

МРНТИ 29.19.17, 29.19.04
Научная статья

<https://doi.org/10.32523/2616-6836-2026-156-3-147-161>

Разработка технологии получения высокоплотной керамики на основе наночастиц $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ с высокой долей наноразмерных зерен

Ю.А. Гаранин^{*1,2} , Д.И. Шлимас^{1,2} , М.Е. Калиекперов^{1,2} , Б.А. Барабан^{1,2} 

¹ Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан

² Астанинский филиал Института ядерной физики, Астана, Казахстан

E-mail: *garanin_yua_1@enu.kz, shlimas_di_2@enu.kz, kaliekperov_mye_2@enu.kz, barabanbogdan1@gmail.com

Аннотация. В данной работе разработана технология получения высокоплотной керамики на основе наночастиц $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, направленная на ограничение интенсивного роста зерен при спекании и формирование мелкозернистой структуры. Исследовано влияние температурно-временных режимов спекания на уплотнение, фазовый состав и формирование микроструктуры керамики. Установлено, что стандартное спекание при температуре 1500 °C сопровождается увеличением среднего размера зерен до 1,0–1,2 мкм и появлением отдельных аномально крупных зерен размером 5–10 мкм. Такие изменения свидетельствуют об интенсивном протекании процессов рекристаллизации и существенной потере исходной наноструктуры материала. В то же время применение длительного низкотемпературного спекания при 1100–1200 °C позволяет обеспечить уплотнение преимущественно за счет диффузии по границам зерен и одновременно ограничить их рост. В результате формируется однородная высокоплотная керамика с низкой поверхностной пористостью, составляющей около 2–7 % по данным сканирующей электронной микроскопии, и высокой долей наноразмерных зерен, достигающей 64 %. Полученные результаты показывают, что снижение температуры при соответствующем увеличении продолжительности спекания является эффективным подходом к управлению микроструктурой многокомпонентно стабилизированной циркониевой керамики. Разработанный режим позволяет сочетать высокую степень уплотнения с частичным сохранением наноструктуры материала.

Ключевые слова: мультидопированный ZrO_2 , двухстадийное спекание, XRD, керамики, зернограничная диффузия.

Поступила 8.07.2026. После доработки 14.08.2026. Принята к печати 14.08. 2026. Доступно онлайн 30.09.2026.

*автор для корреспонденции

Введение

Диоксид циркония (ZrO_2), благодаря стойкости к радиационному воздействию, высокой твердости, износостойкости, трещиностойкости и прочности на изгиб, а также химической инертности при высоких температурах и малом сечении захвата тепловых нейтронов, является перспективным конструкционным материалом в ядерной энергетике [1–3]. Между тем полиморфизм ZrO_2 , связанный с изменением кристаллической структуры в зависимости от температуры, ограничивает применение данного материала. В диапазоне температур от комнатной до $\sim 1170^\circ\text{C}$ диоксид циркония обладает моноклинной структурой ($m\text{-ZrO}_2$), которая при дальнейшем нагреве вплоть до 2370°C переходит в тетрагональную структуру ($t\text{-ZrO}_2$) [4]. Увеличение температуры сверх 2370°C приводит к формированию кубической структуры ($c\text{-ZrO}_2$) [5]. Необходимо отметить, что фазовая трансформация из моноклинной в тетрагональную и обратно сопровождается объемным расширением ($\sim 4\%$), что приводит к растрескиванию, а иногда и разрушению материалов на их основе. Кроме того, высокими механическими свойствами обладают именно t и $c\text{-ZrO}_2$ фазы.

Для стабилизации высокотемпературных фаз при комнатной температуре используют несколько подходов, главным из которых является введение различных допантов в виде оксидов металлов. Введение допирующих элементов способствует стабилизации высокотемпературных фаз ZrO_2 за счет образования кислородных вакансий, возникающих при замещении ионов циркония катионами иной валентности, а также вследствие локальных искажений кристаллической решетки, вызванных различием ионных радиусов [6]. Совокупность этих факторов снижает свободную энергию тетрагональной и кубической фаз, препятствуя их превращению в моноклинную структуру. Однако использование одноэлементных систем имеет ряд недостатков. Так, при использовании в качестве допанта оксида иттрия (Y_2O_3) в водной среде наблюдается низкотемпературная деградация (НТД), выражающаяся в спонтанном фазовом переходе из тетрагональной фазы в моноклинную [7]. С другой стороны, использование в качестве допанта диоксида церия (CeO_2) НТД не происходит, но такие материалы обладают низкими механическими свойствами [8]. В то же время в ряде работ было показано, что использование мультидопирования ZrO_2 позволяет улучшить свойства материалов на их основе. Было показано, что совместное использование диспрозия, церия, иттрия и алюминия ($\text{Dy}_{0.03}\text{Ce}_{0.05}\text{Y}_{0.080}\text{Zr}_{0.84}\text{O}_{1.945}$) позволяет улучшить сопротивляемость росту зерен и коэффициент теплового расширения по сравнению со стандартной ZrO_2 керамикой, стабилизированной иттрием [9]. Система $\text{Lu-Sc-Tb-Dy-Y-ZrO}_2$ имеет похожую в сравнении с 8YSZ ионную проводимость, но с повышенной сопротивляемостью деградации характеристик при температурах 800 и 1000°C [10].

Между тем наиболее часто используемые системы, состоящие из комбинаций оксидов редкоземельных металлов, обладают высокой стоимостью. В предыдущей работе [11] нами было показано, что использование в качестве допантов четырехэлементной системы, состоящей из иттрия, церия, магния и кальция в эквимольном соотношении позволяет получить стабильную систему с улучшенными свойствами и более низкой себестоимостью, связанной с использованием магния и кальция. Однако использование стандартного режима спекания при температуре 1500°C в течение 5 часов в системе $\text{Zr}_{0.85}(\text{Y, Ce, Ca, Mg})_{0.15}\text{O}_2$ приводит к формированию пористой структуры с неравномерным распределением зерен по размерам. Известно, что, применяя такие методы, как искровое плазменное спекание, микроволновое спекание или изостатическое прессование, можно получать высокоплотные керамики на основе оксида циркония с низкой дисперсией распределения размеров зерен [12–14]. Несмотря на преимущества данных методов, их повсеместное применение ограничено технологической сложностью оборудования, невозможностью получения деталей сложной формы и высокой стоимостью.

Ченг и Ванг впервые продемонстрировали возможность получения наноструктурных высокоплотных керамик путем спекания при пониженных температурах с долгой выдержкой [15]. При правильном подборе температур удастся активировать движение пор и обеспечить уплотнение материала путем диффузии по границам зерен без чрезмерного увеличения размеров зерен. Однако в работах [16,17] было показано, что подбор температур, при которых реализуется механизм уплотнения путем диффузии по границам зерен индивидуален для каждого типа материалов. Таким образом целью данной работы является разработка технологии получения высокоплотной мультидопированной керамики на основе наночастиц $\text{Zr}_{0.85}(\text{Y, Ce, Ca, Mg})_{0.15}\text{O}_2$ с применением методов низкотемпературного спекания.

Методология

Мультидопированные иттрием, церием, магнием и кальцием наночастицы оксида циркония с концентрацией допантов 0,15 мольных долей ($Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$) были получены методом гидротермального синтеза в стальном автоклаве с тефлоновым вкладышем при температуре 130 °С с выдержкой в течение 12 часов. В качестве прекурсоров использовались оксихлорид гидрат циркония ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$), нитрат иттрия (III) гексагидрат ($Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), нитрат церия (III) гексагидрат ($Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), нитрат магния гексагидрат ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) и хлорид кальция ($CaCl_2$). Прекурсоры растворялись в дистиллированной воде с общей концентрацией раствора 0,1 моль/л. В качестве минерализатора использовался 1 моль/л раствор гидроксида калия (KOH). Минерализатор вводился в раствор прекурсоров до достижения pH 9. После процесса гидротермального синтеза частицы отделялись от жидкости путем центрифугирования со скоростью 5000 об/мин. в течение 5 минут до полного вымывания остаточных продуктов синтеза. Наночастицы $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ подвергались кристаллизации в муфельной печи SNOL (SNOL 1300, Литва) при температуре 650 °С с выдержкой в течение 30 минут и скоростью нагрева 10 °С/мин.

Синтезированные наночастицы компоновались в форме дисков методом стандартной керамической технологии с варьированием технологических параметров. В первом случае наночастицы $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ прессовались в стальной пресс-форме с использованием гидравлического пресса. Давление прессования составляло 400 МПа. Во втором перед прессованием в состав вводилась органическая связка в виде поливинилового спирта (ПВС) в количестве 5 мас. %. Введение ПВС проводилось путем его растворения в дистиллированной воде с последующим введением наночастиц и выпариванием полученной смеси на магнитной мешалке с функцией нагрева. В третьем случае применялось совместное использование мягкого помола в планетарной шаровой мельнице PULVIRESETTE 7 premium line (FRITCH, Германия) со скоростью 500 об/мин. в течение 5 часов и введение 5 мас. % ПВС. Полученные пресс-заготовки подвергались термической обработке в муфельной печи Nabertherm LHT04/18 (Nabertherm, Германия) при температуре 500 °С в течение 1 часа со скоростью нагрева 0,5 °С/мин. с целью удаления из состава ПВС. Отработка температурных режимов и синтез объемных керамических образцов проводился в муфельной печи Nabertherm LHT04/18 (Nabertherm, Германия). Выбор оптимальных температур спекания осуществлялся согласно закону Хиллберта [18]:

$$CV = \frac{\sigma}{d_{cp}} \leq 0,354 \quad (1)$$

где CV – коэффициент вариации размеров зерен;

σ – среднеквадратичное отклонение;

d_{cp} – средний размер зерна.

При выполнении условия $CV \leq 0,354$ реализуется механизм спекания путем диффузии по границам зерен, который характеризуется нормальным ростом зерен. При превышении порога $CV \leq 0,354$ механизм спекания с зернограницной диффузии переходит к объемной диффузии, что сопровождается аномальным ростом зерен.

Оценка пористости пресс-заготовок осуществлялась путем сравнения экспериментально установленной и теоретически рассчитанной рентгеновской плотности:

$$p = \left(1 - \frac{\rho_{\text{экспер.}}}{\rho_{\text{теорет.}}} \right) \cdot 100\% \quad (2)$$

где p – пористость;

$\rho_{\text{экспер.}}$ – экспериментальная плотность, определенная путем измерения геометрических размеров и массы образцов, рассчитанная по формуле:

$$\rho_{\text{экспер.}} = \frac{V}{m} \quad (3)$$

где V – объем образца, m – масса образца;

$\rho_{\text{теорет.}}$ – теоретическая рентгеновская плотность.

Определение пористости керамических образцов заключалась в оценке поверхности спеченных образцов с использованием программного пакета ImageJ. Анализ проводился на основе СЭМ-изображений поверхности образцов путем количественного сопоставления площадей, соответствующих порам (области с пониженной яркостью) и плотной матрице (области с повышенной яркостью).

Исследование поверхности пресс-заготовок и керамических образцов осуществлялось методом сканирующей электронной микроскопии на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Phenom ProX G6 (Thermo Fisher Scientific, Нидерланды) и Helios 5 CX (Thermo Fisher Scientific, Нидерланды). Расчет распределения зерен по размерам проводился с применением программного пакета ImageJ.

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ был осуществлен методом рентгеновской дифракции на рентгеновском дифрактометре Rigaku SmartLab (Rigaku, Япония) с $\text{CuK}\alpha$ излучением в геометрии Брегга-Брентано. Для определения фазового состава использовалась база данных PDF-2 (Powder Diffraction File). Рентгеноструктурный анализ был выполнен с использованием метода подгонки дифракционной картины порошков (whole powder pattern fitting -WPPF, метод Ритвельда) с помощью программного обеспечения Rigaku SmartLab. Размер области когерентного рассеяния рассчитывался с использованием уравнения Шеррера:

$$d_{XRD} = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (4)$$

где β – ширина на полувысоте (FWHM) для каждого из рефлексов;
0,9 – коэффициент, учитывающий форму частиц.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлена микрофотография поверхности пресс-заготовки образца $\text{Zr}_{0,85}(\text{Y}, \text{Ce}, \text{Ca}, \text{Mg})_{0,15}\text{O}_2$, полученной без использования пластификатора. Высокая удельная площадь поверхности наночастиц, обеспечивающая когезию, позволяет формовать материал в исходном состоянии. Однако из представленных результатов можно заметить, что поверхность пресс-заготовки состоит из крупных конгломератов наночастиц размером от 1 до 30 мкм, которые приводят к высокой пористости (56 %). Кроме того, на поверхности пресс-заготовки присутствуют трещины, которые возникают при выпрессовывании материала из матрицы. Присутствие крупных конгломератов, высокая пористость и микроструктурная неоднородность в процессе спекания приводит к затруднению процессов диффузии и, как следствие, способствует закреплению пор и препятствует их закрытию.

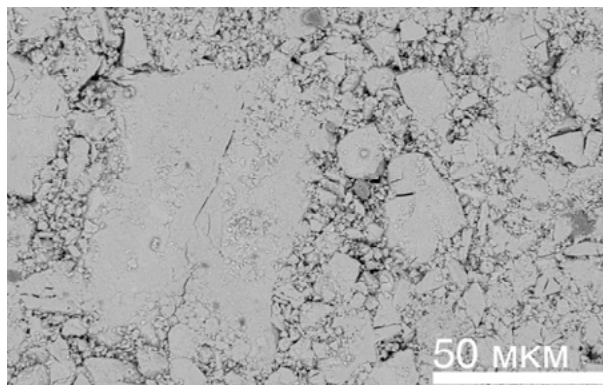


Рисунок 1. СЭМ-микрофотография поверхности пресс-заготовки, полученной из исходных наночастиц $\text{Zr}_{0,85}(\text{Y}, \text{Ce}, \text{Ca}, \text{Mg})_{0,15}\text{O}_2$

Между тем известно, что введение пластификаторов в виде органических связок (ПВС, воск и т.д.) способствует более равномерной упаковке порошковых частиц при прессовании, что повышает эффективность последующего уплотнения при спекании. На рисунке 2а и 2б приведены микрофотографии

поверхности пресс-заготовки и частично спеченного тела полученных с введением 5 мас. % ПВС. Из представленных данных можно заметить, что без дополнительной дезагломерации наночастиц в процессе прессования формируются пресс-заготовки с высокой пористостью (51 %) и выраженной морфологической неоднородностью. Поверхность характеризуется наличием агломератов неправильной формы размером от нескольких до десятков микрометров. Такие дефекты обладают низкой способностью к релаксации в процессе спекания и, как следствие, сохраняются после удаления ПВС. Таким образом введение органической связки не приводит к значительному снижению пористости и дефектности пресс-заготовки. В то же время совместное использование предварительного мягкого помола с целью дезагломерации наночастиц и введение органической связки позволяет значительным образом улучшить микроструктуру пресс-заготовок (рисунок 2в). Дезагломерация наночастиц при мягком помоле в сочетании с введением ПВС обеспечивает более плотную упаковку порошка при прессовании. В результате формируются пресс-заготовки с пониженной пористостью (48 %) и однородной микроструктурой, в которой поры размером 0,5–2 мкм распределены равномерно. После удаления связки (рисунок 2г) морфология поверхности практически не изменяется, сохраняя высокую степень однородности и отсутствие выраженной дефектности.

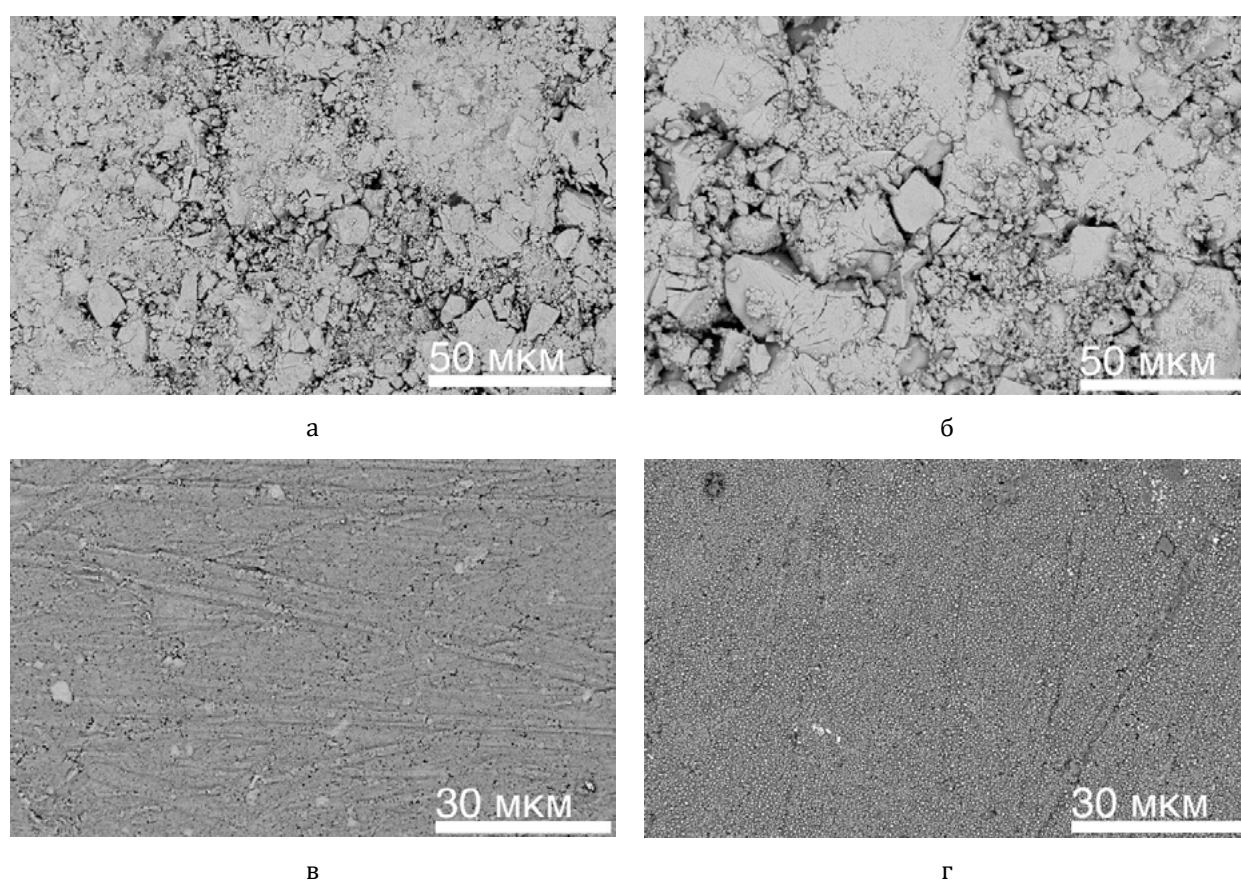


Рисунок 2. СЭМ-микрофотографии поверхности пресс-заготовок и частично спеченных тел состава $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, полученных а-б) с добавлением ПВС и в-г) с помолом и добавлением ПВС

Микрофотографии поверхности частично спеченного тела $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ с предварительным помолом исходного порошка, полученные методом СЭМ высокого разрешения (рисунок 3), демонстрируют плотную упаковку с наличием наноразмерных пор в структуре и средний размер частиц 19 ± 4 нм с низкой дисперсией распределения.

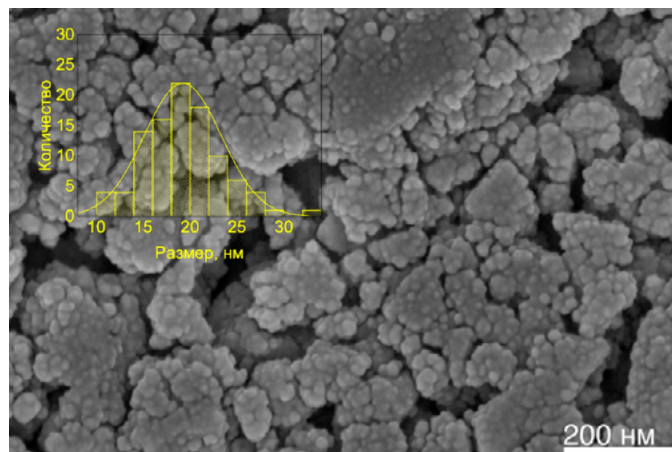


Рисунок 3. СЭМ-микрофотография высокого разрешения частично спекенного тела $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, полученного с помолотом и добавлением ПВС. Вставка – гистограмма распределения частиц по размерам.

На первом этапе исследования частично спекенные образцы состава $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ подвергли спеканию по стандартной технологии при температуре, соответствующей $\sim 0,6$ от температуры плавления ZrO_2 [19], варьируя скорости нагрева и охлаждения (таблица 1). Такой подход позволил оценить влияние параметров спекания на процессы массопереноса, кинетику уплотнения, роста зерен и формирование фазового состава. Кроме того, сопоставление различных режимов спекания позволило установить взаимосвязь между условиями спекания, эволюцией микроструктуры и механизмами, определяющими плотность и структурную однородность получаемой керамики.

Таблица 1. Температурные (Т) и временные (t_1 – время нагрева, t_2 – время выдержки и t_3 – время охлаждения) параметры стандартного спекания керамических образцов состава $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$

№ режима	Т, °С	t_1 , ч	t_2 , ч	t_3 , ч
I	1500	15	5	15
II		15		-
III		2,5		-

На рисунке 4а представлено изображение поверхности керамики состава $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ после спекания по режиму I. Согласно СЭМ-микрофотографиям, образец имеет развитую пористость и состоит из конгломератов зерен размером 300–400 нм, а также отдельных зерен неправильной формы размером 5–10 мкм. Средний размер зерен составляет $1,2 \pm 0,6$ мкм. Формирование такой структуры, вероятно, связано с длительным пребыванием материала при высоких температурах, что способствует активации объемной диффузии и ускоренному росту зерен. По мере их укрупнения часть пор оказывается изолированной внутри объема зерен, что затрудняет их удаление на заключительной стадии спекания. В результате образуется структура с крупными зернами и высокой остаточной пористостью.

При использовании режима II (рисунок 4б) микроструктура становится более однородной. Основной объем материала представлен зернами размером 500–600 нм, тогда как размеры крупных зерен не превышают 1–5 мкм при среднем размере $1,2 \pm 0,6$ мкм. Более быстрое охлаждение сокращает время пребывания при максимальной температуре, ограничивая рост зерен без существенного снижения интенсивности уплотнения. Это способствует более эффективной миграции пор вдоль границ зерен к их стыкам и поверхности, где происходит их исчезновение. В результате формируется менее пористая структура

с размерами пор преимущественно 2–5 мкм. При использовании режима III (рисунок 4в) наблюдается увеличение пористости и неоднородности микроструктуры. Размер зерен изменяется в пределах 0,25–4,25 мкм при среднем значении $1,0 \pm 0,6$ мкм. Высокая скорость нагрева ограничивает время, необходимое для формирования межчастичных контактов и начального уплотнения, вследствие чего часть пор изолируется уже на ранних стадиях спекания. Одновременно неравномерная активация диффузионных процессов приводит к локальному укрупнению зерен. Совокупность этих факторов обуславливает более высокую пористость и дефектность материала по сравнению с режимом II.

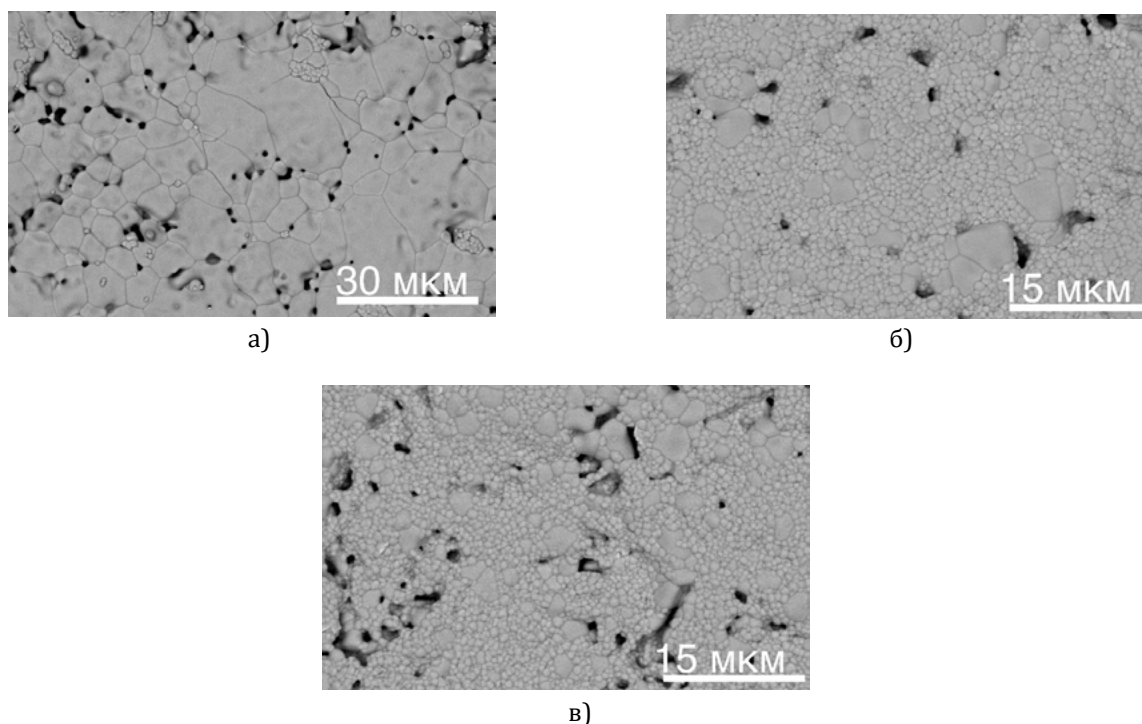


Рисунок 4. СЭМ-микрофотографии поверхности керамических образцов $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, спеченных стандартным методом по режиму а) I, б) II, в) III.

Рентгенофазовый анализ образцов $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, спеченных по трем различным режимам (рисунок 5), выявил существенное влияние условий спекания на фазовый состав керамики. Для режима I характерно наличие смешанной кубической и моноклинной структуры. Причиной образования m-ZrO₂ фазы может являться длительное пребывание материала при высокой температуре, что сопровождается интенсивной объемной диффузией и перераспределением стабилизирующих катионов. В процессе аномального роста зерен происходит их сегрегация на границах и в тройных стыках, вследствие чего внутри отдельных зерен формируются локально обедненные допантами области. Снижение концентрации допантов в таких зернах приводит к потере устойчивости высокотемпературных фаз и образованию моноклинной структуры. При использовании режима II доля m-ZrO₂ фазы существенно уменьшается (5 %) при сохранении доминирования c-ZrO₂ фазы (95 %). Более высокая скорость охлаждения ограничивает время, необходимое для диффузионного перераспределения допантов, что снижает степень их сегрегации и обеспечивает более однородное распределение по объему материала. В результате вероятность образования локально обедненных областей уменьшается, способствуя сохранению стабилизированной c-ZrO₂ фазы. Для режима III характерно сосуществование c-ZrO₂ и t-ZrO₂ фаз без признаков образования моноклинной структуры. Быстрый нагрев ограничивает развитие диффузионных процессов, сохраняя более равномерное распределение допирующих элементов. Одновременно в микроструктуре возрастает доля субмикронных зерен, что дополнительно способствует стабилизации t-ZrO₂ фазы. Вместе с тем объемная доля более

крупных зерен остается преобладающей, вследствие чего $c\text{-ZrO}_2$ фаза сохраняет доминирующее положение в общем фазовом составе.

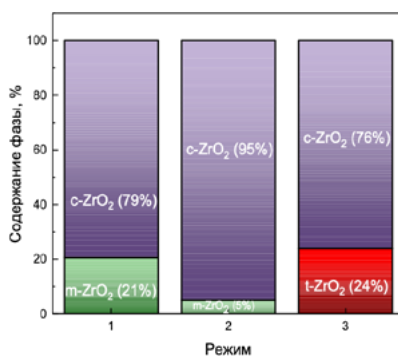


Рисунок 5. Соотношение фаз керамических образцов $\text{Zr}_{0,85}(\text{Y, Ce, Ca, Mg})_{0,15}\text{O}_2$ в зависимости от условий спекания

С целью выбора оптимальной температуры двухстадийного спекания пресс-заготовки состава $\text{Zr}_{0,85}(\text{Y, Ce, Ca, Mg})_{0,15}\text{O}_2$ подвергали отжигу в течение 1 ч при температурах 1100–1400 °С. Согласно СЭМ-микрофотографиям (рисунок 6), повышение температуры сопровождается уплотнением материала и увеличением среднего размера зерен. При 1100 °С средний размер зерен составляет 110 ± 37 нм ($\text{CV}=0,332$), что соответствует нормальному росту зерен согласно критерию Хиллерта ($\text{CV}<0,354$). Несмотря на сохранение наноструктуры, данный режим не обеспечивает достаточного уплотнения, о чем свидетельствует высокая остаточная пористость. Повышение температуры до 1200 °С приводит к увеличению среднего размера зерен до 157 ± 57 нм и росту коэффициента вариации до $\text{CV}=0,365$, что указывает на начало отклонения от режима нормального роста. При 1300 и 1400 °С коэффициент вариации возрастает до 0,477 и 0,728, соответственно, свидетельствуя о развитии аномального роста зерен и существенном расширении распределения их размеров.

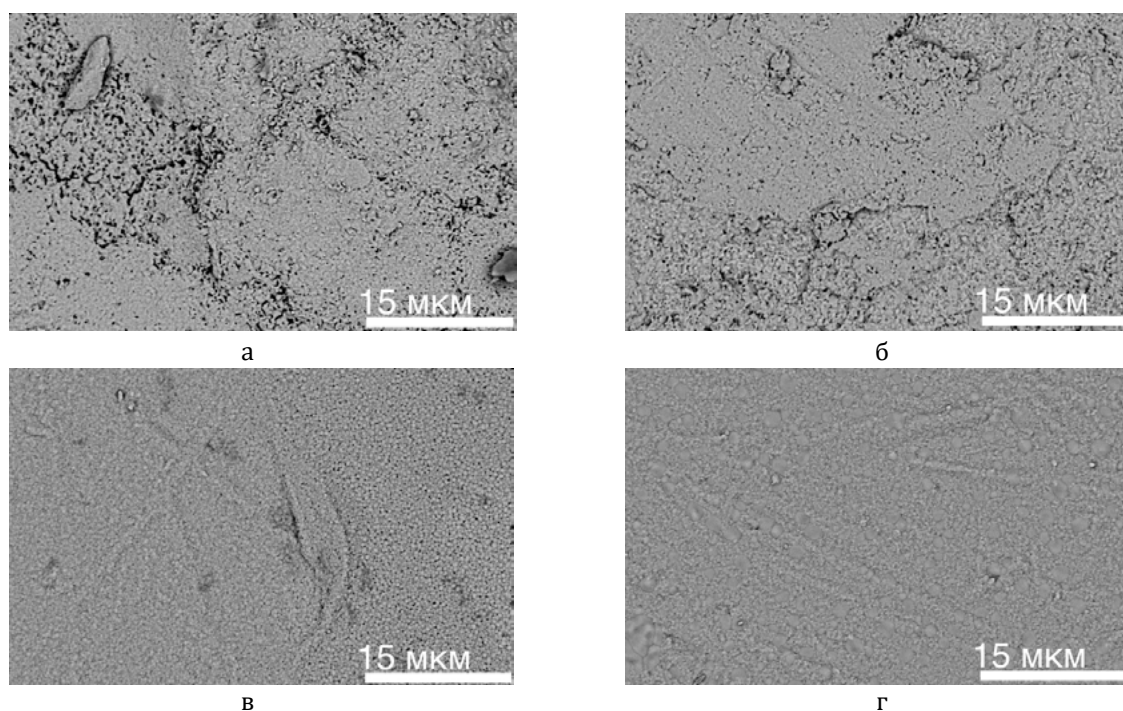


Рисунок 6. СЭМ-изображения поверхности керамических образцов состава $\text{Zr}_{0,85}(\text{Y, Ce, Ca, Mg})_{0,15}\text{O}_2$, спеченных при температурах а) 1100 °С; б) 1200 °С; в) 1300 °С и г) 1400 °С с выдержкой в течение 1 часа

Несмотря на превышение критического значения CV при 1200–1300 °С, микроструктура остается достаточно плотной и однородной. После спекания при 1300 °С около 29 % зерен сохраняют размеры менее 200 нм, что позволяет предположить преобладание механизма уплотнения, контролируемого зернограницной диффузией. При дальнейшем повышении температуры до 1400 °С начинает доминировать миграция границ зерен, сопровождающаяся их интенсивным укрупнением и развитием аномального роста. Таким образом, температуры выше 1300 °С нецелесообразно использовать в качестве первой или второй стадии двухстадийного спекания. Полученные выводы подтверждаются результатами рентгенофазового анализа (рисунок 7а), который свидетельствует о постепенном уменьшении доли t-ZrO₂ фазы. После спекания при 1300 °С размеры областей когерентного рассеяния практически удваиваются, что хорошо согласуется с ростом коэффициента вариации (рисунок 7б). Увеличение размеров ОКР косвенно свидетельствует о переходе от механизма уплотнения, контролируемого зернограницной диффузией, к механизму, определяемому миграцией границ зерен.

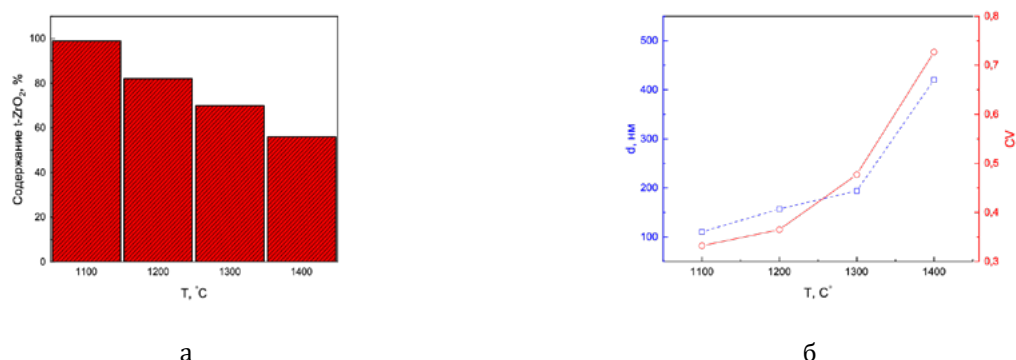


Рисунок 7. Графики зависимости
а) содержания тетрагональной фазы; б) размера ОКР (d) и коэффициента вариации (CV)
от температуры спекания керамических образцов состава $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$,

Для реализации двухстадийного спекания в качестве первой стадии была выбрана температура 1250 °С с выдержкой 10 мин, обеспечивающая интенсивное уплотнение материала при минимальном росте зерен. Вторая стадия проводилась при 1200 °С с выдержкой 40 ч, что позволяло продолжить уплотнение при более низкой скорости роста зерен. СЭМ-анализ образцов после двухстадийного спекания (рисунок 8а) показал формирование микроструктуры со средним размером зерен 159 ± 93 нм при коэффициенте вариации CV=0,585. Доля зерен размером менее 100 нм составила 39 %, что свидетельствует о частичном сохранении наноструктурного состояния. Вместе с тем в отдельных областях наблюдается интенсивное укрупнение зерен (рисунок 8б), указывающее на активацию их роста вследствие миграции границ зерен. Подобная неоднородность может отрицательно влиять как на механические свойства материала, так и на устойчивость к низкотемпературной деградации за счет локальной концентрации напряжений и ускорения фазовых превращений. Таким образом, применение двухстадийного спекания для исследуемой керамики ограничивается активацией движения границ зерен уже на стадии интенсивного уплотнения.

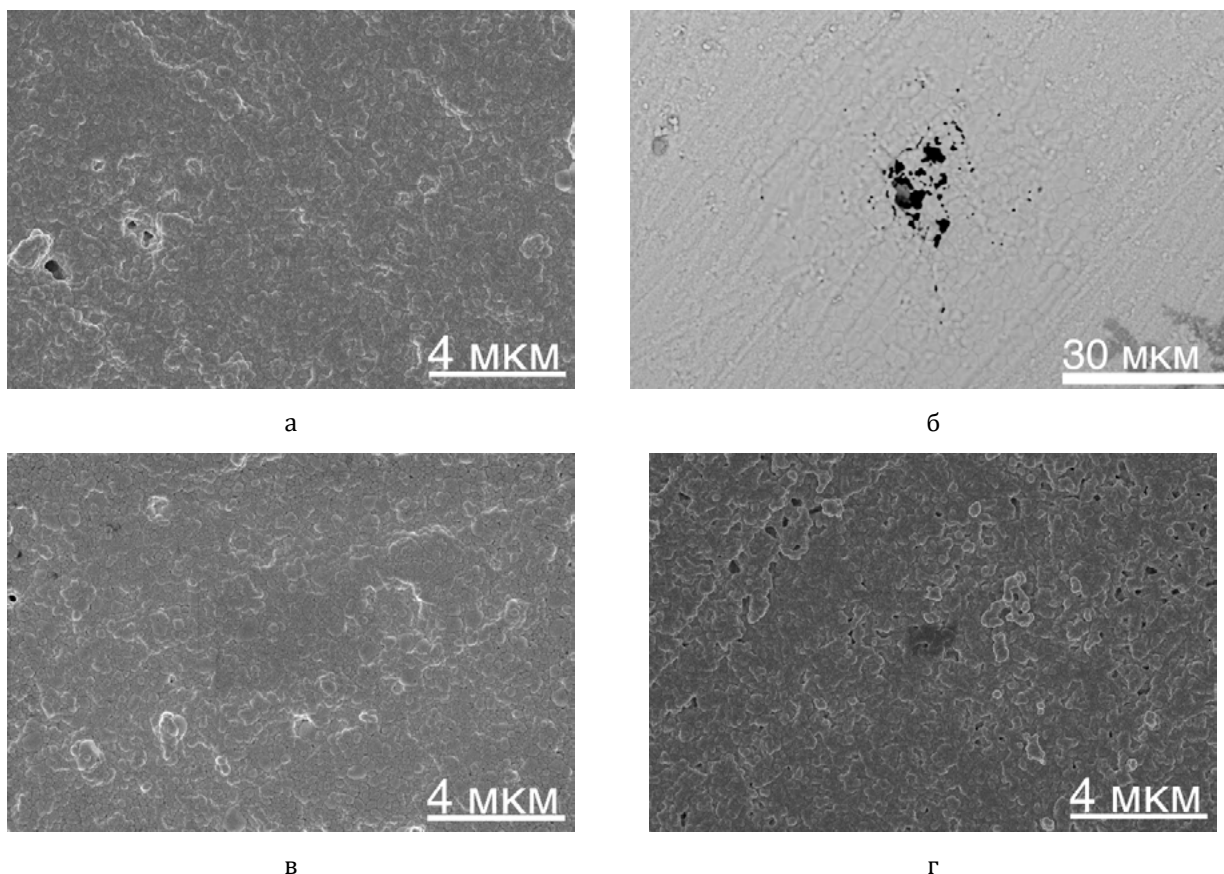


Рисунок 8. СЭМ-микрофотографии поверхности керамических образцов состава

$Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$, спеченных в следующих режимах:

- а) двухстадийное спекание при температуре 1250 °С в течение 10 минут и температуре 1200 °С в течение 40 часов; б) область локального укрупнения зерен при двухстадийном спекании при температуре 1250 °С в течение 10 минут и температуре 1200 °С в течение 40 часов; в) одностадийное спекание при температуре 1200 °С в течение 40 часов; г) одностадийное спекание при температуре 1100 °С в течение 40 часов**

Поскольку снижение температуры первой стадии не обеспечивает необходимой микроструктурной однородности, была исследована возможность длительного одностадийного спекания при пониженной температуре. На рисунках 8в и 8г представлены СЭМ-микрофотографии поверхности образцов, выдержанных в течение 40 ч при 1200 и 1100 °С соответственно. Снижение температуры с 1200 до 1100 °С приводит к уменьшению среднего размера зерен с 158 до 110 нм, а доля наноразмерных зерен возрастает с 3 до 64 %. Вместе с тем поверхностная пористость увеличивается с ~ 2 до ~ 7%. Следует отметить, что приведенные значения характеризуют структуру на поверхности сколов образцов. Измерение объемной плотности спеченной керамики стандартным геометрическим методом или методом Архимеда было затруднено, поскольку в процессе изготовления образцов дисковые пресс-заготовки фрагментировались на несколько частей, а полученные спеченные осколки имели малые размеры и неправильную форму. Тем не менее, качественный и количественный анализ СЭМ-микрофотографий позволяет достоверно оценить локальную пористость матрицы и общую кинетику спекания. Кроме того, при температуре 1100 °С распределение размеров зерен остается более узким, а микроструктура характеризуется меньшей степенью локального укрупнения, что свидетельствует об эффективном подавлении аномального роста зерен.

Наблюдаемые различия обусловлены конкуренцией процессов уплотнения и роста зерен. При 1200 °С более высокая диффузионная подвижность обеспечивает эффективный перенос вещества, ускоряя процессы исчезновения пор и увеличение плотности материала. Однако одновременно возрастает скорость миграции

границ зерен, что приводит к их укрупнению и уменьшению доли наноструктурной составляющей. При 1100 °C зернограницная диффузия остается достаточной для постепенного уплотнения материала, однако ее интенсивность уже недостаточна для полного устранения пор за выбранное время выдержки. Вместе с тем ограниченная подвижность границ зерен существенно замедляет их рост, благодаря чему сохраняется значительная доля наноразмерных зерен и более однородное распределение их размеров. Полученные результаты свидетельствуют, что снижение температуры спекания позволяет эффективно сохранять наноструктуру, однако сопровождается увеличением остаточной пористости. Напротив, повышение температуры способствует достижению более высокой плотности материала, но приводит к ускоренному росту зерен и частичной утрате наноструктурного состояния. Следовательно, выбор температуры спекания должен основываться на поиске компромисса между максимальным уплотнением материала и сохранением наноструктуры, определяющей эксплуатационные свойства керамики.

Заключение

В ходе выполнения данной работы было установлено, что получение пресс-заготовки с пониженной пористостью по сравнению с другими исследованными вариантами (~ 48%), а также низкой дефектностью поверхности из наночастиц $Zr_{0,85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0,15}O_2$ возможно только при совместном использовании мягкого помола со скоростью 500 об/мин. и введения 5 мас.% органической связки в виде ПВС. Применение двухстадийного спекания для данного типа материала ограничено высокой диффузионной активностью вследствие чего уже на стадии интенсивного уплотнения активируется миграция границ зерен, приводящая к локальному укрупнению зерен и формированию областей с повышенной концентрацией пор.

В то же время применение одностадийного низкотемпературного спекания с долгой выдержкой позволяет подавить аномальный рост зерен и сформировать плотную матрицу с минимальной поверхностной пористостью (~ 7 % и ~ 2 % при температурах 1100 и 1200 °C соответственно) при сохранении значительной доли наноструктурированных зерен. Полученные результаты свидетельствуют о том, что управление соотношением процессов зернограницной диффузии и миграции границ зерен является ключевым фактором формирования плотной наноструктурной керамики на основе мультидопированного оксида циркония. Предложенный подход позволяет существенно ограничить рост зерен без критического снижения степени уплотнения материала и может быть использован при разработке технологий получения высокопрочной и фазово-стабильной циркониевой керамики.

Благодарности

Исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (No. AP26103789).

Вклад авторов

Ю.А. Гаранин – Написание первоначального варианта статьи, проведение экспериментов, обработка результатов, анализ данных, подготовка публикации, концептуализация.

Д.И. Шлимас – Концептуализация, валидация результатов, обработка данных, рецензирование и редактирование статьи.

М.Е. Калиекперов – Проведение экспериментов, визуализация, методология, рецензирование и редактирование статьи.

Б.А. Барабан – Проведение экспериментов, формальный анализ, визуализация, обработка данных.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них отсутствует какой-либо конфликт интересов, связанный с публикацией данной статьи.

Список литературы

1. Г. Байрбаева, *Исследование ионной проводимости с-ZrO₂, стабилизированного CaO и Y₂O₃ методом ТФП*, Вестник Евразийского национального университета имени Л.Н. Гумилева. Серия Физика. Астрономия 155, с. 118–133 (2026). <https://doi.org/10.32523/2616-6836-2026-155-2-118-133>.
2. K. Kobayashi, H. Kuwajima, T. Masaki, *Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing*, Solid State Ion 3–4, p. 489–493 (1981). [https://doi.org/10.1016/0167-2738\(81\)90138-7](https://doi.org/10.1016/0167-2738(81)90138-7).
3. V. V Popov, A.A. Yastrebtsev, I.S. Smirnov, I.S. Monakhov, E.G. Novoselova, N.A. Tsarenko, A.L. Udovskii, *Stabilization of the fluorite phase in the ZrO₂-Y₂O₃ system*, Russian Metallurgy (Metally) 2016, p. 869–874 (2016). <https://doi.org/10.1134/S0036029516090111>.
4. J. Chevalier, L. Gremillard, A. V Virkar, D.R. Clarke, *The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends*, Journal of the American Ceramic Society 92, p. 1901–1920 (2009). <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x>.
5. E. V Stefanovich, A.L. Shluger, C.R.A. Catlow, *Theoretical study of the stabilization of cubic-phase ZrO₂ by impurities*, Phys. Rev. B 49, p. 11560–11571 (1994). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.49.11560>.
6. S. Fujii, K. Shimazaki, A. Kuwabara, *Empirical interatomic potentials for ZrO₂ and YSZ polymorphs: Application to a tetragonal ZrO₂ grain boundary*, Acta Mater. 262, p. 119460 (2024). <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2023.119460>.
7. K. Matsui, K. Nakamura, M. Saito, A. Kuwabara, H. Yoshida, Y. Ikuhara, *Low-temperature degradation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal: Effect of Y³⁺ distribution in grain interiors*, Acta Mater. 227, p. 117659 (2022). <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2022.117659>.
8. F. Du, B. Duan, D. Wang, Z. Wu, X. Liu, *Preparation, microstructure and mechanical properties of a Ce-PSZ reinforced molybdenum alloy*, Int. J. Refract. Metals Hard Mater. 131, p. 107204 (2025). <https://doi.org/10.1016/J.IJRMHM.2025.107204>.
9. L. Qu, K.-L. Choy, R. Wheatley, *Enhanced doping effects of multielement on anisotropic thermal expansion in ZrO₂ with new compositions*, Journal of the American Ceramic Society 103, p. 5881–5890 (2020). <https://doi.org/10.1111/jace.17223>.
10. J. Lang, K. Ren, Y. Wang, *Probing the long-term thermal stability mechanism of multi-rare-earth oxide-doped zirconia for solid oxide fuel cell electrolyte*, J. Eur. Ceram. Soc. 44, p. 116681 (2024). <https://doi.org/10.1016/J.JEURCERAMSOC.2024.116681>.
11. Y.A. Garanin, R.I. Shakirzyanov, D.I. Shlimas, M.A. Saidullayeva, D.B. Borgekov, M.E. Kaliyekperov, *Synthesis of Multidoped Zirconia by Hydrothermal Method with Sequential Annealing*, Crystals (Basel) 15, (2025). <https://doi.org/10.3390/cryst15100904>.
12. R. Tu, X. Chen, Y. Zheng, C. Song, X. Guo, M. Yang, G. Luo, S. Zhang, T. Goto, *Effect of gadolinia-stabilized zirconia nanoparticles manufactured from Mist CVD on the mechanical properties of ceramics sintered by SPS*, Materialia (Oxf) 37, p. 102216 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2024.102216>.
13. L. Liu, S. Wang, B. Zhang, G. Jiang, J. Yang, Y. Li, W. Liu, J. Wang, W. Kong, *Effect of sintering time on the microstructure and stability of Al₂O₃-ZrO₂ composite powders under microwave-assisted sintering*, Ceramics International 49, p. 8993–8999 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.028>.
14. Q. Jing, J. Xing, S. Cui, C. Cai, J. Bao, Y. Lyu, D. Xu, *Preparation of near fully dense (La_{0.15})_x(Er_{0.15})_x(Y_{0.15})_{0.03-0.5x}(ZrO₂)_{0.97-x} ceramics with restricted grain growth and high surface residual stress by hot pressing sintering at 950 °C*, Ceramics International 50, p. 5796–5805 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.11.385>.
15. I.-W. Chen, X.-H. Wang, *Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth*, Nature 404, p. 168–171 (2000). <https://doi.org/10.1038/35004548>.
16. S. Ubenthiran, S. Ramesh, M. Thanihaichelvan, *Two-Step Sintering of Ceramics, Sintering of Functional Materials*, IntechOpen, (2017). <https://doi.org/10.5772/68083>.
17. K. Maca, V. Pouchly, P. Zalud, *Two-Step Sintering of oxide ceramics with various crystal structures*, J. Eur. Ceram. Soc. 30, p. 583–589 (2010). <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.06.008>.
18. N.J. Lóh, L. Simão, C.A. Faller, A. De Noni, O.R.K. Montedo, *A review of two-step sintering for ceramics*, Ceram. Int. 42, p. 12556–12572 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.05.065>.

19. R.E. Smallman, R.J. Bishop, *Chapter 10 - Ceramics and glasses, in: Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering (Sixth Edition)*, Sixth Edition, Butterworth-Heinemann, Oxford, p. 320–350 (1999). <https://doi.org/10.1016/B978-075064564-5/50010-0>.

Ю.А. Гаранин^{*1,2}, Д.И. Шлимас^{1,2}, М.Е. Калиекперов^{1,2}, Б.А. Барабан^{1,2}

¹Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

²Ядролық физика институтының Астана филиалы, Астана, Қазақстан

(E-mail: *garanin_yua_1@enu.kz, shlimas_di_2@enu.kz, kaliekperov_mye_2@enu.kz, barabanbogdan1@gmail.com)

Наноөлшемді түйіршіктердің үлесі жоғары $Zr_{0.85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0.15}O_2$ нанобөлшектеріне негізделген жоғары тығыздықтағы керамика алу технологиясын әзірлеу

Аңдатпа. Осы жұмыста $Zr_{0.85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0.15}O_2$ нанобөлшектері негізінде жоғары тығыздықты керамика алу технологиясы әзірленді. Бұл технология жентектеу кезінде түйіршіктердің қарқынды өсуін шектеуге және ұсақ түйіршікті құрылым қалыптастыруға бағытталған. Жентектеудің температуралық-уақыттық режимдерінің керамиканың тығыздалуына, фазалық құрамына және микроқұрылымының қалыптасуына әсері зерттелді. 1500 °C температурада стандартты жентектеу түйіршіктердің орташа мөлшерінің 1,0–1,2 мкм-ге дейін ұлғаюымен және мөлшері 5–10 мкм болатын жекелеген аномальды ірі түйіршіктердің пайда болуымен қатар жүретіні анықталды. Мұндай өзгерістер қайта кристалдану үдерістерінің қарқынды жүруін және материалдың бастапқы наноқұрылымының едәуір жоғалуын көрсетеді. Сонымен қатар 1100–1200 °C температурада ұзақ мерзімді төмен температуралы жентектеуді қолдану негізінен түйіршік шекаралары бойымен жүретін диффузия есебінен тығыздалуды қамтамасыз етіп, олардың өсуін шектеуге мүмкіндік береді. Нәтижесінде сканерлеуші электрондық микроскопия деректері бойынша беттік кеуектілігі шамамен 2–7 % болатын біртекті жоғары тығыздықты керамика қалыптасады, ал наноөлшемді түйіршіктердің үлесі 64 %-ға дейін жетеді. Алынған нәтижелер жентектеу ұзақтығын сәйкесінше арттыра отырып, температураны төмендету көпкомпонентті тұрақтандырылған цирконий диоксиді керамикасының микроқұрылымын басқарудың тиімді тәсілі екенін көрсетеді. Әзірленген режим жоғары тығыздалу дәрежесін материалдың наноқұрылымын ішінара сақтаумен үйлестіруге мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: көп легирленген ZrO_2 , екі сатылы күйдіру, XRD, керамика, түйіршік шекаралары бойымен диффузия

Yu.A. Garanin^{*1,2}, D.I. Shimas^{1,2}, M.E. Kaliyekperov^{1,2}, B.A. Baraban^{1,2}

¹L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

²Astana branch of the Institute of Nuclear Physics, Astana, Kazakhstan

(E-mail: *garanin_yua_1@enu.kz, shlimas_di_2@enu.kz, kaliekperov_mye_2@enu.kz, barabanbogdan1@gmail.com)

Development of technology for producing high-density ceramics based on $Zr_{0.85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0.15}O_2$ nanoparticles with a high proportion of nanosized grains

Abstract. In this work, a processing route was developed for producing high-density ceramics based on $Zr_{0.85}(Y, Ce, Ca, Mg)_{0.15}O_2$ nanoparticles. The proposed approach is aimed at suppressing intensive grain growth and forming a fine-grained microstructure during sintering. The effects of the sintering temperature and holding time on densification, phase composition, and microstructure evolution were investigated. It was established that conventional sintering at 1500 °C increases the average grain size to 1.0–1.2 μm and results in the formation of individual abnormally large grains measuring 5–10 μm. These changes indicate intensive recrystallization and a

substantial loss of the initial nanostructure of the material. In contrast, prolonged low-temperature sintering at 1100–1200 °C promotes densification predominantly through grain-boundary diffusion while simultaneously limiting grain growth. As a result, a homogeneous, high-density ceramic material is formed with a low surface porosity of approximately 2–7%, according to scanning electron microscopy, and a high fraction of nanosized grains reaching 64%. The results demonstrate that decreasing the sintering temperature while correspondingly increasing the holding time is an effective approach for controlling the microstructure of multicomponent-stabilized zirconia ceramics. The developed sintering regime combines a high degree of densification with the partial preservation of the material's nanostructure.

Keywords: multi-doped ZrO_2 , two-step sintering, XRD, ceramics, grain-boundary diffusion

References

1. G. Bairbayeva, *Issledovanie ionnoj provodimosti c-ZrO₂, stabilizirovannogo CaO i Y₂O₃ metodom TFP [Investigation of the ionic conductivity of CaO- and Y₂O₃-stabilized c-ZrO₂ using DFT]*, Bulletin of the L.N. Gumilyov Eurasian national university. Physics. Astronomy series 155, p. 118–133 (2026). <https://doi.org/10.32523/2616-6836-2026-155-2-118-133>.
2. K. Kobayashi, H. Kuwajima, T. Masaki, *Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing*, Solid State Ion 3–4, p. 489–493 (1981). [https://doi.org/10.1016/0167-2738\(81\)90138-7](https://doi.org/10.1016/0167-2738(81)90138-7).
3. V. V. Popov, A.A. Yastrebtsev, I.S. Smirnov, I.S. Monakhov, E.G. Novoselova, N.A. Tsarenko, A.L. Udovskii, *Stabilization of the fluorite phase in the ZrO₂-Y₂O₃ system*, Russian Metallurgy (Metally) 2016, p. 869–874 (2016). <https://doi.org/10.1134/S0036029516090111>.
4. J. Chevalier, L. Gremillard, A. V. Virkar, D.R. Clarke, *The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends*, Journal of the American Ceramic Society 92, p.1901–1920 (2009). <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x>.
5. E. V. Stefanovich, A.L. Shluger, C.R.A. Catlow, *Theoretical study of the stabilization of cubic-phase ZrO₂ by impurities*, Phys. Rev. B 49, p. 11560–11571 (1994). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.49.11560>.
6. S. Fujii, K. Shimazaki, A. Kuwabara, *Empirical interatomic potentials for ZrO₂ and YSZ polymorphs: Application to a tetragonal ZrO₂ grain boundary*, Acta Mater. 262, p. 119460 (2024). <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2023.119460>.
7. K. Matsui, K. Nakamura, M. Saito, A. Kuwabara, H. Yoshida, Y. Ikuhara, *Low-temperature degradation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal: Effect of Y³⁺ distribution in grain interiors*, Acta Mater. 227, p. 117659 (2022). <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2022.117659>.
8. F. Du, B. Duan, D. Wang, Z. Wu, X. Liu, *Preparation, microstructure and mechanical properties of a Ce-PSZ reinforced molybdenum alloy*, Int. J. Refract. Metals Hard Mater. 131, p. 107204 (2025). <https://doi.org/10.1016/J.IJRMHM.2025.107204>.
9. L. Qu, K.-L. Choy, R. Wheatley, *Enhanced doping effects of multielement on anisotropic thermal expansion in ZrO₂ with new compositions*, Journal of the American Ceramic Society 103, p. 5881–5890 (2020). <https://doi.org/10.1111/jace.17223>.
10. J. Lang, K. Ren, Y. Wang, *Probing the long-term thermal stability mechanism of multi-rare-earth oxide-doped zirconia for solid oxide fuel cell electrolyte*, J. Eur. Ceram. Soc. 44, p. 116681 (2024). <https://doi.org/10.1016/J.JEURCERAMSOC.2024.116681>.
11. Y.A. Garanin, R.I. Shakirzyanov, D.I. Shlimas, M.A. Saidullayeva, D.B. Borgekov, M.E. Kaliyekperov, *Synthesis of Multidoped Zirconia by Hydrothermal Method with Sequential Annealing*, Crystals (Basel) 15, (2025). <https://doi.org/10.3390/cryst151100904>.
12. R. Tu, X. Chen, Y. Zheng, C. Song, X. Guo, M. Yang, G. Luo, S. Zhang, T. Goto, *Effect of gadolinia-stabilized zirconia nanoparticles manufactured from Mist CVD on the mechanical properties of ceramics sintered by SPS*, Materials (Oxf) 37, p. 102216 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.mtl.2024.102216>.
13. L. Liu, S. Wang, B. Zhang, G. Jiang, J. Yang, Y. Li, W. Liu, J. Wang, W. Kong, *Effect of sintering time on the microstructure and stability of Al₂O₃-ZrO₂ composite powders under microwave-assisted sintering*, Ceramics International 49, p. 8993–8999 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.028>.

14. Q. Jing, J. Xing, S. Cui, C. Cai, J. Bao, Y. Lyu, D. Xu, *Preparation of near fully dense (La0.1.5)x(Er0.1.5)x(Y0.1.5)0.03-0.5x(ZrO2)0.97-x ceramics with restricted grain growth and high surface residual stress by hot pressing sintering at 950 °C*, Ceramics International 50, p. 5796–5805 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.11.385>.
15. I.-W. Chen, X.-H. Wang, *Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth*, Nature 404, p. 168–171 (2000). <https://doi.org/10.1038/35004548>.
16. S. Ubenthiran, S. Ramesh, M. Thanihaichelvan, *Two-Step Sintering of Ceramics, Sintering of Functional Materials*, IntechOpen, (2017). <https://doi.org/10.5772/68083>.
17. K. Maca, V. Pouchly, P. Zalud, *Two-Step Sintering of oxide ceramics with various crystal structures*, J. Eur. Ceram. Soc. 30, p. 583–589 (2010). <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.06.008>.
18. N.J. Lóh, L. Simão, C.A. Faller, A. De Noni, O.R.K. Montedo, *A review of two-step sintering for ceramics*, Ceram. Int. 42, p. 12556–12572 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.05.065>.
19. R.E. Smallman, R.J. Bishop, *Chapter 10 - Ceramics and glasses, in: Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering (Sixth Edition)*, Sixth Edition, Butterworth-Heinemann, Oxford, p. 320–350 (1999). <https://doi.org/10.1016/B978-075064564-5/50010-0>.

Сведения об авторах:

Гаранин Ю.А. – автор для корреспонденции, PhD, инженер Астанинского филиала Института ядерной физики, проспект Абылайхана, 2/1, 010000, Астана, Казахстан.

Шлимас Д.И. - PhD, руководитель проекта, ассоциированный профессор кафедры ядерной физики, новых материалов и технологий ЕНУ имени Л.Н. Гумилева, ул. Сатпаева, 2, 010000, Астана, Казахстан.

Калиекперов М.Е. - PhD, старший научный сотрудник Астанинского филиала Института ядерной физики, проспект Абылайхана, 2/1, 010000, Астана, Казахстан.

Барабан Б.А. – студент бакалавриата кафедры ядерной физики, новых материалов и технологий ЕНУ имени Л.Н. Гумилева, ул. Сатпаева, 2, 010000, Астана, Казахстан.

Гаранин Ю.А. – хат-хабар авторы, PhD, Ядролық физика институты Астана филиалының инженері, Абылай хан даңғылы, 2/1, 010000, Астана, Қазақстан.

Шлимас Д.И. - PhD, жоба жетекшісі, Л.Н. Гумилев атындағы ЕҰУ Ядролық физика, жаңа материалдар және технологиялар кафедрасының қауымдастырылған профессоры, Сәтбаев көшесі, 2, 010000, Астана, Қазақстан.

Калиекперов М.Е. - PhD, Ядролық физика институты Астана филиалының аға ғылыми қызметкері, Абылай хан даңғылы, 2/1, 010000, Астана, Қазақстан.

Барабан Б.А. – Л.Н. Гумилев атындағы ЕҰУ Ядролық физика, жаңа материалдар және технологиялар кафедрасының бакалавриат студенті, Сәтбаев көшесі, 2, 010000, Астана, Қазақстан.

Garanin Yu.A. – the corresponding Author, PhD, Engineer at the Astana Branch of the Institute of Nuclear Physics, 2/1 Abylai Khan Avenue, 010000, Astana, Kazakhstan.

Shlimas D.I. – PhD, Project Leader, Associate Professor, Department of Nuclear Physics, New Materials and Technologies, L.N. Gumilyov Eurasian National University, 2 Satpayev Street, 010000, Astana, Kazakhstan.

Kaliyekperov M.E. – PhD, Senior Researcher, Astana Branch of the Institute of Nuclear Physics, 2/1 Abylai Khan Avenue, 010000, Astana, Kazakhstan.

Baraban B.A. – undergraduate student at the Department of Nuclear Physics, New Materials and Technologies, L.N. Gumilyov Eurasian National University, 2 Satpayev Street, 010000, Astana, Kazakhstan.



Copyright: © 2026 by the authors. Submitted for possible open access publication under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY NC) license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>).