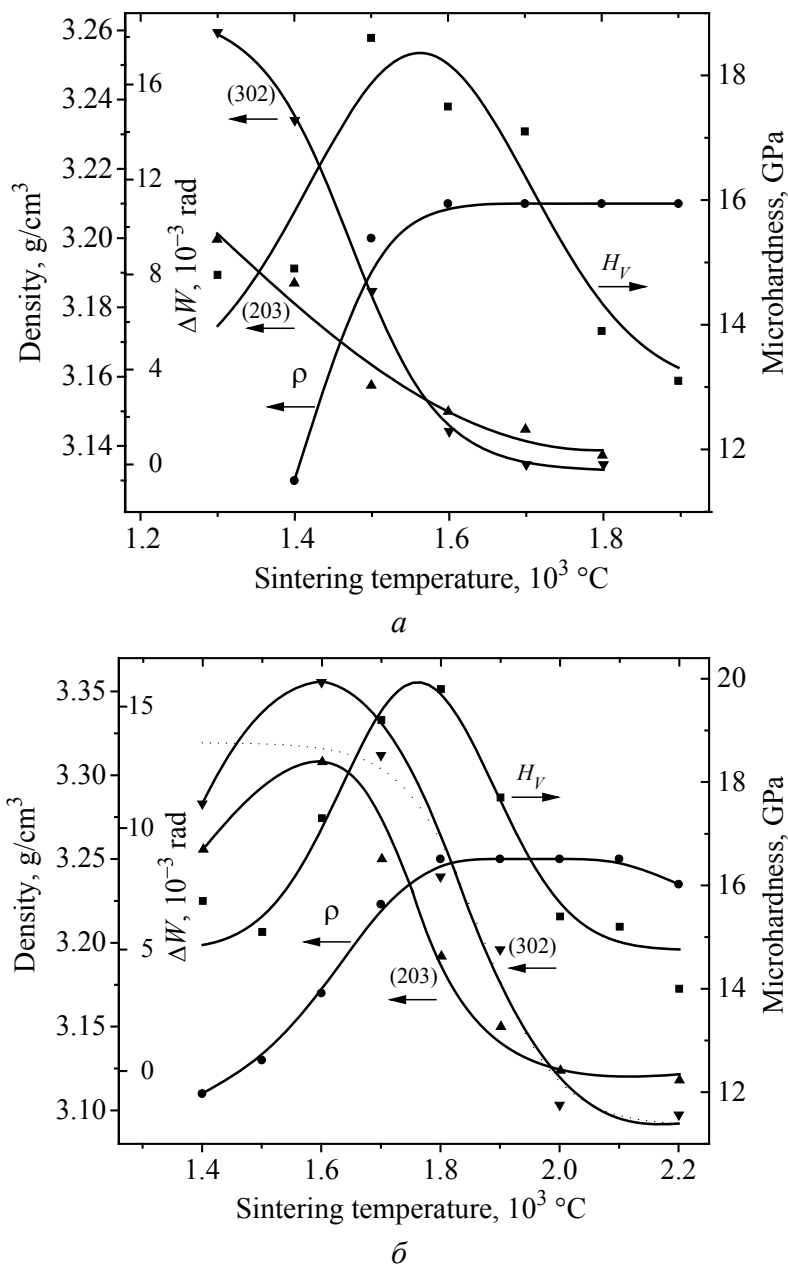


Рис. 2. Зависимость плотности ρ , микротвердости H_V и уширения ΔW линий 203 и 302 AlN от температуры спекания при давлениях 2.5 (а) и 4 GPa (б)

плотностью 98.5 и 99.7% и максимальными значениями микротвердости – соответственно 18.6 и 19.8 GPa. Для обоих давлений зависимость микротвердости образцов нитрида алюминия от температуры спекания имеет одинаковый вид. При этом с ростом температуры спекания увеличение микротвердости до максимальных значений происходит одновременно с повышением плотности образцов. Снижение микротвердости образцов при более высоких температурах может быть связано с собирательной рекристаллизацией, аналогично тому, как это наблюдалось для нитрида титана в работе [24].

Следует отметить более низкие значения плотности и микротвердости образцов нитрида алюминия при температурах спекания ниже 1650°C для давления 4 GPa (рис. 2,б). Это может быть связано с меньшей пластичностью частиц порошка в процессе уплотнения, чем при более низком давлении 2.5 GPa, вследствие большего деформационного упрочнения на этапе сжатия, как это отмечается в [25] для диборида титана. Более низкая плотность спеченных образцов обуславливает и меньшую микротвердость. Используя известную схему Иоффе–Давиденкова для температуры хрупко-вязкого перехода применительно к тугоплавким соединениям [26], сдвиг кривых микротвердости и плотности на рис. 2,б в сторону более высоких температур спекания можно объяснить повышением температуры хрупко-вязкого перехода в нитриде алюминия с ростом давления от 2.5 до 4 GPa.

Рентгеновские исследования показали, что ширина дифракционных линий нитрида алюминия также изменяется в зависимости от режимов спекания под давлением (рис. 2). Большое уширение дальних рефлексов 302 по сравнению с 203 свидетельствует о том, что в процессе термобарической обработки больший вклад в уширение линий вносят микронапряжения [27].

Можно полагать, что уменьшение уширения рентгеновских линий с ростом температуры спекания образцов связано со снижением уровня дефектности AlN. Уменьшение величины уширения рентгеновских линий с увеличением температуры спекания при давлении 4 GPa, так же, как и снижение микротвердости образцов, происходит при более высоких температурах, чем при давлении 2.5 GPa.

Образцы AlN с максимальными значениями микротвердости, плотности и минимальным уровнем микронапряжений были получены путем спекания при более высоком давлении. Поэтому дальнейшие исследования проводили на образцах нитрида алюминия, спеченных под давлением 4 GPa.

На рис. 3 представлена зависимость теплопроводности образцов нитрида алюминия от температуры спекания при давлении 4 GPa. Видно, что с ростом температуры спекания до 1800°C теплопроводность повышается одновременно с увеличением плотности (рис. 2,б) и достигает максимальных значений 180–190 W/(m·K) при температурах 1900–2100°C.

Анализ микроструктуры образцов после барической обработки показал, что в процессе сжатия в камере высокого давления происходит разрушение

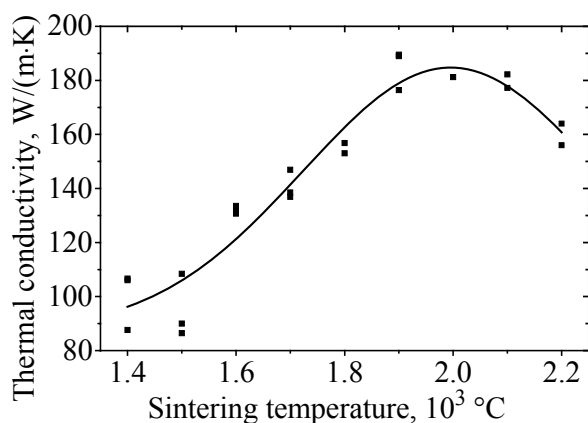


Рис. 3. Зависимость теплопроводности образцов нитрида алюминия от температуры спекания при давлении 4 GPa

игловидных частиц исходного порошка нитрида алюминия (см. рис. 1). Процесс его уплотнения при холодном прессовании под высоким давлением сопровождается пластической деформацией, которая увеличивается с ростом давления [28,29]. При этом относительная плотность компактов, полученных при давлениях 2.5 и 4 GPa без нагрева, достаточно высока и достигает соответственно 82 и 89% [28,30].

Согласно [31] высокие давления порядка 4 GPa и выше вызывают в нитриде алюминия пластическую деформацию, а также дислокационные перестройки, в зернах создается различный уровень дефектности, происходит рекристаллизация, в ходе которой образование и рост бездефектных зерен осуществляются за счет более деформированных зерен с последующим их деформированием. При этом пластическая деформация осуществляется полными базисными дислокациями [31].

Как следует из рис. 4, зеренная микроструктура образцов, полученных во всем диапазоне температур, является неоднородной. В образцах, спеченных при температурах 1400–1600°C, наблюдается первичная рекристаллизация (рис. 4,а,б). При этом зарождение новых зерен и их групп происходит на межзеренных границах деформированных зерен (рис. 4,б). Согласно [17] зародыши первичной рекристаллизации формируются на основе субзерен. С повышением температуры спекания до 1800–2200°C в процессе собирательной рекристаллизации происходит увеличение размеров зерен (рис. 4,з,д,е), наблюдается их аномальный рост (рис. 4,з). При высоких температурах спекания одновременно с увеличением размеров зерен происходит их деформирование.

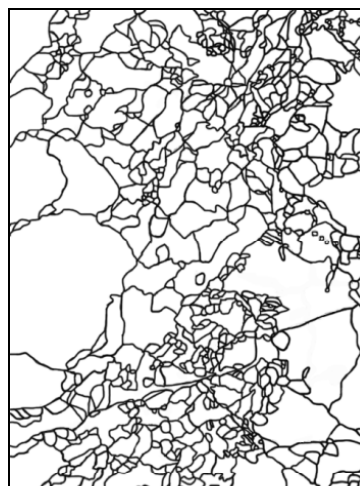
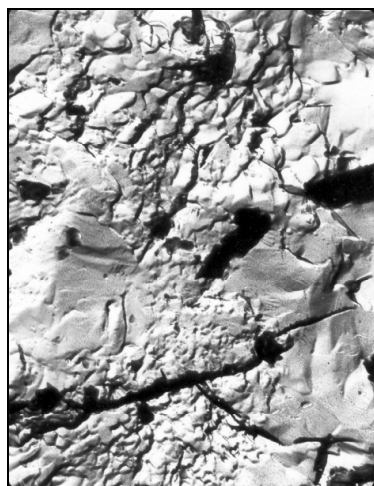
В образцах, полученных при температурах выше 2100°C, выявляется сильно неоднородная по объему микроструктура. При этом наиболее характерны две разновидности субструктурных состояний зерен: 1) зерна содержат высокую плотность дислокаций (рис. 5,а); 2) в тройных стыках совершенных зерен имеются поры (рис. 5,б).

Результаты количественного анализа зеренной структуры в образцах нитрида алюминия, спеченных при давлении 4 GPa и различных температурах, представлены на рис. 6 и 7, а также в таблице.

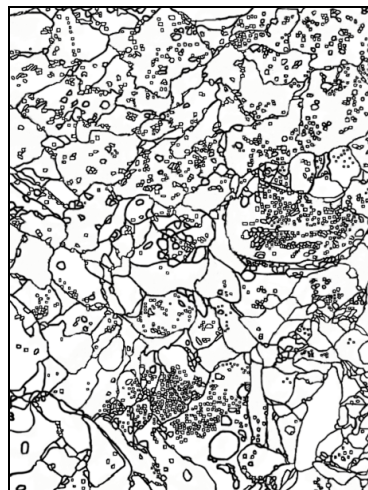
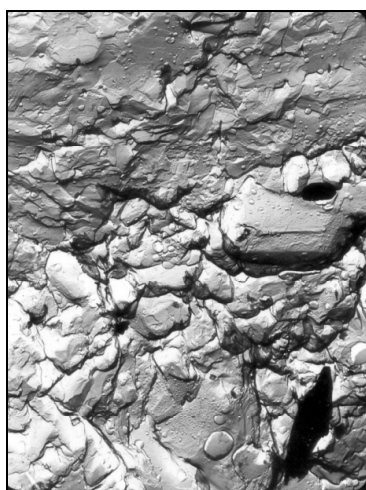
Таблица

Распределение зерен по размерам в образцах AlN, спеченных при давлении 4 GPa и различных температурах

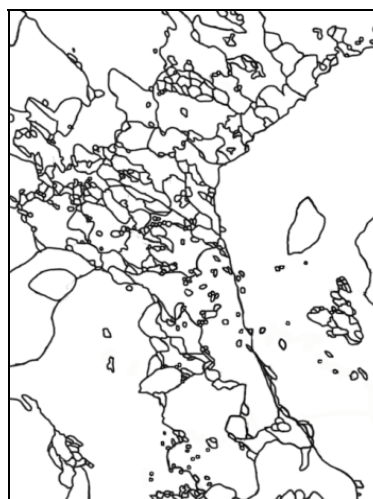
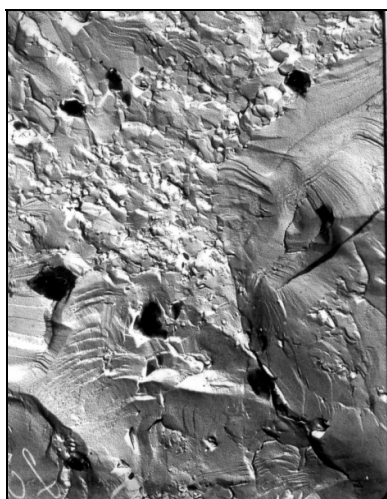
T, °C	Размер зерен, μm							
	0–0.5	0.5–1	1–2	2–3	3–4	4–5	5–6	6–7
	Содержание зерен, %							
1400	80.25	17.43	2.18	0.14	–	–	–	–
1600	96.86	1.62	1.03	0.049	0.24	0.1	0.049	0.049
1700	94.1	1.85	2.59	0.37	0.37	0.37	0.37	–
1800	89.46	7.12	2.27	0.57	0.28	0.28	–	–
1900	80.95	10.71	5.36	2.98	–	–	–	–
2100	77.6	11.98	6.77	3.12	0.52	–	–	–
2200	45.16	19.36	3.23	29.03	–	3.23	–	–



a



б



в

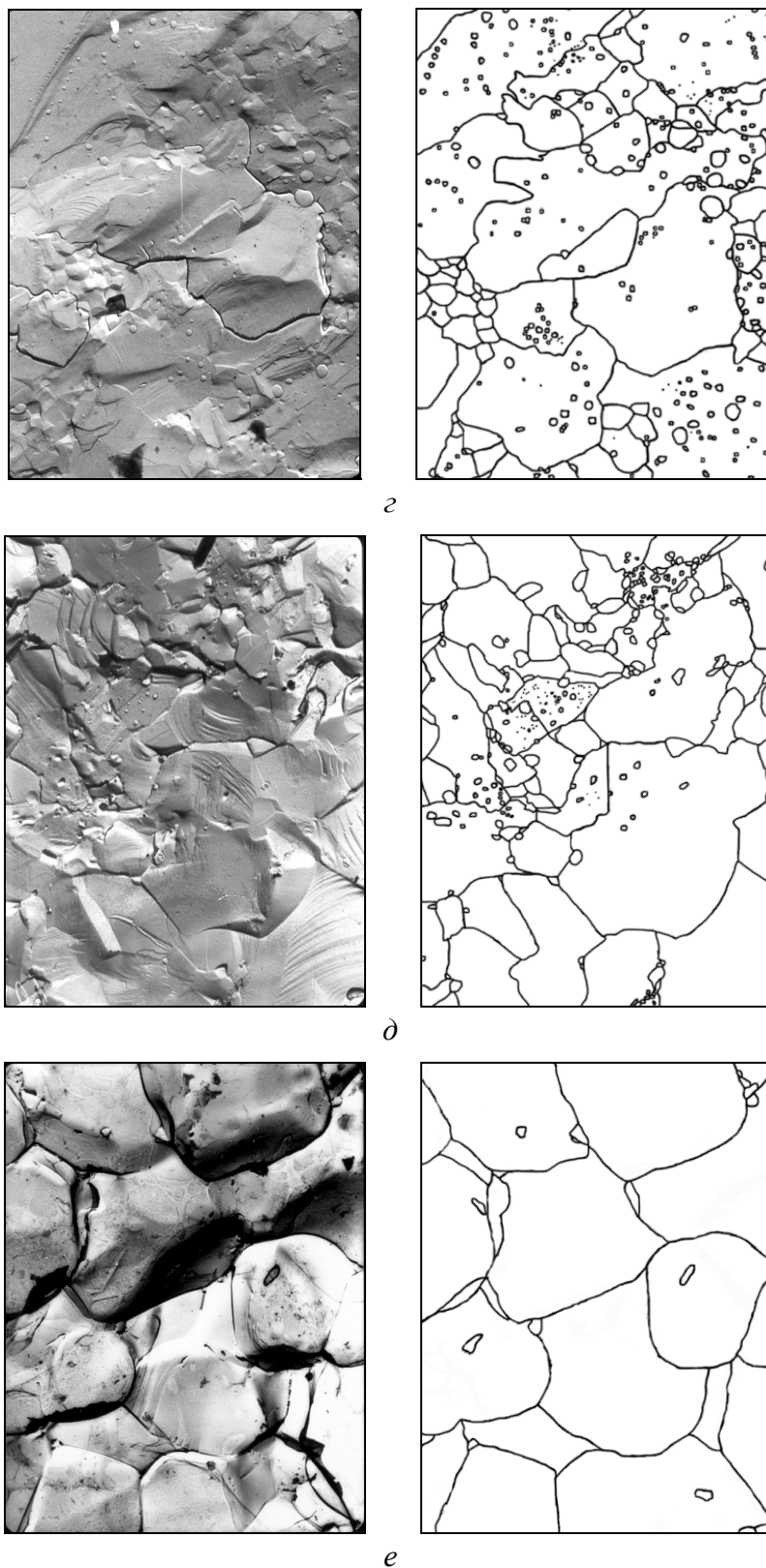


Рис. 4. Микроструктура образцов нитрида алюминия, спеченных при давлении 4 GPa и температурах, °C: *a* – 1400, $\times 8500$; *б* – 1600, $\times 5400$; *в* – 1800, $\times 8500$; *г* – 1900, $\times 10000$; *д* – 2100, $\times 8500$; *е* – 2200, $\times 8500$

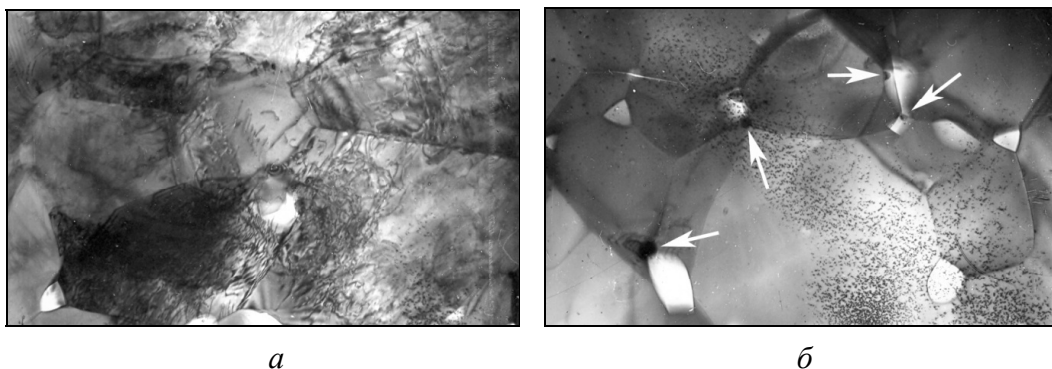


Рис. 5. Типичные области микроструктуры (изображение на просвет) образцов нитрида алюминия, спеченных при давлении 4 GPa и температуре 2100°C в течение 60 s; $\times 19000$

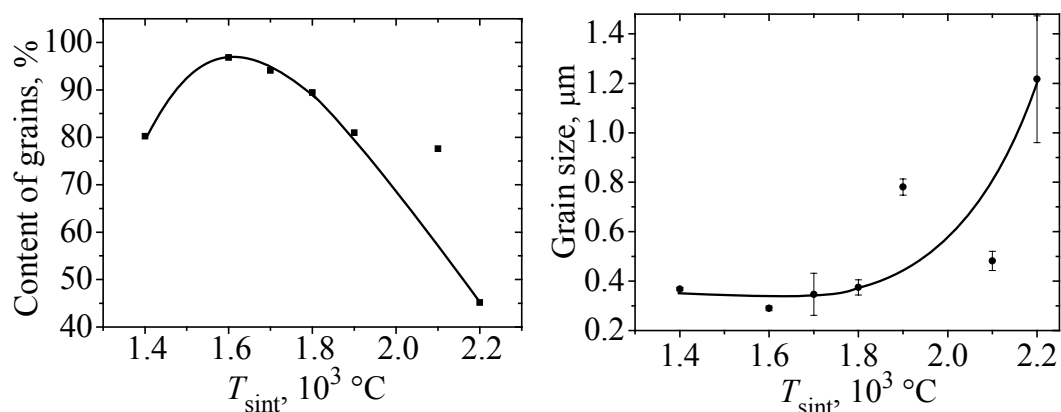


Рис. 6. Зависимость содержания зерен с размером до 0.5 μm в образцах AlN от температуры спекания под давлением 4 GPa

Рис. 7. Зависимость среднего размера зерен в образцах AlN от температуры спекания под давлением 4 GPa

Как видно из рис. 2,б и 6, размер зерен в образцах оказывает существенное влияние на ширину дифракционных линий нитрида алюминия: увеличение содержания зерен с размером до 0.5 μm в спеченных образцах сопровождается ростом уровня микронапряжений. В образцах, полученных при температуре спекания выше 1600°C, средний размер зерен увеличивается до 1.2 μm с ростом температуры (рис. 7, таблица), а уровень микронапряжений уменьшается до значений, характерных для исходного порошка AlN.

Учитывая характер изменения плотности спеченных образцов с увеличением температуры спекания и уширения дифракционных линий нитрида алюминия (см. рис. 2,б), а также изменения среднего размера зерен (рис. 7), можно утверждать, что повышение теплопроводности образцов (см. рис. 4) связано в основном с уменьшением их пористости, увеличением размеров зерен вследствие рекристаллизации и понижением уровня микронапряжений до уровня исходного порошка и даже ниже (см. рис. 2,б). Уменьшение теплопроводности при увеличении температуры спекания до 2200°C может быть обусловлено понижением плотности образцов и частичной диссоциацией AlN.

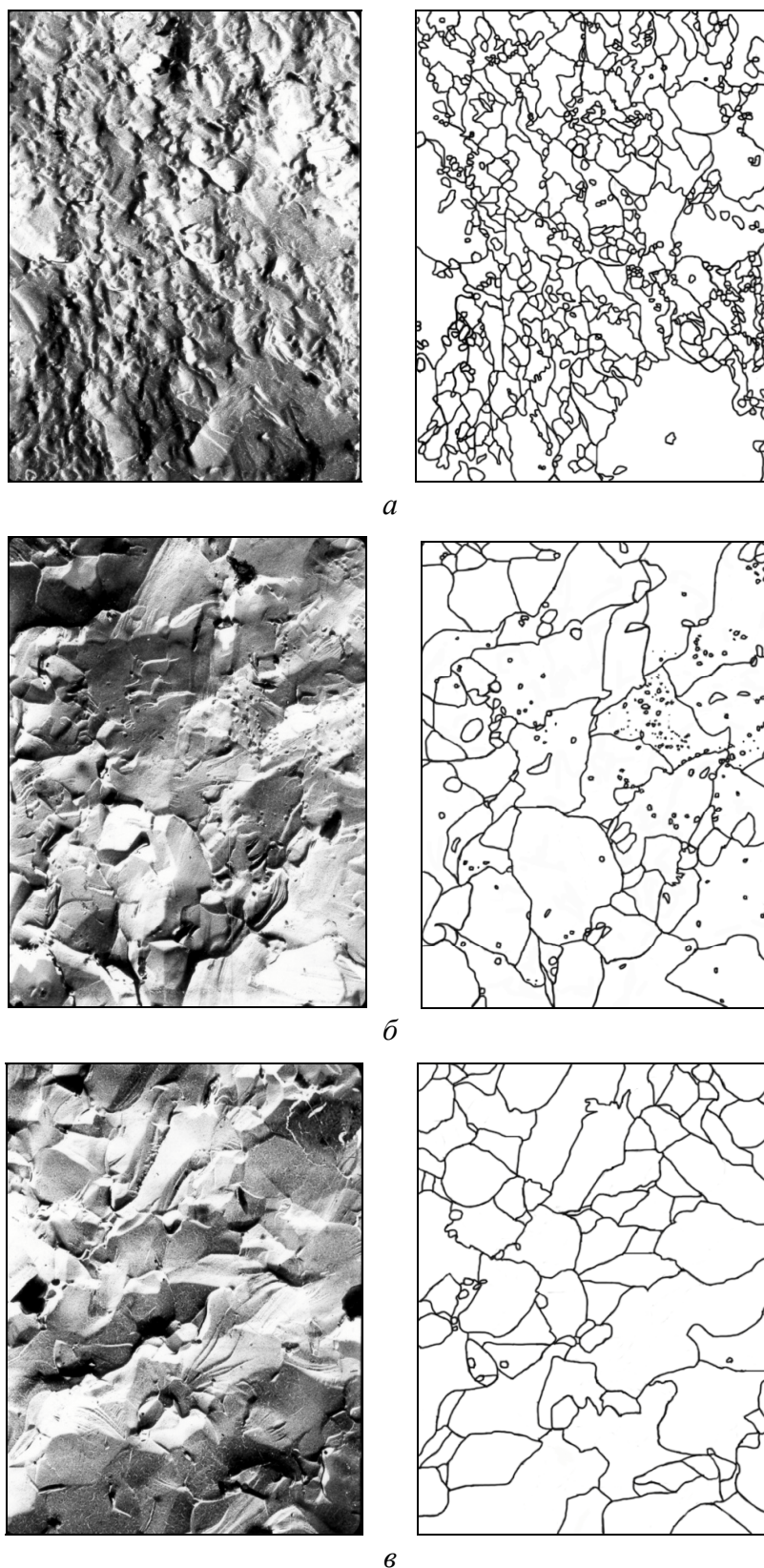


Рис. 8. Микроструктура образцов нитрида алюминия, спеченных при температуре 1900°C и давлении 4 GPa в течение 30 с (а), 120 с (б) и 180 с (в); $\times 8500$

Исследования микроструктуры полученных образцов AlN показали, что структурные изменения зависят не только от температуры спекания, но и от его продолжительности (рис. 8). С увеличением времени спекания от 30 до 180 с при температуре 1900°C и давлении 4 GPa в результате рекристаллизации средний размер зерен в образцах растет с 0.53 до 0.89 μm , а значения их плотности ($\sim 3.24\text{--}3.25 \text{ g/cm}^3$) и теплопроводности ($\sim 185 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$) остаются постоянными независимо от времени спекания.

Таким образом, высокие значения микротвердости и теплопроводности образцов поликристаллического нитрида алюминия в значительной степени определяются режимами термобарической обработки, обеспечивающими высокую плотность и необходимую микроструктуру, в формировании которой определяющую роль играют процессы деформации и рекристаллизации.

Заключение

Исследовано влияние параметров термобарической обработки на микроструктуру, плотность, микротвердость и теплопроводность образцов нитрида алюминия, спеченных при давлениях 2.5 и 4 GPa в диапазоне температур 1300–2200°C без использования активирующих добавок.

Установлен немонотонный характер их изменения от температуры спекания. Процессы деформации и рекристаллизации играют определяющую роль в формировании плотной микроструктуры и свойств образцов нитрида алюминия в условиях высоких давлений и температур. Величина давления оказывает значительное влияние на степень уплотнения и уровень дефектности спеченного материала.

Наиболее высокая относительная плотность 99.7% достигнута у образцов нитрида алюминия, спеченных при давлении 4 GPa и температурах 1800–2100°C. При этом увеличение микротвердости образцов до максимального значения $\sim 20 \text{ GPa}$ с повышением температуры спекания до 1800°C связывается с уплотнением порошка нитрида алюминия, а ее снижение при более высоких температурах спекания – с ростом зерна в процессе рекристаллизации и уменьшением степени дефектности материала. Образцы с максимальной твердостью имеют плотную высокодисперсную зеренную структуру, в которой содержание зерен размером менее 0.5 μm составляет около 90%.

С увеличением температуры спекания от 1400 до 2100°C при давлении 4 GPa теплопроводность образцов нитрида алюминия монотонно возрастает до максимального значения 180–190 $\text{W/(m}\cdot\text{K)}$. Это связано в основном с увеличением их плотности и среднего размера зерна вследствие рекристаллизации, а также со снижением уровня микронапряжений до уровня исходного порошка.

1. Т.Я. Косолапова, Т.В. Андреева, Т.С. Бартницкая, Г.Г. Гнесин, Неметаллические тугоплавкие соединения, Металлургия, Москва (1985).
2. С.Н. Иванов, П.А. Попов, Г.В. Егоров, А.А. Сидоров, Б.И. Корнев, Л.М. Жукова, В.П. Рябов, ФТТ **39**, 93 (1997).
3. U. Fumio, AlN sintered polycrystal, Yokohama National University, Japan (2000).
4. С.Н. Иванов, Л.М. Жукова, Я.М. Сойфер, Е.Н. Хазанов, А.В. Таранов, Неорганические материалы **36**, 611 (2000).
5. И.П. Фесенко, Сверхтвердые материалы № 2, 15 (2001).
6. Shoichi Kume, Masaki Yasuoka, Sang-Kee Lee, Akinori Kan, Hirotaka Ogawa, Koji Watari, Journal of the European Ceramic Society **27**, 2967 (2007).
7. Xueli Du, Mingli Qin, Akhtar Farid, Islam S. Humail, Xuanhui Qu, Mater. Sci. Eng. **A460–461**, 471 (2007).
8. Lu Zhong-Yuan, Teng Yuan-Cheng, Liao Qi-Long, Li Dan, Yang Bin-Wei, Lu Wei-Yuan, Journal of materials science: materials in electronics **16**, 483 (2005).
9. X.L. Li, H.A. Ma, Y.J. Zheng, Y. Liu, G.H. Zuo, W.Q. Liu, J.G. Li, X. Jia, Journal of Alloys and Compounds **463**, 412 (2008).
10. Li Xiao-Lei, Wang Li-Ying, Chin. Phys. Lett. **29**, 050703 (2012).
11. A. Witek, M. Bockowski, A. Presz, M. Wroblewski, S. Krukowski, J. Mater. Sci. **33**, 3321 (1998).
12. X.L. Li, H.A. Ma, G.H. Zuo, W.Q. Liu, Y.J. Zheng, J.G. Li, S.S. Li, X. Jia, Scripta Materialia **56**, 1015 (2007).
13. LI Xiao-Lei, MA Hong-An, ZUO Gui-Hong, ZHENG You-Jin, LI Ji-Gang, JIA Xiao-Peng, Journal of Inorganic Materials **23**, № 1, 104 (2008).
14. А.М. Мазуренко, В.С. Урбанович, С.С. Каснерик, А.В. Чуевский, А.И. Олехнович, в сб. науч. д.: Техника и технологии высоких давлений, Ураджай, Минск (1990), с. 126.
15. В.Б. Шипило, Т.В. Рапинчук, Н.А. Шишонок, Л.Л. Сухих, Т.С. Бартницкая, Д.С. Яковлева, Порошковая металлургия № 8, 62 (1993).
16. V.S. Urbanovich, in: Proceedings of the Joint XV AIRAPT&XXXIII EHPRG International Conference: High Pressure Science & Technology, World scientific publishing Co. Pte. Ltd., Singapore (1995), p. 112.
17. Г.С. Олейник, М.А. Кузенкова, Н.В. Даниленко, И.П. Фесенко, И.П. Петруша, Сверхтвердые материалы № 1, 29 (2001).
18. Г.С. Олейник, Н.В. Даниленко, В.Б. Шипило, Ю.И. Лежненко, ФТВД **6**, № 2, 80 (1996).
19. Г.С. Олейник, Н.В. Даниленко, Процессы пластической деформации в керамиках, Препринт 97-№ 10, Киев (1997).
20. А.М. Мазуренко, В.С. Урбанович, В.М. Кучинский, Весці АН Беларусі, Сер. фіз.-тэхн. навук № 1, 42 (1994).
21. А.с. №752299 МКІ G05F, Автоматический регулятор мощности электронагрева, Г.Г. Шкатуло, Бюлл. изобретений № 28, 1980.
22. О.А. Воронов, А.А. Кауров, А.В. Рахманина, Е.Н. Яковлев, Сверхтвердые материалы № 6, 14 (1987).
23. А.М. Мазуренко, А.В. Чуевский, В.С. Урбанович, Э.Б. Ракицкий, А.А. Леусенко, в сб. науч. докл.: Техника и технологии высоких давлений, Ураджай, Минск (1990), с. 176.

24. *V.S. Urbanovich*, in: *Functional Gradient Materials and Surface Layers Prepared by Fine Particles Technology*, M.-I. Baraton, I.V. Uvarova (eds.), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (2001), p. 169.
25. *А.М. Мазуренко, В.С. Урбанович, А.И. Олехнович*, *Сверхтвердые материалы* № 6, 27 (1989).
26. *Р.А. Андриевский, А.Г. Ланин, Г.А. Рымашевский*, *Прочность тугоплавких соединений*, Metallurgia, Москва (1974).
27. *В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич*, *Теория рассеяния рентгеновских лучей*, Изд.-во Московского университета, Москва (1972).
28. *А.М. Мазуренко, В.С. Урбанович, А.И. Олехнович, А.В. Чуевский, С.С. Каснерик*, в сб.: *Техника и технологии высоких давлений*, Ураджай, Минск (1990), с. 139.
29. *M. Akaishi, O. Fukunaga, Y. Horie, D. Hoу, H.Kanda, H. Palmour, J.K. Whilfield*, in: *High Pressure Sci. and Technol. Proc. 9th AIRAPT Int. High Pressure Conf.*, Albany, N.Y., 24–29 July, 1983, Pt.3, New York e.a. (1984), p. 159.
30. *LI Xiao-Lei, WANG Hong-Liang, ZHANG Qin-Shan, WANG Li-Ying, LI Shang-Sheng, SU Tai-Chao*, *Journal of Inorganic Materials* **27**, 1313 (2012).
31. *А.Н. Пилянкевич, В.Ф. Бритун, Г.С. Олейник, М.А. Кузенкова*, *Порошковая металлургия* № 3, 38 (1991).

V.S. Urbanovich, N.V. Shipilo, M.V. Shestel

THE EFFECT OF HIGH PRESSURES AND HIGH TEMPERATURES ON THE PROPERTIES OF ALUMINUM NITRIDE

The effect of conditions of thermobaric treatment on the density, the microhardness and the thermal conductivity of the ceramic samples of AlN has been studied as well as the relationship of these characteristics with the microstructure. The properties of the polycrystalline aluminum nitride obtained by sintering of the micropowder at the pressures of 2.5 and 4 GPa in the temperature range 1300–2200°C without activating additives are investigated. Non-monotonic character of the change depending on sintering temperature has been fixed. The highest relative density of 99.7% has been achieved in the samples of the aluminum nitride sintered at a pressure of 4 GPa and the temperatures of 1800–2100°C. The samples sintered at 1800°C have the maximal hardness of 20 GPa and a highly dense structure with a fine grain size, wherein the content of grains smaller than 0.5 μm is about 90%. The maximum values of the thermal conductivity of 180–190 W/(m·K) of the samples have been obtained at higher sintering temperatures of 1900–2100°C. This fact is associated mainly with a high density, an increase in the average grain size due to recrystallization and a reduction of the microstress level down to the level of the initial powder.

Keywords: aluminum nitride, thermobaric treatment, high pressures and high temperatures, microstructure, density, microhardness, thermal conductivity

Fig. 1. Electron microscope image of particles of the AlN powder obtained by furnace synthesis

Fig. 2. The sintering temperature dependence of density ρ , microhardness H_V , and the broadening ΔW of lines 203 and 302 of AlN at the pressures of 2.5 (a) and 4 GPa (b)

Fig. 3. The sintering temperature dependence of thermal conductivity of the aluminum nitride samples at the pressure of 4 GPa

Fig. 4. Microstructure of the aluminum nitride samples sintered at the pressure of 4 GPa and the temperatures, °C: *a* – 1400, ×8500; *b* – 1600, ×5400; *c* – 1800, ×8500; *d* – 1900, ×10000; *e* – 2100, ×8500; *f* – 2200, ×8500

Fig. 5. Typical areas of microstructure (TEM) of the aluminum nitride samples sintered at the pressure of 4 GPa and the temperature of 2100°C during 60 s; ×19000

Fig. 6. The sintering temperature dependence of content of grains with a size up to 0.5 μm in the AlN samples at the pressure of 4 GPa

Fig. 7. The sintering temperature dependence of the average grain size in the AlN samples at the pressure of 4 GPa

Fig. 8. Microstructure of the aluminum nitride samples sintered at the temperature of 1900°C and the pressure of 4 GPa during 30 s (*a*), 120 s (*b*) and 180 s (*c*); ×8500