

Научная статья
УДК 546.64:546.831.4:54-36:53.091
doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.012

ВЛИЯНИЕ МЕХАНОАКТИВАЦИИ ПРЕКУРСОРА НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ЦИРКОНАТА ИТТРИЯ И КЕРАМИКИ НА ЕГО ОСНОВЕ

**Олег Алексеевич Кузьменков¹, Ольга Борисовна Щербина²,
Вадим Викторович Ефремов³, Александр Михайлович Калинин⁴**

^{1, 2, 4}*Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья имени И. В. Тананаева
Кольского научного центра Российской академии наук, Апатиты, Россия*

³*Институт проблем промышленной экологии Севера Кольского научного центра Российской академии наук,
Апатиты, Россия*

¹*o.kuzmenkov@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7646-2058>*

²*o.shcherbina@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9591-0274>*

³*v.efremov@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2407-7304>*

⁴*a.kalinkin@ksc.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3668-8578>*

Аннотация

Изучены процессы, протекающие в ходе синтеза цирконата иттрия с использованием механоактивированного прекурсора, полученного методом соосаждения гидроксидов. Механоактивация прекурсора проводилась в планетарной мельнице АГО-2 при центробежном факторе 20 g в течение 30 мин. С помощью рентгенофазового анализа показано, что после прокаливании прекурсоров образуется монофазный $Y_2Zr_2O_7$ со структурой флюорита, размеры кристаллитов которого лежат в нанометровом диапазоне. Удельная поверхность прокаленных механоактивированных порошков в несколько раз превосходит аналогичный показатель для порошков, полученных без применения механоактивации. Из порошков цирконата иттрия были изготовлены керамические образцы методом электроискрового спекания. Выяснено, что после спекания керамика также является нанокристаллической, а механические свойства (микротвердость и модуль Юнга) керамики, полученной на основе механоактивированных порошков, превосходят аналогичные показатели керамики, спеченной из немеханоактивированного порошка.

Ключевые слова:

цирконат иттрия, соосаждение гидроксидов, механоактивация, нанокристаллическое состояние, электроискровое спекание

Благодарности:

авторы благодарят Д. В. Дудину и М. А. Есикова (Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, г. Новосибирск) за помощь в получении керамики методом ЭИС.

Финансирование:

государственное задание по теме НИР № FMEZ-2025-0059.

Для цитирования:

Кузьменков О. А., Щербина О. Б., Ефремов В. В., Калинин А. М. Влияние механоактивации прекурсора на характеристики цирконата иттрия и керамики на его основе // Труды Кольского научного центра РАН. Серия: Технические науки. 2025. Т. 16, № 4. С. 72–74. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.012.

Original article

INFLUENCE OF MECHANICAL ACTIVATION OF THE PRECURSOR ON THE CHARACTERISTICS OF YTTRIUM ZIRCONATE AND CERAMICS BASED ON IT

Oleg A. Kuzmenkov¹, Olga B. Shcherbina², Vadim V. Efremov³, Alexandr M. Kalinkin⁴

^{1, 2, 4}*Tananaev Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials
of the Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences, Apatity, Russia*

³*Institute of North Industrial Ecology Problems of the Kola Science Centre of the Russian Academy
of Sciences, Apatity, Russia*

¹*o.kuzmenkov@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7646-2058>*

²*o.shcherbina@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9591-0274>*

³*v.efremov@ksc.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2407-7304>*

⁴*a.kalinkin@ksc.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3668-8578>*

Abstract

The processes occurring during the synthesis of yttrium zirconate using a mechanoactivated precursor obtained by the coprecipitation of hydroxides have been studied. The mechanoactivation of the precursor was carried out in an AGO-2 planetary mill at a centrifugal factor of 20 g for 30 minutes. X-ray phase analysis revealed that after calcination of the precursors, a single-phase $Y_2Zr_2O_7$ with a fluorite structure is formed, with crystallite sizes in the nanometer range. The specific surface area of the calcined mechanoactivated powders is several times higher than that of powders obtained without mechanoactivation. Ceramic samples were fabricated from yttrium zirconate powders using spark plasma sintering. It was found that after sintering, the ceramics remain nanocrystalline, and the mechanical properties (microhardness and Young's modulus) of the ceramics produced from mechanoactivated powders exceed those of the ceramics sintered from non-mechanoactivated powder.

Keywords:

yttrium zirconate, coprecipitation of hydroxides, mechanical activation, nanocrystalline state, spark plasma sintering

Acknowledgments:

the authors thank D. V. Dudina and M. A. Yesikov (M. A. Lavrentiev Institute of Hydrodynamics SB RAS, Novosibirsk) for assistance in obtaining ceramics using the EIS method.

Funding:

state assignment on the topic of research and development No. FMEZ-2025-0059.

For citation:

Kuzmenkov O. A., Shcherbina O. B., Efremov V. V., Kalinkin A. M. Influence of mechanical activation of the precursor on the characteristics of yttrium zirconate and ceramics based on it // Transactions of the Kola Science Centre of RAS. Series: Engineering Sciences. 2025. Vol. 16, No. 4. P. 72–74. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.012.

В последние десятилетия у исследователей значительно возрос интерес к изучению цирконатов редкоземельных элементов $\text{Re}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ (Re — редкоземельный элемент) благодаря их уникальной структуре и широкому спектру потенциальных применений. Эти соединения перспективны для использования в качестве термобарьерных покрытий, компонентов твердооксидных топливных элементов, диэлектрических материалов, а также матриц для иммобилизации радиоактивных отходов. Параллельно с изучением самих цирконатов, активно разрабатываются методы синтеза нанокристаллической керамики на их основе. По сравнению с традиционной микрокристаллической керамикой, нанокристаллические материалы обладают повышенной радиационной стойкостью, пониженной теплопроводностью и более высокой кислород-ионной проводимостью [1–4].

В данном исследовании $\text{Y}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ был синтезирован на основе прекурсора, полученного методом соосаждения гидроксидов с применением предварительной механоактивации (МА). Прекурсор готовили обратным осаждением, добавляя объединенный раствор нитрата иттрия и оксихлорида циркония к раствору аммиака. МА прекурсора проводили в планетарной мельнице АГО-2 при центробежном факторе 20 g в течение 30 мин в воздушной атмосфере с использованием стальных барабанов со вкладышами из диоксида циркония и шарами, диаметром 7 мм, также изготовленных из ZrO_2 . Для получения конечного продукта прекурсоры прокаливали в течение 3 ч при различных температурах в интервале 600–1300 °С. Электроискровое спекание (ЭИС) непрокаленных образцов проводилось на установке SPS Labox 1575 (SINTER LAND Inc., Япония). Спекание проводилось при 1300 °С и 40 МПа, выдержка составляла 5 мин.

Показано, что порошки в ходе их приготовления и при МА карбонизируются за счет взаимодействия с атмосферным CO_2 . Согласно данным комплексного термического анализа и ИК-спектроскопии полная декарбонизация образцов происходит после прокаливания в течение 3 ч при 1100 °С. Продуктом термообработки образцов в диапазоне от 600 до 1300 °С в течение 3 ч по данным рентгенофазового анализа является монофазный $\text{Y}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ с флюоритовой структурой.

При сравнении рентгенограмм образцов, синтезированных из прекурсоров при одинаковых температурах, наблюдается, что предварительная МА прекурсора способствует более интенсивной кристаллизации цирконата иттрия. Размеры областей когерентного рассеивания образующихся кристаллитов как исходных порошков, так и порошков после МА, закономерно возрастают с увеличением температуры прокаливания, изменяясь в интервале от 5 до 50 нм. Важно отметить, что предварительная МА положительно влияет на удельную поверхность порошков. Так, значения $S_{\text{уд}}$ образцов, полученных с применением МА, в 3–5 раз превышают аналогичный параметр для немеханоактивированных порошков.

Полученные результаты согласуются с данными растровой электронной микроскопии. Исследование керамических образцов, полученных методом ЭИС из описанных выше прекурсоров, показало, что керамика является нанокристаллической, а ее относительная плотность достигает 96,6 %. На отдельных участках поверхности керамики, полученной из порошков без МА, наблюдаются крупные зерна. В то же время керамика, спеченная из предварительно механоактивированных порошков, обладает более плотной и однородной микроструктурой без крупных зерен. Механические испытания выявили, что керамика на основе механоактивированных порошков превосходит по свойствам образцы без МА: микротвердость увеличивается на 78 %, а модуль Юнга — на 23 %.

Список источников

1. Kong L., Karatchevtseva I., Gregg D. J., Blackford M. G., Holmes R., Triani G. $Gd_2Zr_2O_7$ and $Nd_2Zr_2O_7$ pyrochlore prepared by aqueous chemical synthesis // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2013. Vol. 33. Issues 15–16. P. 3273–3285.
2. Kaliyaperumal C., Sankarakumar A., Paramasivam T. Grain size effect on the electrical properties of nanocrystalline $Gd_2Zr_2O_7$ ceramics // *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 813. P. 152221.
3. Li W., Zhang K., Xie D., Deng T., Luo B., Zhang H., Huang X. Characterizations of vacuum sintered $Gd_2Zr_2O_7$ transparent ceramics using combustion synthesized nanopowder // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2020. Vol. 40. Issue 4. P. 1665–1670.
4. Yang Y., Huang Z., Shi C., Duan J., Cheng G., Wang H., Wu D., Qi J., Lu T. Liquid-solid-solution synthesis of ultrafine $Gd_2Zr_2O_7$ nanoparticles with yield enhancement // *Ceram. Int.* 2020. Vol. 46. Issue 1. P. 1216–1219.

References

1. Kong L., Karatchevtseva I., Gregg D. J., Blackford M. G., Holmes R., Triani G. $Gd_2Zr_2O_7$ and $Nd_2Zr_2O_7$ pyrochlore prepared by aqueous chemical synthesis. *J. Eur. Soc.*, 2013, Vol. 33, Issue 15–16, pp. 3273–3285.
2. Kaliyaperumal C., Sankarakumar A., Paramasivam T. Grain size effect on the electrical properties of nanocrystalline $Gd_2Zr_2O_7$ ceramics. *J. Alloys Compd.*, 2020, Vol. 813, pp. 152221.
3. Li W., Zhang K., Xie D., Deng T., Luo B., Zhang H., Huang X. Characterizations of vacuum sintered $Gd_2Zr_2O_7$ transparent ceramics using combustion synthesized nanopowder. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2020, Vol. 40, Issue 4, pp. 1665–1670.
4. Yang Y., Huang Z., Shi C., Duan J., Cheng G., Wang H., Wu D., Qi J., Lu T. Liquid-solid-solution synthesis of ultrafine $Gd_2Zr_2O_7$ nanoparticles with yield enhancement. *Ceram. Int.*, 2020, Vol. 46, Issue 1, pp. 1216–1219.

Информация об авторах

О. А. Кузьменков — аспирант, инженер-исследователь;
О. Б. Щербина — кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник;
В. В. Ефремов — кандидат технических наук, заместитель директора по научной работе;
А. М. Калинин — доктор химических наук, главный научный сотрудник.

Information about the authors

O. A. Kuzmenkov — Postgraduate Student, Research Engineer;
O. B. Shcherbina — PhD (Engineering), Leading Researcher;
V. V. Efremov — PhD (Engineering), Deputy Director for Research;
A. M. Kalinkin — Dr. Sc. (Chemistry), Chief Researcher.

Статья поступила в редакцию 16.06.2025; одобрена после рецензирования 25.08.2025; принята к публикации 27.08.2025.
The article was submitted 16.06.2025; approved after reviewing 25.08.2025; accepted for publication 27.08.2025.