

透明 AlON 陶瓷凝胶浇注成型及其无压烧结制备

靳喜海^{1,2}, 董满江^{1,2}, 阚艳梅^{1,2}, 梁波³, 董绍明^{1,2}

(1. 中国科学院 上海硅酸盐研究所, 上海 200050; 2. 中国科学院大学 材料科学与光电工程中心, 北京 100049; 3. 燕山大学 亚稳材料制备技术与科学国家重点实验室, 秦皇岛 066004)

摘要: 透明 AlON 具有优异的光学和力学性能, 应用前景广阔。但材料制备成本高昂, 限制了其应用发展。为解决上述问题, 本研究以透明 AlON 的凝胶浇注成型与无压烧结制备为核心目标, 就 AlON 细粉的低温合成及其抗水化处理展开重点研究。研究发现以有机聚合物包覆 AlN/Al₂O₃ 为原料, 通过高温碳热-氮化工艺合成 AlON, 可有效降低 AlON 的合成温度, 在 1700 °C 即可合成近乎纯相的 AlON 粉体。所得粉体颗粒尺寸细小, 在亚微米级。通过对上述粉体进行聚氨酯包覆表面抗水化处理, 可大幅度提升其抗水化性能。即使历经长达 72 h 水中静置, 也不发生明显的水解。以此为基础, 通过凝胶浇注成型结合生坯的冷等静压后处理在 1820~1850 °C 成功实现了透明 AlON 陶瓷的无压烧结制备。材料力学和光学性能优异, 其中 1850 °C 烧结试样在紫外-中红外波段直线透过率达到 83.1%~86.2%, 三点抗弯强度达到 310 MPa。

关键词: 透明陶瓷; AlON; 粉体合成; 抗水化处理; 凝胶浇注; 无压烧结

中图分类号: TB333 文献标志码: A

Fabrication of Transparent AlON by Gel Casting and Pressureless Sintering

JIN Xihai^{1,2}, DONG Manjiang^{1,2}, KAN Yanmei^{1,2}, LIANG Bo³, DONG Shaoming^{1,2}

(1. Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 2. Center of Materials Science and Optoelectronics Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China; 3. State Key Laboratory of Metastable Materials Science and Technology, Yanshan University, Qinhuangdao 066004, China)

Abstract: Transparent AlON possesses good mechanical and optical properties, which shows great potential for application. However, high fabrication cost seriously restricts its wide usage. To solve this problem, gel-casting and pressureless sintering of transparent AlON was tentatively studied here, with emphasis on low temperature synthesis and anti-hydrolysis treatment of AlON powder. It was found that fine AlON powder could be readily synthesized at a low temperature of 1700 °C by a novel carbothermal nitridation technique, using polymer coated AlN/Al₂O₃ mixture as the starting materials. The powder obtained was submicron in size and its hydrolysis resistance could be significantly improved after surface coating with a polyurethane layer. On the basis of these findings, transparent AlON ceramics was successfully prepared through gel-casting and pressureless sintering. The material sintered at 1850 °C showed good optical and mechanical properties, with a high in-line transmittance of 83.1%–86.2% from ultraviolet to mid-infrared and three-point bending strength of 310 MPa.

收稿日期: 2022-9-19; 收到修改稿日期: 2022-11-17; 网络出版日期: 2022-11-21

基金项目: 国家自然科学基金(51872310)

National Natural Science Foundation of China (51872310)

作者简介: 靳喜海(1971–), 男, 研究员. E-mail: jinxhai@hotmail.com

JIN Xihai (1971–), male, professor. E-mail: jinxhai@hotmail.com

通信作者: 董绍明, 教授. E-mail: smdong@mail.sic.ac.cn

DONG Shaoming, professor. E-mail: smdong@mail.sic.ac.cn

Key words: transparent ceramics; AlON; powder synthesis; anti-hydrolysis treatment; gel casting; pressureless sintering

透明 AlON 陶瓷的强度高、硬度大、耐高温,且在紫外-中红外波段均具有良好的光学透过性,在现代国防领域应用前景广阔,是一种战略性国防材料^[1]。美国、日本和法国等发达国家先后开展研究,并取得了良好的效果^[2-4]。美国 Surmet 公司生产的透明 AlON 陶瓷,强度和硬度分别达到 380 MPa 和 17 GPa, 200~2000 nm 波段平均直线透过率达到 83% 以上,并已成功应用于透明装甲和导弹天线罩等^[5]。近年来,透明 AlON 陶瓷在我国也引起了高度重视^[6-8],中国科学院上海硅酸盐研究所和武汉理工大学等单位相继开展了研究,其中中国科学院上海硅酸盐研究所王士维研究员已成功研制了大尺寸透明 AlON^[7]。但是 AlON 材料固有的高硬、高脆等特性使得透明 AlON 部件,特别是一些复杂形状部件的加工难度非常大。另外,透明 AlON 极难烧结,目前国际通常采用热等静压工艺制备透明 AlON 陶瓷^[9-10],使得构件的制备成本非常高昂,从而在很大程度上限制了材料的应用和发展。如何低成本制备透明 AlON 材料及部件,已成为当前透明 AlON 发展亟需解决的难题。

理想情况下,凝胶浇注成型具有生坯致密度高、显微结构均匀、材料易烧结等特点,对于透明陶瓷的无压烧结制备具有非常积极意义^[11-12]。更重要的是,凝胶浇注成型易于实现部件的近净尺寸成型,有望大幅度降低 AlON 部件的加工成本。上述因素相结合,使低成本制备透明 AlON 部件成为可能。但受各种因素制约,目前透明 AlON 陶瓷的凝胶浇注成型与无压烧结制备仍存在很大障碍。首先,受热力学因素控制,AlON 粉体合成温度高^[13-17],致使高纯 AlON 细粉合成困难,从而严重影响材料的无压烧结制备。虽然目前有无压烧结制备透明 AlON 陶瓷的报道,但烧结温度通常在 1950 °C 左右,且保温时间长达十几甚至几十小时^[6-8,18-19],烧结条件异常苛刻,不利于材料的低成本制备。其次,与 AlN 性质类似,AlON 遇水易水解,放出氨气的同时生成 $\text{Al}(\text{OH})_3$,使得 AlON 的凝胶浇注成型难以实现。

针对上述问题,本研究就高纯 AlON 细粉合成及其抗水化处理展开研究,期望在提高粉体烧结活性的同时,增强其抗水解性能。在此基础上,实现透明 AlON 的凝胶浇注成型和无压烧结制备。在确保

材料力学和光学性能的同时,大幅度降低透明 AlON 陶瓷材料和部件的制备和加工成本,实现透明 AlON 陶瓷的低成本制备。

1 实验方法

1.1 高纯 AlON 细粉合成

以纳米 Al_2O_3 (30~50 nm) 和亚微米级 AlN (~0.3 μm) 为原料,通过有机聚合物包覆-碳热氮化工艺合成 AlON 粉体。首先通过球磨工艺将 82.5 g Al_2O_3 、14.5 g AlN 和 3.0 g 酚醛树脂乙醇中均匀混合,干燥后置于 900 °C 氩气中热解,得到碳质量分数约 1.0% 的 Al_2O_3 -AlN-C 复合前驱体;然后在 1680~1750 °C 氮气中高温碳热氮化 1 h,合成 AlON 粉体;最后在空气中对所得 AlON 粉体进行 700 °C × 1 h 氧化去除残余碳,并利用行星球磨机进行 15 h 球磨处理(200 r/min),得到所需 AlON 细粉。

1.2 AlON 粉体抗水化处理

采用球磨工艺将 AlON 粉体分散于无水乙醇中,然后按摩尔比为 3 : 1 的比例依次滴加柠檬酸和聚氨酯预聚物乙醇溶液。通过二者在 AlON 粉体颗粒表面的吸附和聚合反应原位形成聚氨酯包覆层,实现 AlON 粉体的抗水化处理。最后将粉体放入 75 °C 烘箱进行干燥,得到抗水化处理的 AlON 粉体。

1.3 透明 AlON 凝胶浇注成型

以水溶性环氧树脂为凝胶体系,进行透明 AlON 的凝胶浇注成型。首先通过聚氨酯表面包覆工艺对含有特定烧结助剂的 AlON 粉体进行表面抗水化处理,然后通过机械搅拌将其与蒸馏水和环氧树脂的混合溶液(水与环氧树脂体积比为 20 : 3)均匀混合,制备固相体积分数约 50% 的 AlON 水基浆料。在此基础上,按固化剂与环氧树脂体积比 1 : 2 的比例加入适量固化剂,并真空脱气后进行室温固化。最后,所得湿坯依次经室温 48 h 缓慢干燥和 100 °C × 2 h 烘箱干燥,得到 AlON 生坯。

1.4 透明 AlON 陶瓷烧结

在空气中对 AlON 生坯进行 700 °C × 1 h 煅烧,以去除其中的有机物。进一步 200 MPa 冷等静压处理后,置于高温石墨炉中氮气气氛下无压烧结。烧结

升温速率为 5 °C/min, 烧结温度在 1820~1850 °C, 保温时间为 6~10 h。

1.5 表征与测试

1.5.1 AlON 粉体抗水化性能测试

将 AlON 粉体分散到蒸馏水中, 制成固相质量分数为 10%的水基浆料, 然后分装到容量为 5 mL 的密封玻璃瓶中室温静置。测量浆料 pH 随静置时间的变化, 以此表征 AlON 粉体在浆料中的水解程度。

1.5.2 AlON 生坯孔隙结构测定

将凝胶浇注成型 AlON 生坯置于马弗炉中 700 °C×1 h 排胶, 然后进行 200 MPa 冷等静压处理。通过压汞仪(AutoPore 9510)测试其在冷等静压处理前后的孔隙结构变化。另外, 为了研究不同成型方法对 AlON 生坯孔隙结构的影响, 本工作还对 60 MPa 干压成型和 200 MPa 冷等静压处理的干压-冷等静压成型 AlON 生坯的孔隙结构进行了测试表征。

1.5.3 其他性能表征

利用 XRD (D/MAX-RBX)表征 AlON 粉体的相组成; 借助 SEM (JSM-6390)观察 AlON 粉体颗粒形貌以及透明 AlON 陶瓷的断口形貌, 通过 SEM 图像统计 AlON 颗粒尺寸和晶粒尺寸, 分别计算 AlON 粉体和透明 AlON 的颗粒尺寸和晶粒粒径。借助 Zeta 电位测试仪(Zeta plus)和流变仪(MCR 301)测试 AlON 粉体的 Zeta 电位及其浆料流变性。通过紫外-可见-近红外分光光度计(Cary 5000)测试透明 AlON 的光学直线透过率。通过高温疲劳测试仪(MTS 370)和维氏硬度计(HVS-30, 200 g)测试材料的三点抗弯强度和硬度。

2 结果与讨论

2.1 AlON 粉体合成

图 1 为不同温度下合成 AlON 粉体的 XRD 图谱

和 SEM 照片, 可以看出, 在 1680 °C 合成的粉体中除主晶相 AlON 外还存在少量的 AlN 杂质相。进一步提高合成温度, 杂质相含量减小。当合成温度达到 1700 °C 时, 几乎得到纯相 AlON 粉体。与常规 Al₂O₃/AlN 固相反应法及 Al₂O₃ 碳热氮化法合成 AlON 相比, 本研究合成 AlON 粉体的温度降低了 50 °C 以上, 所得粉体颗粒尺寸细小, 尺寸均匀。其中 1700 °C 合成的 AlON 粉体经 2 和 15 h 球磨处理后, 颗粒尺寸分别在 0.8~1.2 μm 和 0.3~0.4 μm 范围, 且分散性良好。这在很大程度上与 AlON 的合成反应动力学相关。

前人研究表明, AlON 在 1640 °C 以下热力学不稳定^[13], 一般合成温度必须在 1640 °C 以上。这使得在合成 AlON 的升温阶段, 原料粉体内部 Al₂O₃/AlN 等颗粒极易发生局部烧结和汇聚长大, 由此大幅降低 AlON 合成反应速率, 使得 AlON 合成温度上升。因此, 采用常规技术合成 AlON 粉体的合成温度一般都在 1750 °C^[14-17], 甚至达到 1800 °C, 非常不利于制备 AlON 细粉。而本研究采用有机聚合物包覆-碳热氮化工艺很好地避免了上述问题。采用此工艺合成 AlON 粉体, 酚醛树脂热解炭在 Al₂O₃/AlN 颗粒表面的包覆均匀, 使得 Al₂O₃/AlN 颗粒之间得到了有效的隔离, 抑制了其在 AlON 合成过程中的聚集长大, 从而可以在较低温度下合成 AlON 细粉。

2.2 AlON 粉体聚氨酯包覆抗水化处理

图 2(a)为 AlON 粉体在抗水化处理前后, 其水基浆料 pH(固体质量分数为 10%)随室温静置时间的变化曲线。由于 AlON 发生强烈水解, 未经抗水化处理的纯 AlON 粉体浆料的 pH 随静置时间延长而显著增大, 特别是在初始静置阶段, 浆料 pH 随静置时间延长几乎呈线性快速增大, 在 24 h 之内由 pH 7.6 增大至 pH 10.0。进一步延长静置时间, pH 增速明显放缓, 说明浆料内部 AlON 颗粒表面已近乎完全水解。此时, AlON 颗粒表面被形成的 Al(OH)₃ 层

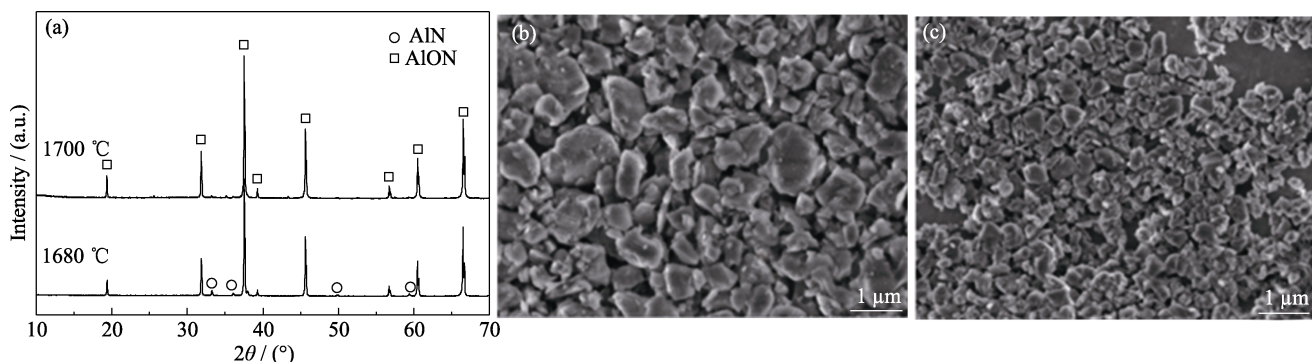


图 1 不同条件下合成 AlON 粉体 XRD 图谱及其 SEM 照片

Fig. 1 XRD patterns and SEM images of AlON powder synthesized under different conditions

(a) XRD patterns; (b) AlON powder synthesized at 1700 °C, ball milled for 2 h; (c) AlON powder synthesized at 1700 °C, ball milled for 15 h

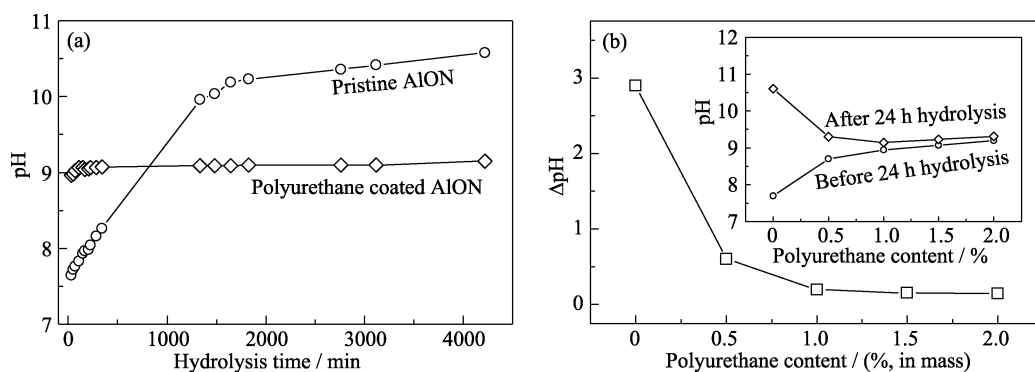


图 2 聚氨酯表面包覆对 AlON 粉体抗水化性能的影响

Fig. 2 Influence of polyurethane surface coating on the hydrolysis behavior of AlON powder

(a) Hydrolysis curves of pristine AlON powder and AlON powder surfaces coated with 1.0% polyurethane;

(b) pH variance of AlON slurries after 72 h setting

覆盖,缓解了 AlON 的进一步水解。相比之下,聚氨酯表面包覆的 AlON 粉体却表现出非常优异的抗水解能力。质量分数 1.0% 聚氨酯包覆的 AlON 水基浆料即使历经 72 h 长时静置,其 pH 仍没有明显的变化,说明聚氨酯表面包覆层可以有效阻止 AlON 表面水解。

图 2(b)给出了不同聚氨酯包覆量 AlON 粉体水基浆料经 72 h 室温静置后的 pH 增幅变化曲线。由图可知,由于聚氨酯包覆对 AlON 水解的强烈抑制作用,浆料 pH 增幅随 AlON 粉体表面聚氨酯包覆量的增加而急剧下降。当聚氨酯包覆量达到 1.0% 以上时,浆料 pH 增幅已降至 0.2 左右。此时浆料 pH 增幅不再随聚氨酯包覆量的增加而发生明显变化,说明此时浆料内部 AlON 颗粒的水解已得到有效抑制,其内在作用机理为:在 AlON 粉体抗水化处理过程中,由于 AlON 粉体颗粒存在表面羟基,柠檬酸首先与其作用对 AlON 颗粒表面进行吸附改性。在此基础上,聚氨酯预聚体与柠檬酸发生结枝聚合反应,形成聚氨酯包覆层^[20],进而对 AlON 颗粒与其周围环境水进行物理隔离。这在很大程度上避免了

AlON 与水的直接接触,从而为 AlON 粉体抗水化性能的提升提供了重要的保障。

2.3 聚氨酯包覆对 AlON 浆料稳定性及其流变性影响

图 3(a)给出了不同聚氨酯包覆量情况下 AlON 颗粒的表面 Zeta 电位状况。由图可知,在相同 pH 条件下,经聚氨酯包敷的 AlON 粉体表面的 Zeta 电位相对于纯 AlON 粉体向负电位方向发生了大幅度偏移,说明聚氨酯包覆给粉体颗粒表面提供了大量的额外负电荷。在 pH 10.2 左右,1.0% 聚氨酯包覆 AlON 粉体的 Zeta 电位达到最大负电位。此时,粉体的 Zeta 电位高达 -58 mV 左右,是纯 AlON 粉体 Zeta 电位负电位极大值的 1.6 倍。进一步增加聚氨酯包覆量,粉体 Zeta 电位几乎保持不变,说明此时聚氨酯已对 AlON 颗粒表面已经接近完全包覆。

图 3(b)给出了聚氨酯包覆量为 1.0% 的 AlON 浆料在 pH 9.5~11.3 情况下的流变曲线。浆料内部 AlON 颗粒表面的高 Zeta 电位,结合聚氨酯包覆层的空间位阻效应,有效地抑制了浆料内部的颗粒团聚,

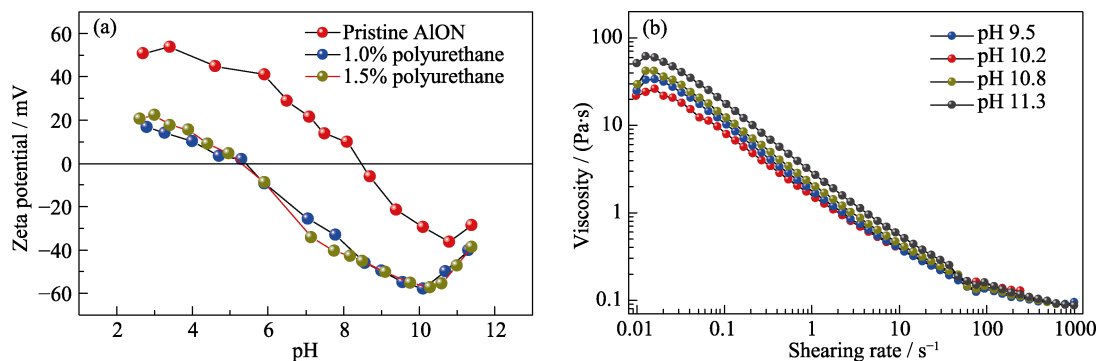


图 3 (a)不同聚氨酯包覆量 AlON 粉体 Zeta 电位曲线; (b)不同 pH 条件下 AlON 浆料的流变曲线

Fig. 3 (a) Zeta potential curves of AlON powders after surface being coated with different mass amounts of polyurethane, and

(b) rheological behavior of AlON slurry under different pH conditions

Colorful figures are available on website

使浆料在高固相含量(体积分数 50%)情况下仍表现出很好的流变性。浆料的黏度随剪切速率的上升而下降,呈典型的剪切变稀特征。在低剪切速率下,不同 pH 浆料的流变性有所差异,但当剪切速率提高到 100 s^{-1} 以上时,各浆料的剪切性能基本趋于相同。此时所有浆料的黏度均小于 $0.15\text{ Pa}\cdot\text{s}$, 完全满足凝胶浇注成型的要求。

2.4 透明 AlON 凝胶浇注成型与无压烧结制备

图 4 为凝胶浇注成型与干压-冷等静压成型 AlON 坯体的压汞测试结果。由于 AlON 浆料的高固相含量及其内部 AlON 颗粒的高分散及高流动填充性,凝胶浇注成型 AlON 坯体相对于干压-冷等静压成型坯体无论是生坯致密度还是气孔结构均得到很大的改善。凝胶浇注成型坯体的气孔率和中位孔径分别在 40%和 94 nm 左右,较干压-冷等静压成型坯体分别降低了 6%和减小了 31 nm。对凝胶浇注成型坯体进一步冷等静压处理后,坯体的气孔率进一步降低至 36%,中位孔径减小至 74 nm。此时的成型坯体表现出典型的高生坯密度和小气孔尺寸特征,非常有助于高透明 AlON 陶瓷的烧结制备。

图 5(a, b)分别为凝胶浇注成型-冷等静压处理后所得 AlON 坯体经 1820 和 1850 $^{\circ}\text{C}$ 无压烧结后制备的透明 AlON 陶瓷数码相机照片。所有试样均高度清澈透明,厚度 5 mm 试样之下所置文字清晰可见。100 倍率体视光学显微镜下对材料内部进行观察,

除侧向表层区域外,试样内部不存在明显杂质相等光散射缺陷。这与聚氨酯包覆 AlON 粉体具有良好的抗水化性能相一致,说明在凝胶浇注过程中即使 AlON 颗粒有所水解,水解程度也非常小,由此产生的 Al_2O_3 杂质在材料的后续烧结过程中可完全固溶于 AlON 颗粒之中,从而有效避免材料内部出现 Al_2O_3 杂质相。

图 5(c, d)分别为 1820 和 1850 $^{\circ}\text{C}$ 烧结透明 AlON 试样的断口扫描电镜照片。所有试样均高度致密,不存在明显气孔。其中 AlON 晶粒发育良好,主要呈等轴状,且晶粒尺寸相对均匀,分别在 $100\sim 200\text{ }\mu\text{m}$ 和 $150\sim 250\text{ }\mu\text{m}$ 之间。分析材料断口形貌发现,材料断裂方式以穿晶断裂为主,说明材料内部晶界结合良好,晶界强度相对较高。上述结构特征为 AlON 试样光学和力学性能的提升提供了重要保障。

图 6 为不同条件下烧结 2 mm 厚透明 AlON 试样光学直线透过率曲线。1850 $^{\circ}\text{C}$ 烧结试样在 340 nm (紫外)、640 nm (可见光)和 2000 nm (中红外)波段的光学直线透过率分别达到 83.1%、85.2%和 86.2%,相当于同波段理论直线透过率的 98%以上。虽然 1820 $^{\circ}\text{C}$ 烧结试样由于内在缺陷浓度和晶粒尺寸不同等原因,其光学直线透过率有所下降,但在上述波段的直线透过率仍分别达到 81.1%、83.2%和 84.5%,光学性能也很优异。

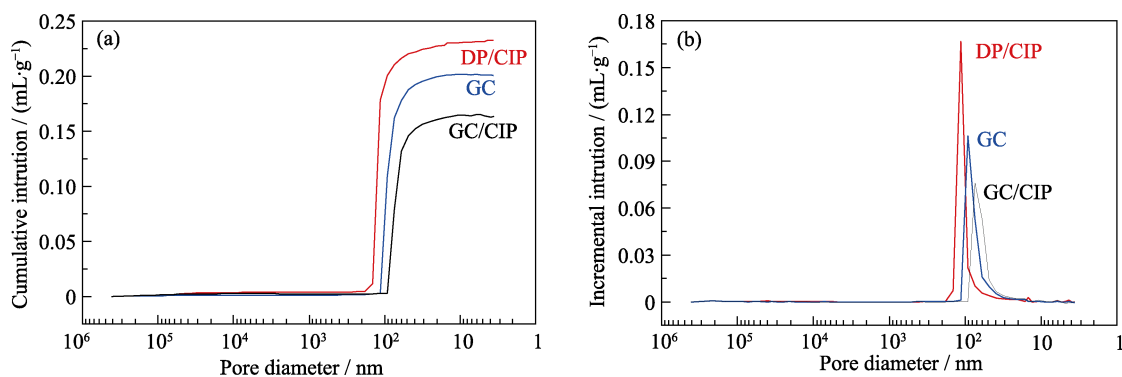


图 4 干压-冷等静压(DP/CIP)、凝胶浇注(GC)以及凝胶浇注-冷等静压后处理(GC/CIP)成型 AlON 坯体的压汞测试曲线

Fig. 4 Mercury porosimetry curves of the AlON green bodies formed by dry pressing-cold isostatic pressing (DP/CIP), gel casting (GC) and gel-casting-cold isostatic pressing (GC/CIP)

(a) Cumulative intrusion; (b) Incremental intrusion

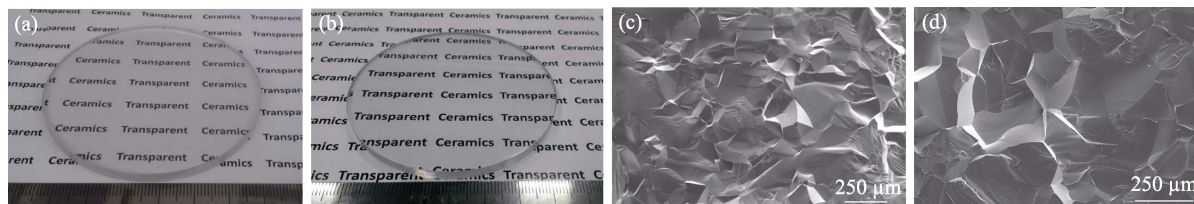


图 5 不同条件下烧结 AlON 陶瓷数码相机照片及 SEM 照片

Fig. 5 Photographs and SEM images of transparent AlON sintered under different conditions

(a, c) 1820 $^{\circ}\text{C}$ $\times 10\text{ h}$; (b, d) 1850 $^{\circ}\text{C}$ $\times 10\text{ h}$

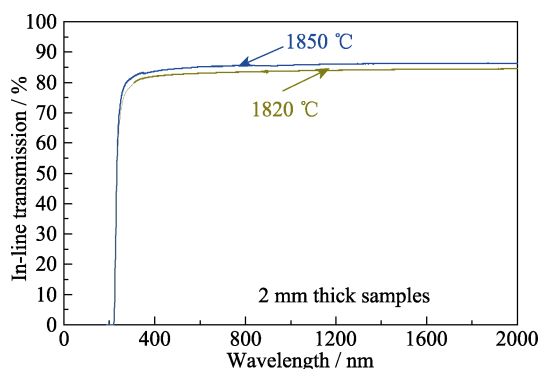


图 6 不同温度下无压烧结透明 AlON 陶瓷直线透过率曲线 (试样厚度 2 mm)

Fig. 6 In-line transmittance of 2 mm thick transparent AlON pressurelessly sintered at different temperatures

表 1 给出不同温度下烧结透明 AlON 陶瓷的力学性能。1850 °C 烧结试样的抗弯强度、断裂韧性和维氏硬度分别达到 310 MPa、 $2.1 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 和 16.7 GPa。而 1820 °C 烧结试样由于晶粒较小, 其抗弯强度、断裂韧性和维氏硬度分别为 325 MPa、 $2.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 和 17.5 GPa, 相关力学和光学性能已与美国 SURMET 公司生产热等静压透明 AlON 陶瓷基本相当。

表 1 不同温度烧结的大尺寸透明 AlON 陶瓷的力学性能

Table 1 Mechanical properties of transparent AlON ceramics sintered at different temperatures

Sintering temperature/°C	Strength/MPa	Toughness/($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	Hardness/GPa
1820	325	2.3	17.5
1850	310	2.1	16.7

3 结论

本研究以高纯 AlON 细粉的合成及抗水化处理为重点, 结合 AlON 水基浆料的分散和流变性研究, 成功实现了透明 AlON 陶瓷的凝胶浇注成型与无压烧结。主要结论如下:

1) 在 AlON 粉体合成过程中, 通过对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlN}$ 原料粉体进行原位表面碳包覆可有效加速 AlON 合成反应进程, 降低 AlON 粉体的合成温度, 获得近乎纯相的亚微米 AlON 粉体。

2) 就 AlON 粉体而言, 聚氨酯不仅是一种优异的抗水化剂, 而且是一种很好的分散剂。经聚氨酯表面包覆处理后的 AlON 粉体不仅具有良好的抗水化性能, 而且其水基浆料表现出良好的流变性。

3) 相比于干压-冷等静压成型, 凝胶浇注成型 AlON 生坯, 特别是进一步冷等静压处理后凝胶浇注成型 AlON 生坯具有更低的气孔率和更小的气孔孔径,

这对于透明无压烧结制备 AlON 具有重要影响。1850 °C 无压烧结透明 AlON, 其强度达到 310 MPa, 紫外-中红外直线透过率达到理论值的 98% 以上, 表现出优异的力学和光学性能。

参考文献:

- [1] MCCAULEY J W, PATEL P, CHEN M, *et al.* AlON: a brief history of its emergence and evolution. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2009, **29**: 223.
- [2] CORBIN N D. Aluminum oxynitride spinel: a review. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 1989, **5**: 143.
- [3] MAGUIRE E A, HARTNETT T M, GENTILMAN R L. Method of producing aluminum oxynitride having improved optical characteristics: US4686070, 1987.
- [4] GRANON A, GOEURLOT P, THVENOT F. Aluminium magnesium oxynitride: a new transparent spinel ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 1995, **15**: 249.
- [5] AlON is the standard for highly effective and affordable transparent armor systems-now and into future [2022-09-19]. <http://www.sumet.com/products-and-applications/ALON-Transparent-Armor/index.php>.
- [6] JIN X H, SUN J, LIU Y Q, *et al.* Highly transparent AlON pressureless sintered from powder synthesized by a novel carbothermal nitridation method. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2012, **95**(9): 2801.
- [7] YANG S X, LI J M, GUO H, *et al.* Reactive sintered highly transparent AlON ceramics with $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-MgAl}_2\text{O}_4\text{-H}_3\text{BO}_3$ ternary additive. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2021, **104**: 4304.
- [8] WANG Y, XIE X M, QI J Q, *et al.* Two-step preparation of AlON transparent ceramics with powder synthesized by aluminothermic reduction and nitridation method. *J. Mater. Res.*, 2014, **29**: 2325.
- [9] CLAY D, POSLUSNY D, FLINDERS M, *et al.* Effect of LiAl_5O_8 addition on the sintering and optical transparency of LiAlON . *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2006, **26**: 1351.
- [10] HARTNETT T M, WAHL J M. Method of making aluminum oxynitride and aluminum oxynitride prepared by the method: W200206156 A1, 2002-7-24.
- [11] LIU W, JIN L L, WANG S W. Preparation of transparent Y_2O_3 ceramic via gel casting: realization of high solid volume via surface modification. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2019, **102**: 6414.
- [12] LIU M W, SHIMAI S, ZHAO J. Gel-casting of MgAl_2O_4 transparent ceramics using a common dispersant. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2019, **102**: 3081.
- [13] WILLEMS H X, HENDRIX M M, METSELAAR R, *et al.* Thermodynamics of AlON: stability at lower temperature. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 1992, **10**: 327.
- [14] BANDYOPADHYAY S, RIXECKER G, ALDINGER, *et al.* Effect of reaction parameters on c-AlON formation from Al_2O_3 and AlN. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2002, **85**: 1010.
- [15] 齐建起, 周纪承, 庞微, 等. 固相反应法制备 AlON 陶瓷粉体的研究. *稀有金属材料与工程*, 2007, **36**: 88.
- [16] YUAN X, LIU X, ZHANG F, *et al.* Synthesis of c-AlON powders by a combinational method of carbothermal reduction and solid-state reaction. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2010, **93**: 22.
- [17] ZHENG J, FORSLUND B. Carbothermal synthesis of aluminum oxynitride (AlON) powder: influence of starting materials and synthesis parameters. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 1995, **15**: 1087.
- [18] PATEL P, GLIDE G, MCCAULEY J, *et al.* Transient liquid phase reactive sintering of aluminum oxynitride: US 7045091B1, 2006.
- [19] LEE J, KOO B, KOO K, *et al.* Method for Manufacture Transparent Polycrystalline Aluminum Oxynitride: WO 2008/047955 A1, 2008.
- [20] 董满江, 薛剑峰. 一种抗水解氮化铝粉体及其制备方法和应用: CN105565823A, 2016.