

**Ключевые слова:**

холодное спекание, спекание, механизмы спекания, керамика, неорганические материалы, оксидная керамика, гидротермальный синтез, реакционное спекание, механически-химические эффекты, до- и сверхкритическая водная среда, механизм переноса массы

ХОЛОДНОЕ СПЕКАНИЕ В ПРИСУТСТВИИ ВОДНОЙ СРЕДЫ: МЕХАНИЗМ И ПРИКЛАДНЫЕ АСПЕКТЫ. ОБЗОР

ЧАСТЬ 1

Андрей СМЕРНОВ, Юрий ИВАКИН, Вадим ТАРАСОВСКИЙ, Виктор РЫБАЛЬЧЕНКО, Александр ВАСИН, Анастасия ХОЛОДКОВА, Михаил ПАХОМОВ, Сергей НОВИКОВ, Владимир СТОЛЯРОВ

Представлен краткий обзор современного состояния исследований нового процесса консолидации керамических порошков в водной среде при температурах ниже 500 °С, известного под названием «процесс холодного спекания».

ВВЕДЕНИЕ

Керамика является одним из перспективных материалов для изготовления режущего инструмента. Наиболее распространенный на сегодняшний день способ изготовления керамических материалов основан на спекании порошков при температурах, находящихся в диапазоне между 0,5–0,75 $T_{пл}$, где $T_{пл}$ – температура плавления [1]. Вследствие медленности процессов диффузии в твердых телах и потребности в высокой температуре при жидкофазном спекании, большинство инноваций процесса [2] заключается в увеличении движущей силы уплотнения материала путем приложения давления прессования (до 250 МПа и более) во время спекания (например, горячее прессование [3], горячее изостатическое прессование [4]) или направлены на увеличение скорости объемного нагрева (например, микроволновое спекание [5], спекание с использованием электромагнитного поля (Field Assisted Sintering Technology (FAST) [6], искровое плазменное спекание (Spark Plasma Sintering (SPS) [7]) и новый метод – ультрабыстрое высокотемпературное спекание (Ultrafast High-temperature Sintering (UHS)) [8]. В то же время продолжают активные поиски методов и средств снижения температуры спекания ниже 1000 °С. Это связано, с одной стороны, с рядом потенциальных

ключевых преимуществ данной технологии, а именно: расширение номенклатуры получаемых композиционных материалов типа керамика – неорганический материал (например, керамика – искусственный алмаз), керамика – керамика, керамика – металл и керамика – полимер, ограничение роста зерна и сохранение исходных структуры и фазового состава порошков [9, 10]. С другой стороны, высокая температура спекания влечет за собой большие экономические и экологические издержки для промышленности и общества [11]. Важность поиска и разработки новых эффективных подходов, позволяющих снизить температуру спекания наиболее перспективных керамических порошковых материалов, отмечается авторами широкомасштабных прогнозных исследований, направленных на выработку основных направлений развития керамических материалов и технологий [12].

ПОДХОДЫ К СНИЖЕНИЮ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ КЕРАМИКИ

На данный момент наиболее распространено несколько общепринятых подходов к снижению температуры спекания, которые можно классифицировать по четырем основным категориям [11]:

1. увеличение дисперсности исходного порошка (вплоть до наноразмерного диапазона), что облегчает движение частиц на начальных стадиях спекания и приводит к повышению скорости зерно-граничной диффузии по сравнению с объемной диффузией в результате более высокой удельной поверхности частиц порошка;
2. введение вспомогательных добавок, активирующих процесс спекания, например легкоплавких легирующих добавок, которые помогают кристаллитам более свободно скользить на начальных стадиях спекания и способствуют межзеренному массопереносу через жидкую пленку, покрывающую зерна на последующих стадиях процесса;
3. гетеровалентное допирование исходного порошка для увеличения концентрации дефектов кристаллической решетки и последующего повышения диффузионной подвижности материала в процессе спекания;
4. разработка новых перспективных методов спекания.

Первые три подхода обычно объединяются под общим термином «низкотемпературное спекание» (Low Temperature Sintering) [13]. Использование данных подходов позволяет достигать снижения температуры спекания в среднем на 500 °С относительно температуры традиционного спекания (которая, обычно, находится в диапазоне между 0,5–0,75 $T_{пл}$). Способы снижения температуры спекания посредством увеличения дисперсности исходного порошка с целью уменьшения диффузионного расстояния подвижных химических веществ и, следовательно, увеличения скорости уплотнения довольно хорошо изучены. Особенно эффективным является использование нанопорошков. Данный подход основан на самопроизвольном уплотнении неагрегированных монодисперсных нанопорошков определенных материалов при воздействии температур на 300–500 °С ниже температуры традиционного спекания [14]. Введение добавок, активирующих процесс спекания, в исходный порошок также является хорошо известным подходом к снижению температуры спекания. Эти агенты для спекания могут быть добавлены для устранения поверхностной оксидной пленки, которая покрывает керамические частицы и затрудняет их уплотнение. Однако добавки чаще вводятся для образования жидкой фазы между частицами при данной температуре, которая генерирует капиллярные силы и увеличивает скорость диффузии путем частичного растворения твердой фазы и массопереноса через жидкость [15]. Этот процесс известен как жидкофазное спекание (Liquid Phase Sintering (LPS)) и широко используется в промышленности. Стоит отметить, что затвердевшая фаза добавки остается в микроструктуре спеченной керамики, как правило, на границах

зерен, что приводит к изменению конечных свойств материала не всегда в лучшую сторону.

Что касается новых перспективных методов спекания, в последние десятилетия в этом направлении был достигнут значительный прогресс. Горячее изостатическое прессование (Hot Isostatic Pressing (HIP)), горячее прессование (Hot Pressing (HP)), технология консолидации с использованием электромагнитного поля или искровое плазменное спекание (FAST/SPS) и предложенное недавно мгновенное спекание (Flash Sintering (FS)) позволяют снизить на сотни градусов температуру спекания [16]. Однако, заметного уменьшения температуры ниже 1000 °С в вышеописанных перспективных методах удается достичь при использовании нанопорошков, что заметно усложняет технологию [17]. Комбинация трех основных подходов – применение наноразмерных порошков, использование активирующих добавок и новая технология спекания – особенно перспективна для снижения температуры спекания и управления микроструктурой получаемой керамики. Низкотемпературные технологии изготовления изделий из керамики характерны для отдельного класса материалов – так называемой низкотемпературной совместно обжигаемой керамики (Low Temperature Co-fired Ceramics (LTCC)) [18]. LTCC-устройства представляют собой композиты из керамики, стекла и легкоплавких металлов, предназначенные для создания микроволновых излучающих устройств, датчиков, резисторов и прочих элементов электронных схем. Суть технологии заключается в том, что устройство изготавливается подобно печатной плате, находящейся в расплаве стекла. Термин «низкотемпературная» означает, что обжиг осуществляется при температурах ниже 1000 °С с использованием в качестве проводящих компонентов меди в сплавах с золотом и серебром. Прогресс технологии LTCC позволил достичь снижения температур обжига до 400–500 °С посредством использования нанопорошков металлов и стекла [19]. Но данная технология является специализированной, и ее использование для производства широкой номенклатуры типов функциональной и технической керамики является затруднительным или вовсе невозможным. Отдельным подходом к получению керамических материалов при температурах ниже 1000 °С является технология безобжиговой керамики [20] на основе алюмофосфатных материалов. Данная технология заключается в реакционном компактировании композиций зернистого наполнителя на основе корунда, муллитокорунда или алюмосиликатного сырья и фосфатного связующего. Процесс обычно проходит при температурах в диапазоне 700–800 °С. Применение безобжиговых технологий ограничивается изготовлением огнеупорных и строительных материалов [21].

Альтернативным подходом к снижению температуры спекания керамики является использование

водной среды. Гипотетически, вода является оптимальной активирующей спекание добавкой благодаря своей распространенности, низкой цене, безопасности, простоте в обращении и экологичности [11]. Однако вода до недавнего времени не рассматривалась в качестве активирующей спекание жидкости для уплотнения керамических порошковых материалов из-за ее низкой температуры кипения. В традиционном процессе спекания вода обычно испаряется еще до начала уплотнения порошкового материала. Тем не менее, в некоторых исследованиях было принципиально показано, что температура спекания может быть значительно снижена в присутствии водной среды. Первые работы по спеканию в водной среде были опубликованы в 70-е годы прошлого столетия. Д.М. Рой с соавторами [22] исследовали приготовление способом горячего прессования цементных паст, обладающих высоким комплексом механических свойств и почти нулевой пористостью. Далее, в 1986 году Н. Ямасаки и К. Янагисава [23] описали горячее гидротермальное спекание при комбинации гидротермальной обработки и одноосного прессования для консолидации керамического порошкового материала при температурах ниже 200 °С. Этот способ получил название реактивного гидротермального жидкофазного уплотнения (Reactive Hydrothermal Liquid-phase Densification (rHLPD)), так как твердая и жидкая фазы реагируют с образованием нового низкопористого поликристаллического компактного материала. Показано, что с его помощью можно получить практически однофазные образцы с плотностью 99% от теоретической [24]. В работе [25] способом rHLPD получена объемная керамика $BaTiO_3$ с плотностью 90% за 70 ч термообработки в герметичном контейнере при 240 °С TiO_2 , пропитанном раствором $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$. Гидротермальное спекание ограничено сравнительно узкой номенклатурой получаемых керамических материалов, которые образуются в ходе гидротермальных химических реакций, а также необходимостью длительной выдержки (до нескольких десятков часов) при существенном повышении механического давления прессования.

ПРОЦЕСС ХОЛОДНОГО СПЕКАНИЯ В ВОДНОЙ СРЕДЕ

Модификация способа спекания в водной среде, в котором массоперенос определяется градиентами давления и концентрации, получила в зарубежной литературе название «холодного спекания» (Cold Sintering Process (CSP)) [26]. Установлено, что благодаря участию воды температуры спекания разных материалов значительно понижаются до значений 300–400 °С и ниже, а в некоторых случаях и вплоть до комнатной температуры [9]. Кроме того, что в этих условиях процесс спекания протекает при низких температурах, некоторые порошковые мате-

риалы удается уплотнить до более чем 95% от их теоретической плотности за короткое время (менее 15 мин). Например заявлено, что в присутствии небольшого количества воды (1,7 массовых %) удалось снизить температуру спекания ZnO на сотни градусов (ниже 300 °С) и значительно сократить время спекания керамики с относительной плотностью более 90% [11] и достичь относительной плотности более 99% при температуре спекания 400 °С [27]. В самом общем смысле холодное спекание представляет собой процесс уплотнения, который требует двух фаз: исходного порошка, из которого формируется плотная керамика, и транспортной фазы для облегчения массопереноса к исходным частицам и от них. На сегодняшний день в большинстве примеров используются жидкие фазы на основе воды, но не следует исключать и другие возможности [26]. В идеальном предельном случае существует сочетание капиллярности и приложенного одноосного давления, что обеспечивает движущую силу для уплотнения, а транспортная фаза является удаляемой (т. е. большая ее часть испаряется и выдавливается из матрицы во время уплотнения). Во многих случаях 5% объемной доли транспортной фазы достаточно для возникновения выраженного уплотнения [9, 28]. К неорганическим материалам, которые были уплотнены с помощью холодного спекания, относятся микроволновые диэлектрики [29], сегнетоэлектрики [30], конструкционная керамика [31], литий-ионные катоды [32], твердотельные электролиты [33], полупроводники [34], керамические клеи [35], огнеупоры [36]. В работе [9] проанализированы данные по холодному уплотнению более 50 неорганических композиций. Потенциальные приложения процесса холодного спекания для изготовления керамики различного назначения представлены в табл. 1.

Исследованы процессы холодного спекания большого числа простых и сложных оксидов, а также композитных материалов на их основе. В настоящее время авторы большинства работ определяют холодное спекание (CSP) как процесс, в котором неорганический порошок уплотняется в присутствии переходной жидкой фазы, составляющей обычно от 1 до 10 об.%. При холодном спекании жидкая фаза обеспечивает массоперенос. Вода является наиболее распространенной жидкой средой, но можно использовать многие другие органические и ионные жидкости. При холодном спекании CSP (рис. 1) влажный порошок помещается в прессформу и подвергается воздействию одноосного давления от 100 до 500 МПа и температуры в диапазоне 25–300 °С в течение 15–60 мин. Общий вид лабораторной установки для холодного спекания, образец керамики ZnO , полученный при температуре около 250 °С, и его микроструктура показаны

YASKAWA

100-ЛЕТНИЙ ОПЫТ РАБОТЫ
В ОБЛАСТИ УПРАВЛЕНИЯ
ДВИЖЕНИЕМ



- Преобразователи частоты от 0,4 до 12 000 кВт
- Шпиндельные двигатели
- Комплексные сервоприводы от 0,003 до 75 кВт
- Линейные сервосистемы
- Контроллеры управления движения
- Программируемые логические контроллеры
- Роботы

КОСПА

КОМПОНЕНТЫ
И СИСТЕМЫ
ПРОМЫШЛЕННОЙ
АВТОМАТИЗАЦИИ



+7 (495) 660-28-22; www.cospa.ru

ООО «КОСПА» ОФИЦИАЛЬНЫЙ ПАРТНЕР И СЕРВИСНЫЙ ЦЕНТР YASKAWA

Таблица 1. Потенциальные приложения процесса холодного спекания для изготовления керамики различного назначения (по данным работ [9, 37])

Функциональная керамика	Техническая и инструментальная керамика	Огнеупорная керамика
Пьезоэлектрики	Подшипники	Формованные огнеупоры
Пироэлектрики	Металло-керамические уплотнители	Тигли
Резисторы и нагревательные элементы	Износостойкие покрытия	Печная оснастка
Полупроводники	Абразивы	–
Химические сенсоры	Носители катализаторов	–
Конденсаторы	Фильтрующие элементы	–
Термисторы и варисторы	Режущие инструменты	–
Сверхпроводники	Лабораторная и химическая посуда	–
Многослойные пассивные элементы	Трубопроводная арматура	–
Магнитные индукторы	–	–
Твердые электролиты	–	–

на рис. 2. Скорости и время воздействия давления и температуры сильно зависят от материала порошка. Некоторые порошковые материалы легко спекаются до значений плотности, приближающейся к теоретической, а другие плохо уплотняются. Хотя количественные характеристики процесса уплотнения каждого порошкового материала еще предстоит определить, текущие данные показывают, что перегруппировка частиц, растворение, осаждение и рост зерен в керамике участвуют в процессе уплотнения и зависят от наличия и соотношения транспортной фазы и давления прессования [26].

Основными преимуществами процесса холодного спекания являются энергоэффективность и расширение номенклатуры композиционных порошковых материалов на основе керамической матрицы, которые не могут быть получены по традиционным технологиям. В работе [28] показано, что снижение энергопотребления при холодном спекании керамики может достигать двух порядков по сравнению с традиционным спеканием. Понижение температуры спекания составляет сотни градусов от области выше 1000 °С до температур ниже 400 °С позволяет консолидировать порошковые композиции, содержащие материалы, разрушающиеся при температурах, характерных для традиционного спекания [9]. Процесс «холодного спекания» – новая технология, отличная от таких известных процессов консолидации порошковых материалов, как «теплое прессование» (Warmpressing), при котором не наблюдается роста зерна [39]; горячее прессование, при котором уплотнение и спекание происходят одновременно при высоких температурах [40]; холодное прессование заготовок из оксидных порошков [41] с последующим свободным спеканием при высоких температурах; низкотемпературное спекание [42], температуры которого

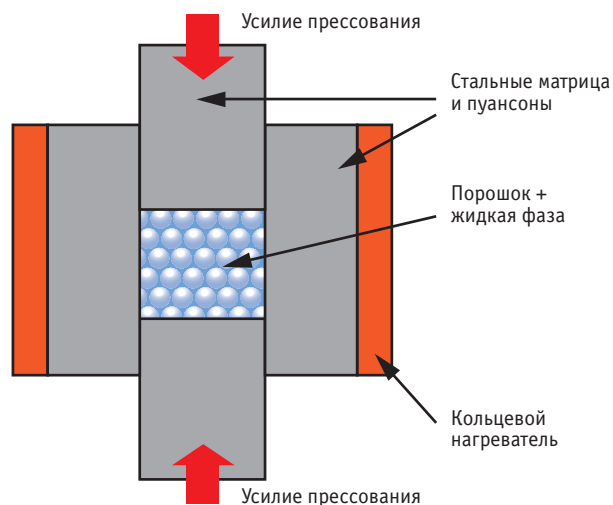


Рис. 1. Схема реализации процесса холодного спекания ([38], статья опубликована в открытом доступе по лицензии Creative Commons CC-BY-NC-ND)

не опускаются ниже 500 °С для большинства оксидных материалов, что достигается применением высокодисперсных порошков, допированием порошков и использованием активирующих спекание добавок; гидротермальное выращивание кристаллов [43], которое используется для выращивания кристаллов, а не для изготовления изделий из керамики; гидротермальное спекание [23], которое ограничено относительно узким перечнем материалов и отличается от «холодного спекания» большими величинами механического давления и длительными временами выдержки. Гидротермальное спекание – это наиболее близкий процесс, а по существу – менее универсальная разновидность «холодного спекания», выполняемого в среде конденсированной воды.

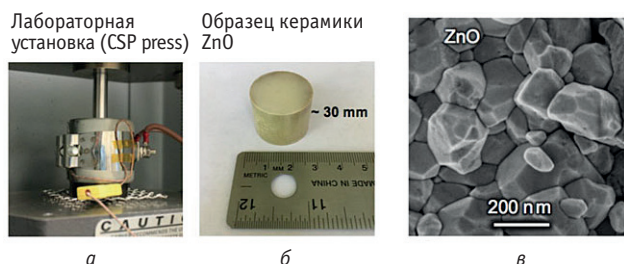


Рис. 2. Холодное спекание: *а* – общий вид лабораторной установки для холодного спекания (CSP press), *б* – образец керамики ZnO, полученный при температуре около 250 °С, *в* – СЭМ-изображение микроструктуры образца керамики ZnO, по материалам [9]

ПРЕДСТАВЛЕНИЯ О МЕХАНИЗМАХ ПРОЦЕССА ХОЛОДНОГО СПЕКАНИЯ

Механизм холодного спекания, по аналогии с классической концепцией старения осадков [44], в большинстве публикаций представляется следующим образом: небольшое количество межфазной воды служит переходной жидкой фазой. Детали различаются для разных систем, но для ряда керамических материалов первой стадией процесса являются уплотнение частиц порошка в результате их перегруппировки и взаимного проскальзывания под действием давления прессования, частичного выдавливания жидкой фазы в зазоры пресс-формы и пуансонов, а также растворение острых краев граничных поверхностей между частицами, что уменьшает поверхность свободную энергию частиц порошка. Основной движущей силой процесса является градиент механических напряжений внутри частиц, вызванный внешним одноосным сжатием, что позволяет активировать явления растворения/осаждения на границе раздела твердой и жидкой фаз вещества [30]. Вода действует как растворитель и среда для массопереноса. Кроме того, вода повышает ползучесть на границе раздела твердый/твердый материал для повышения скорости уплотнения. Растворение происходит в зоне контакта между частицами, в то время как осаждение происходит на менее напряженной поверхности частиц, то есть на поверхности пор. Затем, преимущественно на так называемой второй стадии процесса, при соответствующих благоприятных сочетаниях давления ($P_{\text{спекания}}$) и температуры ($T_{\text{спекания}}$), растворенный материал диффундирует через жидкость и предпочтительно выпадает в осадок в областях контакта между частицами. В этом процессе поры закрываются, и материал уплотняется и консолидируется. Схематичная иллюстрация различных составляющих механизма процесса холодного спекания и их взаимосвязи показана на рис. 3.

Согласно исследованиям взаимодействия частиц дисперсной фазы между собой и с дисперсионной средой [33], классический механизм старения (т.е. растворения-осаждения или переосаждения) не является столь общим, как предполагалось ранее, поскольку установлено, что скорость старения многих малорастворимых осадков не зависит от перемешивания. Например, интенсивное созревание происходит в случае осадков бромида серебра в бромидных растворах и коллоидных осадков хлорида серебра. Поэтому можно принять, что классический механизм растворения-осаждения верен в случае довольно хорошо растворимых материалов. Если предположить, что массоперенос происходит по разным механизмам, то следует заключить, что вклад разных механизмов может зависеть от конкретных условий протекания процесса. В целом механизм растворения-осаждения предполагает присутствие достаточного количества воды. Однако при холодном спекании в водной среде и с использованием одноосного давления, содержание воды в ходе нагрева пресс-формы уменьшается за счет испарения и выхода из реакционного пространства через зазоры пресс-формы. Из-за этого на последних стадиях холодного спекания, когда в течение изотермической выдержки относительная плотность достигает величин более 75%, механизм растворения/осаждения маловероятен [11]. Например, в результате экспериментальных исследований холодного спекания ZnO были получены образцы плотной керамики при введении в порошок всего 1,7 масс.% воды [11, 27]. При этом авторы данных работ отмечают, что в этих условиях механизм растворения-осаждения противоречит экспериментальным фактам, поскольку количество воды 1,6–1,7% соответствует лишь двум монослоям воды (0,45 нм) на поверхности наночастиц ZnO. Причем половина адсорбированной воды, предположительно, диссоциирует и диффундирует в структуру кристаллов, увеличивая их дефектность и дефектность границ зерен [11]. Таким образом показано, что малого количества воды недостаточно для протекания механизма растворения-осаждения как основного механизма уплотнения, и необходимо описывать эффект, используя иные представления или механизмы. В связи с этим, для объяснения процесса холодного спекания в водной среде авторы работ [11, 27] привлекают представление об уменьшении энергии активации атомной диффузии вдоль границ зерен из-за высокой концентрации гидроксильных ионов и других дефектов, образующихся на них при адсорбции воды. Из всего вышеизложенного ясно, что в литературе, посвященной исследованию механизмов холодного спекания и холодного реактивного гидротермального спекания, имеются противоречия в понимании процессов, приводящих к консолидации порошковых материалов в присутствии водной среды.



Рис. 3. Схематическая иллюстрация составляющих механизма процесса холодного спекания. Вертикальные черные линии указывают на взаимосвязанные процессы, по материалам [9]

Выводы

Вместе с большими технологическими перспективами процесс холодного спекания ставит ряд научных проблем. Наиболее важной из них является понимание механизма процесса холодного спекания в присутствии водной среды. Это затрудняет расширение номенклатуры используемых материалов и замедляет переход к новым высокоэффективным энергосберегающим технологиям производства перспективной керамики и композитов. На сегодняшний день отсутствуют научно обоснованные подходы к управлению процессом холодного спекания, которые могут обеспечить получение материалов и изделий с заданными и воспроизводимыми свойствами и формой.

Вторая часть данного обзора будет посвящена прикладным аспектам процесса холодного спекания. Будут представлены имеющиеся в литературе данные о свойствах материалов, полученных холодным спеканием, а также результаты исследований закономерностей влияния режимов и условий холодного спекания на структуру и свойства получаемых материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kang S.-J.L. Sintering: densification, grain growth, and microstructure, Booksgooglecom. (2005).
2. Bordia R.K., Kang S.J.L., Olevsky E.A. Current understanding and future research directions at the

onset of the next century of sintering science and technology, J. Am. Ceram. Soc. 100 (2017) 2314–2352. <https://doi.org/10.1111/jace.14919>.

3. Langer J., Hoffmann M.J., Guillon O. Direct comparison between hot pressing and electric field-assisted sintering of submicron alumina, Acta Mater. 57 (2009) 5454–5465. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.043>.
4. Bocanegra-Bernal M.H. Hot isostatic pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics, J. Mater. Sci. 39 (2004) 6399–6420. <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000044878.11441.90>.
5. Oghbaei M., Mirzaee O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications, J. Alloys Compd. 494 (2010) 175–189. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.068>.
6. Munir Z.A., Quach D.V., Ohyanagi M. Electric current activation of sintering: A review of the pulsed electric current sintering process, J. Am. Ceram. Soc. 94 (2011) 1–19. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.04210.x>.
7. Munir Z.A., Anselmi-Tamburini U., Ohyanagi M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method, J. Mater. Sci. 41 (2006) 763–777. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-6555-2>.
8. Wang C., Ping W., Bai Q., Cui H., Hensleigh R., Wang R., Brozena A.H., Xu Z., Dai J., Pei Y.,

- Zheng C., Pastel G., Gao J., Wang X., Wang H., Zhao J.C., Yang B., Zheng X., Luo J., Mo Y., Dunn B., Hu L. A general method to synthesize and sinter bulk ceramics in seconds, *Science* (80-.). 368 (2020) 521–526. <https://doi.org/10.1126/science.aaz7681>.
9. Maria J.P., Kang X., Floyd R.D., Dickey E.C., Guo H., Guo J., Baker A., Funihashi S., Randall C.A. Cold sintering: Current status and prospects, *J. Mater. Res.* 32 (2017) 3205–3218. <https://doi.org/10.1557/jmr.2017.262>.
 10. Rahaman M.N. Ceramic processing and sintering, second edition, 2017. <https://doi.org/10.1201/9781315274126>.
 11. Gonzalez-Julian J., Neuhaus K., Bernemann M., Pereira da Silva J., Laptev A., Bram M., Guillon O. Unveiling the mechanisms of cold sintering of ZnO at 250 °C by varying applied stress and characterizing grain boundaries by Kelvin Probe Force Microscopy, *Acta Mater.* 144 (2018) 116–128. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.10.055>.
 12. Rödel J., Kounga A.B.N., Weissenberger M.-Eibl, Koch D., Bierwisch A., Rossner W., Hoffmann M.J., Danzer R., Schneider G. Development of a roadmap for advanced ceramics: 2010–2025, *J. Eur. Ceram. Soc.* 29 (2009) 1549–1560. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.10.015>.
 13. Kuang X., Carotenuto G., Nicolais L. Review of ceramic sintering and suggestions on reducing sintering temperatures, *Adv. Perform. Mater.* 4 (1997) 257–274. <https://doi.org/10.1023/A:1008621020555>.
 14. Watari K., Hwang H.J., Toriyama M., Kanzaki S. Effective sintering aids for low-temperature sintering of AlN ceramics, *J. Mater. Res.* 14 (1999) 1409–1417. <https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0191>.
 15. German R.M., Suri P., Park S.J. Review: Liquid phase sintering, *J. Mater. Sci.* 44 (2009) 1–39. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-3008-0>.
 16. Todd R.I. Flash Sintering of Ceramics: A Short Review, in: *Proc. IV Adv. Ceram. Appl. Conf.*, 2017: pp. 1–12. https://doi.org/10.2991/978-94-6239-213-7_1.
 17. Mazaheri M., Hassanzadeh-Tabrizi S.A., Sadrnezhaad S.K. Hot pressing of nanocrystalline zinc oxide compacts: Densification and grain growth during sintering, *Ceram. Int.* 35 (2009) 991–995. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2008.04.015>.
 18. Golonka L., Bemnowicz P., Jurków D., Malecha K., Roguszczak H., Tadaszak R. Low temperature co-fired ceramics (LTCC) microsystems, in: *Opt. Appl.*, 2011.
 19. Sebastian M.T., H., Jantunen H. Low temperature co-fired ceramics with ultra-low sintering temperature: A review, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 20 (2016) 151–170. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2016.02.004>.
 20. Копейкин В.А., Кудряшова А.И., Кузьминская Л.Н. Образование аморфной фазы при цементации материалов на основе алюмофосфатного связующего // *Изв. АН СССР, Серия Неорганические Материалы.* 3 (1967) 737–739.
 21. Хлыстов А.И., Власов А.В., Коннов М.В. Применение высокоглиноземистых шламов в технологических процессах производства обжиговых и безобжиговых огнеупоров, *Вестник Оренбургского государственного университета.* 5 (2013) 154.
 22. Roy D.M., Gouda G.R. High strength generation in cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 3 (1973) 807–820. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(73\)90013-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(73)90013-6).
 23. Yamasaki N., Yanagisawa K., Nishioka M., Kanahara S. A hydrothermal hot-pressing method: Apparatus and application, *J. Mater. Sci. Lett.* 5 (1986) 355–356. <https://doi.org/10.1007/BF01748104>.
 24. Xie Y., Yin S., Yamane H., Hashimoto T., Sato T. Low temperature sintering and color of a new compound $\text{Sn}_{1.24}\text{Ti}_{1.94}\text{O}_{3.66}(\text{OH})_{1.50}\text{F}_{1.42}$, *Solid State Sci.* 11 (2009) 1703–1708. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2009.05.025>.
 25. Vakifahmetoglu C., Anger J.F., Atakan V., Quinn S., Gupta S., Li Q., Tang L., Riman R.E. Reactive Hydrothermal Liquid-Phase Densification (rHLPD) of Ceramics – A Study of the $\text{BaTiO}_3[\text{TiO}_2]$ Composite System, *J. Am. Ceram. Soc.* 99 (2016) 3893–3901. <https://doi.org/10.1111/jace.14468>.
 26. Guo J., Floyd R., Lowum S., Maria J.-P., Herisson T. de Beauvoir, Seo J.-H., Randall C.A. Cold Sintering: Progress, Challenges, and Future Opportunities, *Annu. Rev. Mater. Res.* 49 (2019) 275–295. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070218-010041>.
 27. Dargatz B., Gonzalez-Julian J., Bram M., Jakes P., Besmehn A., Schade L., Röder R., Ronning C., Guillon O. FAST/SPS sintering of nanocrystalline zinc oxide-Part I: Enhanced densification and formation of hydrogen-related defects in presence of adsorbed water, *J. Eur. Ceram. Soc.* 36 (2016) 1207–1220. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.12.009>.
 28. Guo J., Guo H., Baker A.L., Lanagan M.T., Kupp E.R., Messing G.L., Randall C.A. Cold Sintering: A Paradigm Shift for Processing and Integration of Ceramics, *Angew. Chemie - Int. Ed.* 55 (2016) 11457–11461. <https://doi.org/10.1002/anie.201605443>.
 29. Induja I.J., Sebastian M.T. Microwave dielectric properties of cold sintered Al_2O_3 -NaCl composite, *Mater. Lett.* 211 (2018) 55–57. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.09.083>.
 30. Guo H., Baker A., Guo J., Randall C.A. Cold Sintering Process: A Novel Technique for Low-Temperature Ceramic Processing of Ferroelectrics, *J. Am. Ceram. Soc.* 99 (2016) 3489–3507. <https://doi.org/10.1111/jace.14554>.

31. **Bouville F., Studart A.R.** Geologically-inspired strong bulk ceramics made with water at room temperature, *Nat. Commun.* 8 (2017). <https://doi.org/10.1038/ncomms14655>.
32. **Seo J.H., Guo J., Guo H., Verlinde K., Heidary D.S.B., Rajagopalan R., Randall C.A.** Cold sintering of a Li-ion cathode: LiFePO_4 -composite with high volumetric capacity, *Ceram. Int.* 43 (2017) 15370–15374. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.077>.
33. **Berbano S.S., Guo J., Guo H., Lanagan M.T., Randall C.A.** Cold sintering process of $\text{Li}_{1.5}\text{Al}_{0.5}\text{Ge}_{1.5}(\text{PO}_4)_3$ solid electrolyte, *J. Am. Ceram. Soc.* 100 (2017) 2123–2135. <https://doi.org/10.1111/jace.14727>.
34. **Guo J., Guo H., Heidary D.S.B., Funahashi S., Randall C.A.** Semiconducting properties of cold sintered V_2O_5 ceramics and Co-sintered V_2O_5 -PEDOT:PSS composites, *J. Eur. Ceram. Soc.* 37 (2017) 1529–1534. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.11.021>.
35. **Chen W.T., Gurdal A.E., Tuncdemir S., Guo J., Guo H., Randall C.A.** Considering the possibility of bonding utilizing cold sintering for ceramic adhesives, *J. Am. Ceram. Soc.* 100 (2017) 5421–5432. <https://doi.org/10.1111/jace.15098>.
36. **Guo H., Bayer T.J.M., Guo J., Baker A., Randall C.A.** Current progress and perspectives of applying cold sintering process to ZrO_2 -based ceramics, *Scr. Mater.* 136 (2017) 141–148. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.02.004>.
37. **Guo J., Berbano S.S., Guo H., Baker A.L., Lanagan M.T., Randall C.A.** Cold Sintering Process of Composites: Bridging the Processing Temperature Gap of Ceramic and Polymer Materials, *Adv. Funct. Mater.* 26 (2016) 7115–7121. <https://doi.org/10.1002/adfm.201602489>.
38. **Jiang A., Ke D., Xu L., Xu Q., Li J., Wei J., Hu C., Grasso S.** Cold Hydrostatic Sintering: From shaping to 3D printing, *J. Mater.* 5 (2019) 496–501. <https://doi.org/10.1016/j.jmat.2019.02.009>.
39. **Galusek D., Sedláček J., Riedel R.** Al_2O_3 -SiC composites prepared by warm pressing and sintering of an organosilicon polymer-coated alumina powder, *J. Eur. Ceram. Soc.* 27 (2007) 2385–2392. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.09.007>.
40. **Rossi R.C., Fulrath R.M.** Final Stage Densification in Vacuum Hot-Pressing of Alumina, *J. Am. Ceram. Soc.* 48 (1965) 558–564. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1965.tb14672.x>.
41. **Kim K.T., Choi S.W., Park H.** Densification behavior of ceramic powder under cold compaction, *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME.* 122 (2000) 238–244. <https://doi.org/10.1115/1.482793>.
42. **Yeh T.-S., Sacks M.D.** Low-Temperature Sintering of Aluminum Oxide, *J. Am. Ceram. Soc.* 71 (1988) 841–844. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1988.tb07533.x>.
43. **Demazeau G., Largeteau A.** Hydrothermal/solvothermal crystal growth: An old but adaptable process, *Zeitschrift Fur Anorg. Und Allg. Chemie.* 641 (2015) 159–163. <https://doi.org/10.1002/zaac.201400515>.
44. **Бежал И.Г., Куриленко О.Д.** Переконденсация в дисперсных системах. — Изд-во Наукова думка, 1975.

СМИРНОВ Андрей Владимирович – кандидат технических наук, научный сотрудник Инжинирингового центра мобильных решений ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет»

ИВАКИН Юрий Дмитриевич – кандидат химических наук, доцент, старший научный сотрудник кафедры физической химии МГУ имени М.В. Ломоносова

ТАРАСОВСКИЙ Вадим Павлович – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории материаловедения Центра коллективного пользования «Наукоемкие технологии в машиностроении» Московского Политеха

РЫБАЛЬЧЕНКО Виктор Викторович – начальник Центра коллективного пользования «Наукоемкие технологии в машиностроении» Московского Политеха

ВАСИН Александр Александрович – кандидат технических наук, научный сотрудник Инжинирингового центра мобильных решений, ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет»

ХОЛОДКОВА Анастасия Андреевна – младший научный сотрудник кафедры физической химии МГУ имени М.В. Ломоносова

ПАХОМОВ Михаил Андреевич – младший научный сотрудник отдела «Трение, износ, смазка. Трибология» Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН

НОВИКОВ Сергей Васильевич – кандидат технических наук, главный редактор журнала «СТАНКОИНСТРУМЕНТ»

СТОЛЯРОВ Владимир Владимирович – доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник отдела «Трение, износ, смазка. Трибология» Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН

Продолжение статьи будет опубликовано в следующем номере журнала.



ДВАДЦАТЬ ЛЕТ!

ЭСАБ-СВЭЛ ЛИДЕР РОССИЙСКОГО
РЫНКА ЭЛЕКТРОДОВ

МЫ ОПРЕДЕЛЯЕМ БУДУЩЕЕ СВАРКИ И РЕЗКИ!

ООО ЭСАБ, 125009 г. Москва, ул. Воздвиженка, д. 10, 7 этаж,
Тел. (495) 663 20 08. E-mail: info@esab.ru

