

## ТЕХНОЛОГИЯ РЕДКИХ, РАССЕЯННЫХ И РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ/TECHNOLOGY OF RARE, SCATTERED AND RADIOACTIVE ELEMENTS

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4>

### ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ НА ПРОЦЕСС ФОРМОВАНИЯ СЛИТКОВ ДЛЯ ВАКУУМНО-ЛУЧЕВОГО ИСПАРЕНИЯ

Научная статья

Домашенков М.А.<sup>1,\*</sup>, Машковцев М.А.<sup>2</sup>, Рычков В.Н.<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ORCID : 0009-0003-8882-9373;

<sup>2</sup> ORCID : 0000-0002-4914-262X;

<sup>3</sup> ORCID : 0009-0009-4776-5506;

<sup>1,3</sup> Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, Екатеринбург, Российская Федерация

<sup>2</sup> Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург, Российская Федерация

\* Корреспондирующий автор (maks84155[at]gmail.com)

#### Аннотация

Исследовано влияние гранулометрического состава порошков диоксида циркония, стабилизированных иттрием и синтезированных с помощью метода, контролируемого двухструйного осаждения, на процесс формования слитков для вакуумно-лучевого испарения. Для достижения необходимых характеристик слитков, а именно плотности от 3,6 до 4 г/см<sup>3</sup>, однородной пористости 30об.% с отсутствием внешних дефектов поверхности, требуется использовать два типа порошка: мелкодисперсный со средним диаметром частиц до 20 мкм и удельной поверхностью от 60 м<sup>2</sup>/г и крупнодисперсный со средним диаметром частиц от 30 до 50 мкм с удельной поверхностью от 25 до 30 м<sup>2</sup>/г. Порошки, синтезированные с помощью метода контролируемого двухструйного осаждения, как показано в работе, в дальнейшем могут быть использованы для разработки технологии производства слитков из стабилизированного диоксида циркония.

**Ключевые слова:** Вакуумно-лучевое испарение, диоксид циркония, слиток, гранулометрический состав, холодное одностороннее прессование.

### IN STUDY OF THE EFFECT OF THE GRANULOMETRIC COMPOSITION OF STABILIZED ZIRCONIUM DIOXIDE POWDERS ON THE PROCESS OF INGOT FORMING FOR VACUUM-BEAM EVAPORATION

Research article

Domashenkov M.A.<sup>1,\*</sup>, Mashkovtsev M.A.<sup>2</sup>, Rychkov V.N.<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ORCID : 0009-0003-8882-9373;

<sup>2</sup> ORCID : 0000-0002-4914-262X;

<sup>3</sup> ORCID : 0009-0009-4776-5506;

<sup>1,3</sup> Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin, Ekaterinburg, Russian Federation

<sup>2</sup> Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, Russian Federation

\* Corresponding author (maks84155[at]gmail.com)

#### Abstract

The influence of the particle size distribution of yttrium-stabilised zirconium dioxide powders synthesised by controlled double-jet deposition on the process of ingot forming for vacuum-beam evaporation has been studied. To achieve the necessary characteristics of ingots, namely density from 3.6 to 4 g/cm<sup>3</sup>, homogeneous porosity of 30 vol.% with absence of external surface defects it is necessary to use two types of powder, fine powder with average particle diameter up to 20 microns and specific surface area from 60 m<sup>2</sup>/g and coarse powder with average particle diameter from 30 to 50 microns and specific surface area from 25 to 30 m<sup>2</sup>/g. The powders synthesised using the method of controlled double-jet deposition as shown in the work can be used in the future for the development of technology for the production of ingots from stabilised zirconium dioxide.

**Keywords:** Vacuum electron beam evaporation, zirconium dioxide, ingot, particle size distribution, cold uniaxial pressing.

#### Введение

Керамические материалы на основе диоксида циркония применяют во многих сферах техники, промышленности и медицины [1], [2], [3], благодаря уникальному сочетанию свойств. Диоксид циркония (чистый и легированный), использующийся в качестве миниатюрных устройств для микроэлектроники, пьезоэлектрического материала для компонентов исполнительных механизмов, является наиболее распространенным электролитным материалом для твердооксидных топливных элементов [4], [5], [6] из-за его высокой ионной проводимости и электронного сопротивления в широком диапазоне парциальных давлений кислорода. Благодаря своей высокой прочности, вязкости разрушения, твердости и стойкости к тепловому удару цирконий, стабилизированный иттрием (далее YSZ), используют в качестве футеровки деталей двигателей внутреннего сгорания. Низкая теплопроводность вместе с

относительно высоким коэффициентом теплового расширения позволяет использовать высокотемпературные модификации YSZ в теплозащитных покрытиях (далее ТБП) [7], [8], [9].

Значительная доля потребляемой в Российской Федерации продукции на основе диоксида циркония приходится на порошки для плазменного напыления [10], [11], [12], используемые предприятиями авиакосмической промышленности для формирования ТБП на деталях газотурбинных двигателей. Покрытия предотвращают газовую коррозию, термические напряжения, а также обеспечивают значительный температурный градиент на участках [13], подвергающихся воздействию высоких температур. Структура ТБП включает три слоя, представленные на рис. 1.

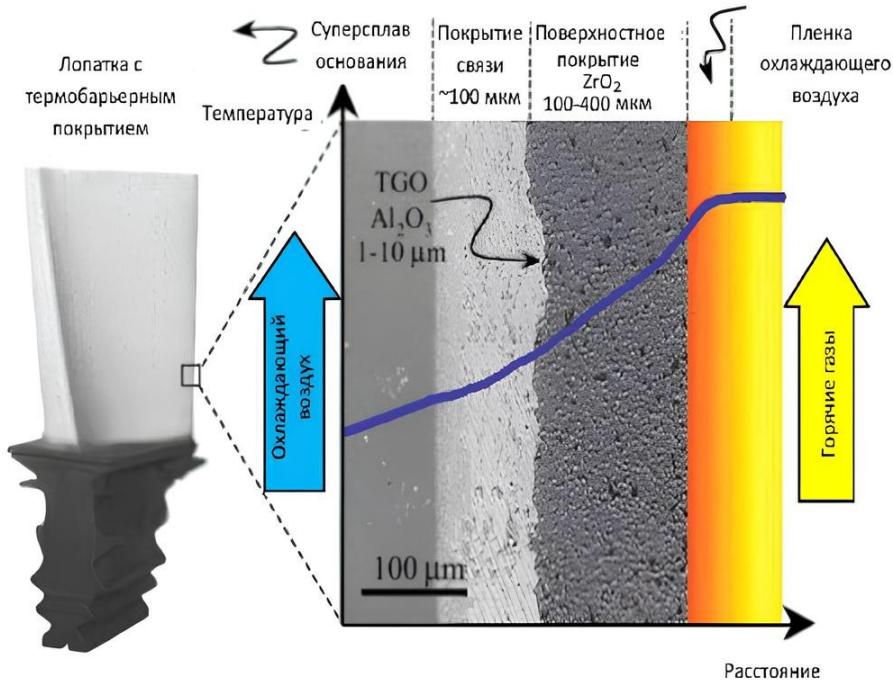


Рисунок 1 - Схема покрытия на лопатке газотурбинного двигателя  
DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.1>

Примечание: источник – [12]

За последние десятилетия было разработано и усовершенствовано большое количество способов формирования ТБП [14]. Среди наиболее широко используемых и перспективных способов формирования ТБП можно выделить следующие:

- химическое осаждение из паровой фазы;
- химические (газофазные) методы формирования покрытий, которые основаны на химических реакциях, происходящих в газовой фазе или на подложке и формирующих на поверхности подложки требуемое покрытие. Атмосферное плазменное напыление;
- формирование покрытия из мелких расплавленных частиц, которые переносятся на поверхность при распылении плазмой проволоки, стержней или порошка.

Для формирования ТБП одним из популярных способов напыления является вакуумно-лучевое испарение (далее ВЛИ) [15]. Суть метода ВЛИ заключается в нагреве верхней поверхности слитка из YSZ пучком высокоэнергетичных электронов до температуры испарения и последующей конденсации циркония на подложке в виде покрытия со столбчатой структурой [16]. Отличная фокусировка электронного луча в этих устройствах для испарения позволяет создать большую концентрацию энергии и достичь высокой температуры. Это дает возможность испарять даже самые тугоплавкие материалы с большой скоростью [17], [18].

ТБП, полученные с помощью метода ВЛИ [19], обладают лучшей адгезионной прочностью, низкой скоростью коррозии и эрозии по сравнению с ТБП, полученными методом атмосферно-плазменного напыления (далее АПН) табл. 1. На рис. 1 представлены СЭМ изображения покрытия, нанесенного с помощью метода атмосферно-плазменного напыления (А) и с помощью метода ВЛИ (Б). Сами слитки должны обладать следующими характеристиками: иметь однородную пористость 30об.% с отсутствием механических примесей и внешних дефектов, не должны разрушаться при напылении покрытий, иметь плотность в интервале от 3,6 до 4 г/см<sup>3</sup>. В табл. 2 представлены требуемые характеристики к слиткам от компании SaintGabain.

Таблица 1 - Характеристики покрытий, нанесенных с помощью метода ВЛИ и АПН

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.2>

Свойства покрытий	ВЛИ	АПН
Шероховатость, мкм	1,5	10,0
Адгезионная прочность, МПа	400	20
Модуль упругости, ГПа	90	200
Относительная скорость эрозии	1	7
Теплопроводность, Вт/(м·К)	1,5–1,9	0,8–1,1

Как видно из табл. 1, покрытия, нанесенные с помощью ВЛИ, по сравнению с покрытиями, нанесенными с помощью метода АПН, обладают меньшей шероховатостью, более высокой адгезионной прочностью, низкой скоростью эрозии.

Таблица 2 - Основные требования к слиткам в зависимости от типа установки

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.3>

Наименование показателя	Тип установки ВЛИ	
	SL ALD	УЭ -175
Высота слитков, мм	50–250	100–200
Диаметр слитков, мм	68–70	62,7–63,5
Плотность слитков, г/см <sup>3</sup>	3,6–4	3,6–4
Пористость, %	30–40	30–40
Массовая доля $Y_2O_3$ , %	7±1	7±1
Массовая доля $HfO_2$ , не более, %	2	2
Массовая доля $Al_2O_3$ , не более, %	0,05	0,08
Массовая доля $Fe_2O_3$ , не более, %	0,05	0,08
Массовая доля $SiO_2$ , не более, %	0,05	0,05
Массовая доля $TiO_2$ , не более, %	0,02	0,02

В зависимости от типа установки, требуются слитки, различные по своим геометрическим характеристикам и по химическому составу. Сами покрытия, напыляемые с помощью метода ВЛИ, имеют столбчатую структуру по сравнению с покрытиями, нанесенными с помощью метода АПН, которые имеют слоистую структуру, рис. 2.

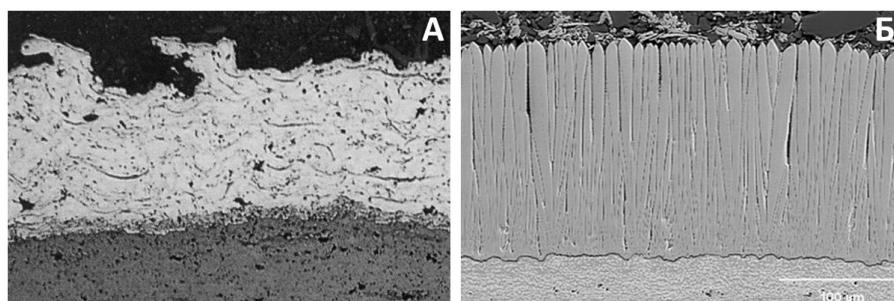


Рисунок 2 - СЭМ изображения покрытий А — нанесенного помощью метода АПН, Б — с помощью метода ВЛИ

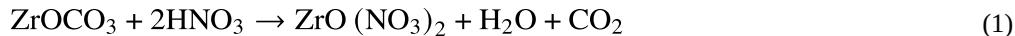
DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.4>

Примечание: источник – [21]

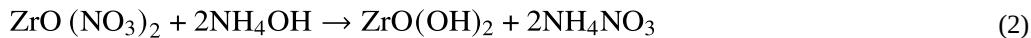
В настоящей работе рассмотрено влияние гранулометрического состава порошков YSZ, синтезированных с помощью метода, контролируемого двухструйного осаждения (далее КДО), на процесс формования слитков для ВЛИ.

#### Методы и принципы исследования

Для синтеза порошка YSZ готовили раствор оксинитрата циркония путем растворения оксикарбоната циркония в концентрированной азотной кислоте в химическом реакторе с рубашкой при температуре 30°C согласно реакции (1):



Концентрацию диоксида циркония в приготовленном растворе определяли гравиметрическим методом. В качестве реагента-осадителя использовали водный раствор аммиака с концентрацией 8 моль/дм<sup>3</sup>. Осаждение гидратированного диоксида циркония проводили в химическом реакторе смешения при комнатной температуре. Подача водного раствора аммиака и раствора оксинитрата циркония производилась с помощью перистальтических насосов, постоянное значение pH, равное 6, реакционной среды поддерживали путем регулирования скорости подачи водного раствора аммиака. Осаждение проводили по схеме (2):



Синтезированные осадки гидратированного диоксида циркония фильтровали, сушили при температуре 120°C в течение суток в атмосфере воздуха и обжигали при температуре 800°C, выдержка при данной температуре составляла четыре часа.

Для синтеза мелкодисперсных порошков диоксида циркония с добавлением ионов SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> (далее мелкодисперсный сульфатный порошок) первоначально провели этап полимеризации раствора. Для этого раствор оксинитрата циркония разбавляли до концентрации 150 г/дм<sup>3</sup> и нагревали при постоянном перемешивании до температуры 90°C с последующей выдержкой при данной температуре в течение одного часа. После охлаждения раствора до комнатной температуры, при помощи перистальтического насоса, к полимеризованному раствору оксинитрата циркония добавляли нитрат иттрия до достижения массовой доли 7% в пересчете на оксид, далее, при постоянном перемешивании, добавляли раствор серной кислоты до достижения мольного соотношения Zr<sup>4+</sup> = 1/0,5 и образования осадка основного сульфата циркония белого цвета.

Далее проводили осаждение в химическом реакторе смешения при комнатной температуре. Подача водного раствора аммиака и суспензии основного сульфата циркония производилась с помощью перистальтических насосов, постоянное значение pH реакционной среды, равное 6, поддерживали путем регулирования скорости подачи водного раствора аммиака. Синтезированные осадки гидратированного диоксида циркония фильтровали, после этапа фильтрации проводили гидротермальную обработку (ГТО). Осадок помещался в реакционную зону с раствором 1-2 мас.% аммиака, суспензию нагревали до 95°C и выдерживали два часа при данной температуре, далее фильтровали, после этапа фильтрации порошок сушили при температуре 120°C в течение суток в атмосфере воздуха и обжигали при температуре 850°C, выдержка при данной температуре составляла четыре часа. После чего проводили процесс ГТО, далее осадок сушили и обжигали.

Синтез крупнодисперсных порошков YSZ проводили при значении pH, равном 5. Для синтеза порошка диоксида циркония готовили раствор оксинитрата циркония по способу, представленному выше, без этапа полимеризации. Концентрация раствора оксинитрата циркония равнялась 300 г/дм<sup>3</sup>. Осаждение гидратированного диоксида циркония проводили при pH, равном 5. Раствор нитратов циркония и иттрия дозировали в реактор с использованием перистальтического насоса со скоростью 5 мл/мин. Раствор осадителя вводили перистальтическим насосом. Процесс осаждения проводили в течение 200 мин, после чего проводили доосаждение Y путем повышения pH до 8. Температуру сушки составляла 120°C. Температуру обжига варьировали в интервале от 800 до 1000°C с шагом 100°C. Гранулометрические характеристики порошков представлены в табл. 4. Общие характеристики всех порошков, а также всех смесей представлены в табл. 5.

Исследование гранулометрического состава образцов проводили на приборе Analysette 22 NanoTec plus (Fritsch) в воде с диспергированием пробы ультразвуком при использовании схемы прямого пропускания излучения инфракрасного и зеленого лазера в диапазоне измерения размера частиц от 0,08 до 2000 мкм.

Исследование морфологии порошков проводили методом сканирующей электронной микроскопии с использованием микроскопа четвертого поколения TESCAN VEGA COMPACT с приставкой для энергодисперсионного анализа Oxford Instrument INCA Energy и термоэмиссионным вольфрамовым катодом при ускоряющем напряжении электронного пучка 10 кэВ в отраженных электронах и вторичных электронах.

Рентгенограммы образцов получали при помощи дифрактометра X'Pert Pro MPD (PANalytical B.V.) с твердотельным пиксельным детектором в CuKa-излучении с использованием β-фильтра. Фазовый состав и параметры решетки определяли полнопрофильным анализом Ритвельда с использованием программного обеспечения X'Pert High Score Plus. ОКР (области когерентного рассеяния) определялись методом Шеррера по наиболее интенсивным отражениям при малых углах рассеяния (фактор формы K = 0,9) [22].

Параметры удельной поверхности и пористости образцов порошка YSZ измеряли методом низкотемпературной адсорбции/десорбции азота с помощью прибора Quantachrome NOVA 1200E в диапазоне относительных давлений 0,1-0,99. Обработка изотерм для определения удельной поверхности и распределения пор по размерам выполнялась методами BJH и BET.

Химический состав образцов порошка стабилизированного диоксида циркония определяли методом рентгенофлуоресцентного анализа на рентгенофлуоресцентном спектрометре Orbis EDAX с использованием в качестве источника рентгеновского излучения родиевого анода.

Влагоемкость порошков определяли согласно ГОСТу [23]. Насыпную плотность измеряли согласно ГОСТу [24]. Сыпучесть измеряли согласно ГОСТу [25].

Плотность образцов после обжига измеряли пикнометрическим методом. Для измерения плотности образы и пикнометр сушили при температуре 100°C до полного удаления влаги. Далее взвешивали пустой пикнометр, пикнометр с дистиллированной водой и пикнометр с водой и образцом с известной массой навески. Плотность образцов рассчитывали по формуле 3.

$$\rho = \frac{m_1 \cdot \rho_{H_2O}}{m_1 + m_2 - m_3} \quad (3)$$

Где:  $m_1$  – масса образца,  $m_2$  – масса пикнометра с водой,  $m_3$  – масса пикнометра с водой и образцом,  $\rho_{H_2O}$  – плотность воды.

Размер слитков до и после спекания измеряли штангенциркулем с точность до  $\pm 0,1$  мм. Далее измеряли массу слитка до и после спекания и рассчитывали плотность по формуле 4.

$$\rho = \frac{4 \cdot m}{3.14 \cdot D^2 \cdot h} \quad (4)$$

Линейную усадку диаметра и высоты слитка после спекания рассчитывали, исходя из измеренных значений высоты и диаметра слитка до и после термической обработки.

Сушку пресс-порошка для удаления воды после этапа пропитки органическим связующим проводили в сушильном шкафу ШС-80-01 МК СПУ при температуре 60°C. Обжиг слитка до температуры 1200°C проводили в муфельном шкафу LF 15/13-V2, обжиг до температуры 1300°C проводили в высокотемпературной печи М1700-18L.

Формование макетов слитков проводили с помощью метода холодного одноосного прессования.

### Обсуждение результатов

С целью исследования влияния гранулометрических характеристик порошков YSZ на процесс формования слитков были синтезированы образцы порошков. У отфильтрованных, просушенных и обожженных образцов порошка YSZ измерили гранулометрические характеристики. На рис. 3 представлено распределение массовой доли частиц от их среднего массового диаметра.

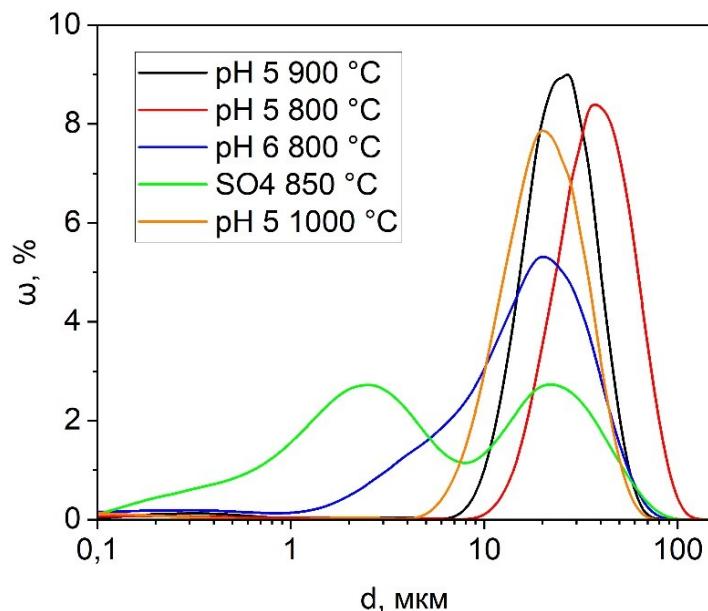


Рисунок 3 - Распределение частиц порошков по размерам, где  $\omega$  – массовая доля частиц,  $d$  – средний массовый диаметр частиц

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.5>

На рис. 3 образцы pH 5 800°C, 900°C, 1000°C — синтезированы при pH 5 и обожжены при различных температурах, pH 6 800°C — порошок, синтезированный при pH 6 и обожженный при 800°C, SO4 850°C — мелкодисперсный сульфатный порошок, синтезированный при pH 6 и обожженный при 850°C. Как видно из рис. 3, наименьший средний массовый диаметр 11,8 мкм и наибольшую дисперсию 7,7 мкм имеет мелкодисперсный сульфатный порошок. Образец, синтезированный при pH 6, имеет средний массовый диаметр равный 17,6 мкм, значение дисперсии равно 2,1, что значительно меньше, чем у мелкодисперсного сульфатного порошка. Образец, синтезированный при pH 5 и обожженный при 900°C, имеет средний массовый диаметр 24,6 мкм, значение дисперсии находится в районе 1. Образцы, синтезированные при pH 5 и обожженные при разных температурах, имеют средний массовый диаметр частиц в районе 22 мкм при температуре 1000°C и 44 мкм при температуре 800°C, значение дисперсии у данных образцов составляет 1,2. Результаты анализа синтезированных порошков представлены в табл. 3. На рис. 4 представлено изменение среднего массового диаметра частиц порошков, синтезированных при pH 5 от температуры обжига.

Таблица 3 - Значения гранулометрических характеристик синтезированных порошков

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.6>

Образец	Дисперсия	Средний массовый диаметр, мкм	Модальный диаметр
pH 5 1000°C	1,3	22,7	20,39
pH 5 900°C	1,1	24,6	29,14
pH 5 800°C	1,2	41,6	37,8
pH 6 800°C	2,1	17,6	21,1
SO <sub>4</sub> 850°C	7,7	11,8	23,2

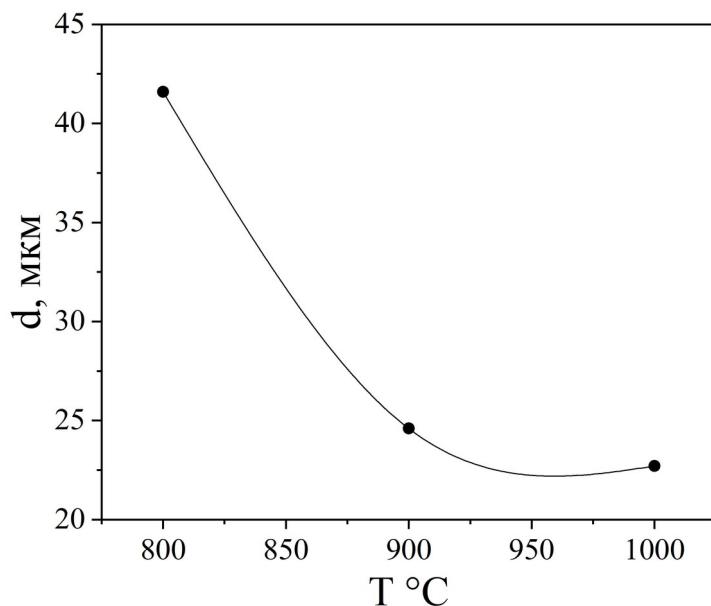


Рисунок 4 - Изменение среднего массового диаметра частиц порошков, синтезированных при pH 5 от температуры обжига

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.7>

Как видно из рис. 4, с увеличением температуры обжига порошка уменьшается средний массовый диаметр частиц. Это связано со схлопыванием пор внутри частиц, уменьшением удельной поверхности и их уплотнением, при этом значение дисперсии до и после спекания почти не меняется, это говорит о том, что в процессе обжига частицы не агглюмируют и не создают большие агрегаты.

Для определения формы частиц синтезированных порошков проведен анализ с помощью метода сканирующей электронной микроскопии. Форма частиц образцов, синтезированных при pH 5 представлена на рис. 5. На рис. 6 представлены СЭМ изображения порошков, синтезированный при pH 6.

Как видно из рис. 5, порошки, синтезированные при pH 5, обладают около сфероидальной формой. Образцы, синтезированный при pH 6 и мелкодисперсный сульфатный, обладают осколочной формой, так же данные порошки легко разрушаются при помоле в дисковых мельницах, рис. 6.

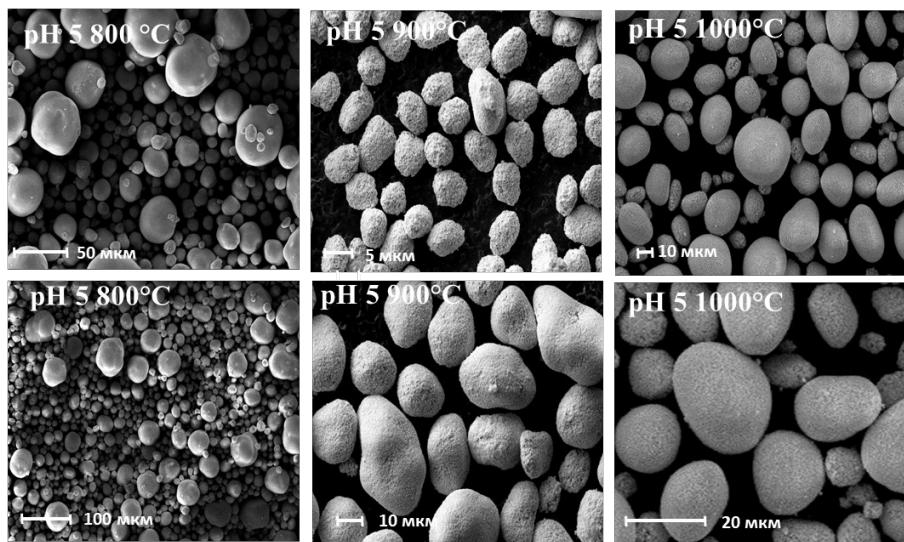


Рисунок 5 - СЭМ изображения порошков, синтезированных при pH 5  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.8>

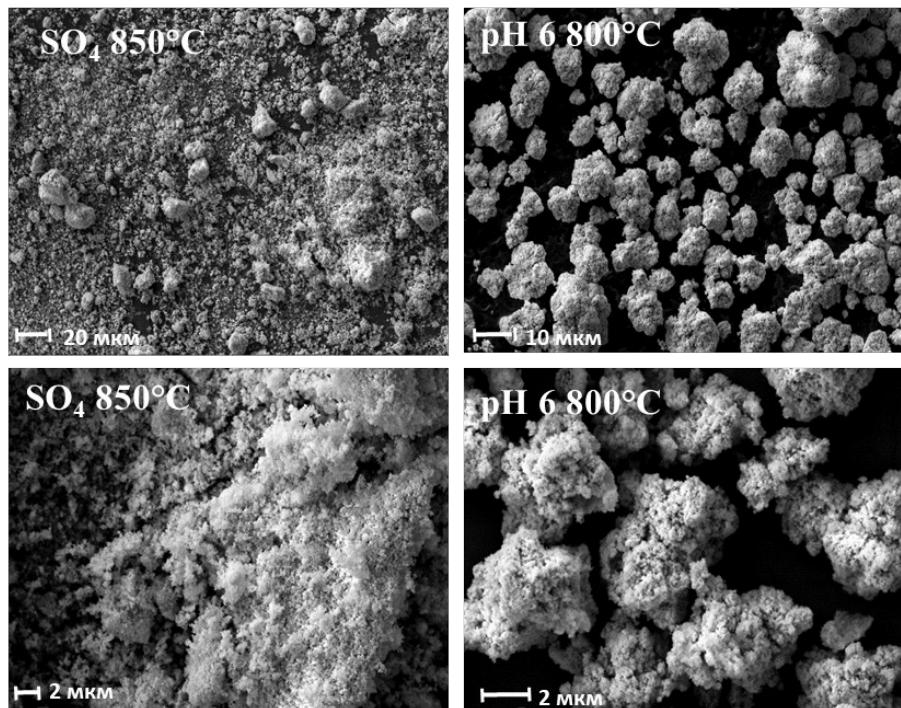


Рисунок 6 - СЭМ изображения порошков, синтезированных при pH 6  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.9>

В табл. 4 представлены характеристики синтезированных порошков. Как видно из табл. 4, наибольшей удельной поверхностью и объемом пор обладает мелкодисперсный сульфатный порошок. Наименьшую удельную поверхность и объем пор, следовательно, наибольшую плотность имеет образец, синтезированный при pH 5 и обожженный при 1000°C.

Таблица 4 - Характеристики синтезированных порошков

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.10>

Образец	$\rho_h$ , г/см <sup>3</sup>	S, с	W, мл/г	$S_{BET}$ , м <sup>2</sup> /г	$D_p$ , нм	$V_p$ , мл/г	$D(4,3)$ , мкм
pH 5 1000°C	2,63	-	0,20	10,81	8,69	0,035	22,7
pH 5 900°C	2,08	2,22	0,36	24,60	12,64	0,078	24,6
pH 5 800°C	1,83	1,01	0,32	41,49	12,45	0,129	41,6

Образец	$\rho_h$ , г/см <sup>3</sup>	S, с	W, мл/г	$S_{BET}$ , м <sup>2</sup> /г	$D_p$ , нм	$V_p$ , мл/г	D(4,3), мкм
pH 6 800°C	1,06	-	0,68	26,81	11,09	0,074	17,6
SO <sub>4</sub> 850°C	0,60	-	1,46	60,74	6,86	0,104	11,8

Примечание:  $\rho_h$  – насыпная плотность порошка, S – текучесть, W – влагоемкость,  $S_{BET}$  – удельная поверхность,  $D_p$  – диаметр пор,  $V_p$  – объём пор, D(4,3) – средний массовый диаметр

Так же из табл. 4 видно, что порошок, синтезированный при pH 5 и обожженный при 900°C, имеет большую удельную поверхность по сравнению с порошком, обожженным при 1000°C. Мелкодисперсный сульфатный порошок хоть и имеет наибольший размер удельной поверхности, но при этом обладает самым низким значением размера пор и наибольшей способностью впитывать воду. Это означает, что поверхность порошка состоит из большого количества микро и мезопор, что позволяет порошку удерживать на своей поверхности большой объем воды. Так же большое значение влагоемкости сульфатного образца возможно связано с существованием макропор на поверхности частиц. С помощью метода низкотемпературной адсорбции/десорбции азота на приборе Quantachrome NOVA 1200E невозможно определить макропоры на поверхности частиц.

После этапа синтеза и последующего обжига провели химический анализ для определения содержания примесей в синтезированных порошках. Так как порошки, осажденные при pH 5 и при pH 6 без добавления сульфат ионов, синтезировали в одних условиях из одной партии карбоната циркония, растворенного в азотной кислоте, в табл. 5 представлены общие результаты анализа.

Таблица 5 - Химический состав порошков, синтезированных при pH 5

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.11>

Соединение	Массовая доля, %	Погрешность, %	Элемент	Массовая доля, %	Погрешность, %
ZrO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub>	93,07	0,13	Zr	68,90	0,09
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,84	0,13	Y	5,39	0,10
Cl	0,028	0,002	Cl	0,028	0,002
TiO <sub>2</sub>	0,014	0,001	Ti	0,009	0,001
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,011	0,002	Fe	0,008	0,001
SiO <sub>2</sub>	0,011	0,004	Si	0,005	0,002
MgO	0,009	0,003	Mg	0,005	0,002
CaO	0,007	0,001	Ca	0,005	0,001
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,003	0,001	Sc	0,002	0,001
CuO	0,003	0,001	Cu	0,002	0,001
MnO	0,003	0,001	Mn	0,002	0,001

Как видно из табл. 5, порошки, синтезированные с помощью метода КДО при pH 5, подходят по требуемым характеристикам химического состава для формования слитков ВЛИ.

Далее определили химический состав мелкодисперсного сульфатного порошка для оценки содержания SO<sub>3</sub> после обжига, результаты химического анализа мелкодисперсного сульфатного порошка представлены в табл. 6.

Таблица 6 - Химический состав сульфатного образца

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.12>

Соединение	Массовая доля, %	Погрешность, %	Элемент	Массовая доля, %	Погрешность, %
ZrO <sub>2</sub>	91,95	0,12	Zr	69,55	0,09
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,57	0,09	Y	2,81	0,07
HfO <sub>2</sub>	1,46	0,06	Hf	1,24	0,05
SO <sub>3</sub>	0,947	0,047	Sx	0,379	0,019
CaO	0,0348	0,0017	Ca	0,0249	0,0012
Cl	0,0123	0,0041	Cl	0,0123	0,0041
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,012	0,0013	Fe	0,0084	0,0009
TiO <sub>2</sub>	0,008	0,0013	Ti	0,0048	0,0008
K <sub>2</sub> O	0,0058	0,001	K	0,0048	0,0008

Как видно из табл. 6, значимая доля ионов  $\text{SO}_4^{2-}$  остается в виде  $\text{SO}_3$ , но основная часть их удаляется после этапа обжига.

На рис. 7 представлена рентгенограмма порошков, синтезированных с помощью метода КДО и обожженных при разных температурах.

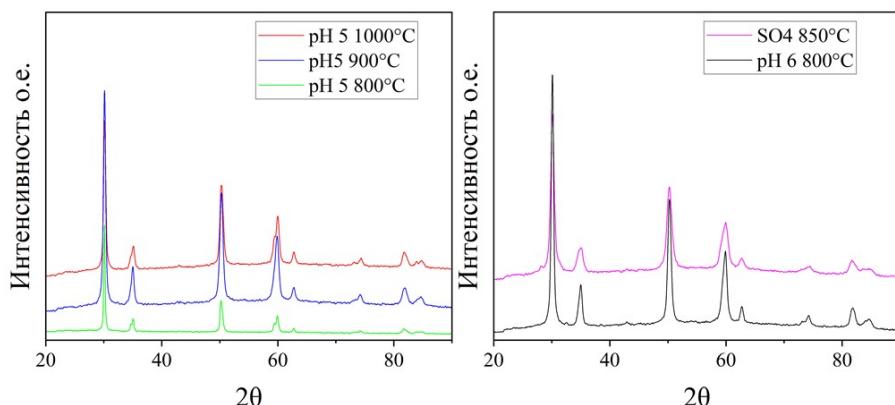


Рисунок 7 - Рентгенограмма синтезированных порошков  
DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.13>

Как видно из рис. 7, порошки, синтезированные с помощью метода КДО с добавлением 7%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  при pH 5, после обжига обладают тетрагональной модификацией. В табл. 8 представлены значения содержания фаз в синтезированных порошках, а так же размер ОКР.

Таблица 7 - Содержание фаз и размер ОКР синтезированных порошков

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.14>

Образец	Содержание фазы, %		ОКР по наиболее интенсивному рефлексу для фазы, нм	
	t	m	t	m
pH 5 900°C	100	0	25	-
pH 5 1000°C	100	0	42	-
pH 5 800°C	100	0	22	-
pH 6 800°C	100	0	21	-
SO <sub>4</sub> 850°C	>99	<1	13	-

Как видно из табл. 7, все порошки, синтезированные с помощью КДО для формования слитков, содержат только тетрагональную модификацию, за исключением мелкодисперсного сульфатного порошка. Мелкодисперсный сульфатный порошок обладает двумя типами модификаций: моноклинной (меньше 1%) и тетрагональной (больше 99%). Это может быть связано с образованием отдельного от иттрия оксисульфата циркония. Оксисульфат циркония не стабилизируется иттрием, следовательно, после обжига образуется оксид циркония без стабилизатора, который возвращается в моноклинную модификацию при достижении комнатной температуры.

На рис. 8 представлена рентгенограмма синтезированных порошков после обжига 1200°C. Как видно из рис. 8, порошки, синтезированные при pH 5 и при pH 6 без добавления ионов  $\text{SO}_4^{2-}$  после обжига 1200°C, обладают только тетрагональной модификацией. Мелкодисперсный сульфатный порошок имеет два типа модификаций: тетрагональную (74%) и моноклинную (26%).

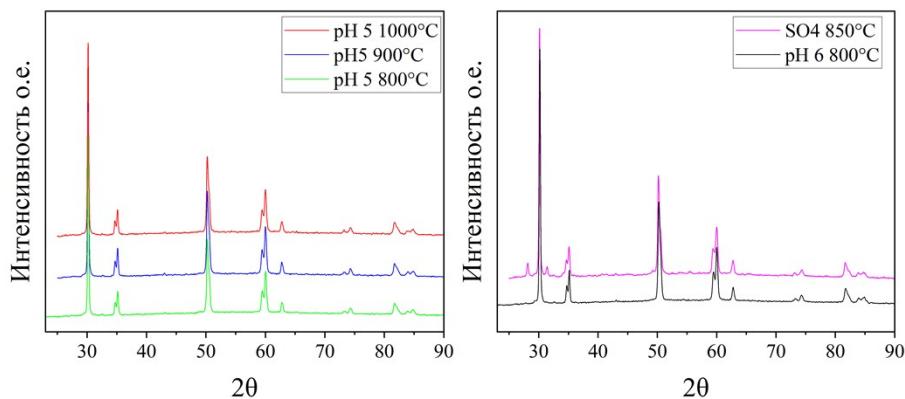


Рисунок 8 - Рентгенограмма синтезированных порошков после обжига 1200°C  
DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.15>

В табл. 8 представлены значения содержания фаз в синтезированных порошках, а так же размер ОКР после обжига при температуре 1200°C.

Таблица 8 - Содержание фаз и размер ОКР синтезированных порошков после обжига 1200°C  
DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.16>

Образец	Содержание фазы, %		ОКР по наиболее интенсивному рефлексу для фазы, нм	
	t	m	t	m
pH 5 900°C	100	0	79	-
pH 5 1000°C	100	0	63	-
pH 5 800°C	100	0	74	-
pH 6 800°C	100	0	69	-
SO <sub>4</sub> 850°C	74	26	60	45

Как видно из табл. 8, все порошки, за исключением мелкодисперсного сульфатного порошка, обладают полностью тетрагональной модификацией. Содержание моноклинной фазы в сульфатном образце может быть связано с образованием оксисульфата циркония при синтезе порошка. Иттрий в оксисульфате циркония не стабилизирует цирконий и при разложении образуется чистый цирконий без стабилизирующего компонента. Увеличение содержания моноклинной модификации после обжига при 1200°C связано с тем, что иттрий в порошке распределен не равномерно, следовательно, в процессе разложения оксисульфата циркония иттрий не успевает стабилизировать образующийся нестабилизированный диоксид циркония.

На рис. 9 и 10 представлены значения плотности образцов после обжига, измеренных пикнометрическим методом.

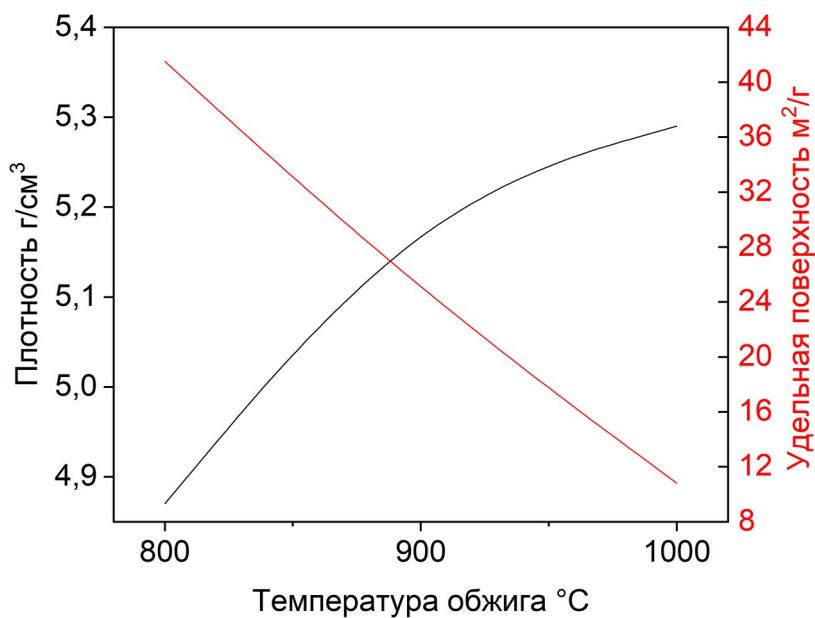


Рисунок 9 - Зависимость плотности и удельной поверхности от температуры обжига образцов осажденных при pH 5 и обожженных при разных температурах  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.17>

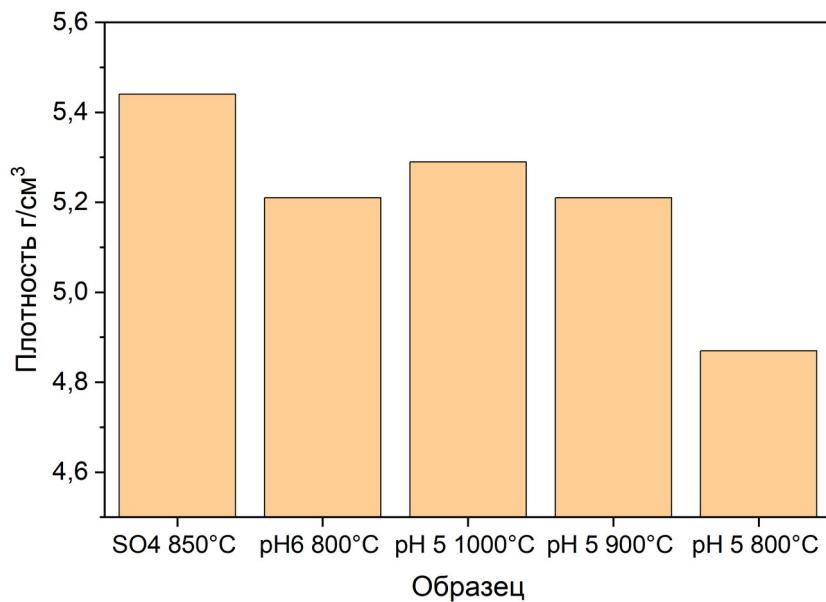


Рисунок 10 - Плотность образцов  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.18>

Как видно из рис. 9, значение плотности увеличивается с температурой обжига, это связано со снижением значения удельной поверхности. Так же из рис. 10 следует, что наибольшей плотностью обладает мелкодисперсный сульфатный порошок. Это может быть связано с тем, что мелкодисперсный сульфатный порошок, за счет высокой удельной поверхности и низкого значения размера пор, лучше смачивается водой и из-за этого значение плотности выше, чем у остальных образцов. Значение плотности образца pH 6 так же связано с высокой удельной поверхностью и смачиваемостью водой.

После этапа синтеза порошков исследовали возможность формования макетов слитков. Формование макетов слитков проводили с помощью метода холодного одноосного прессования. Нами были изготовлены несколько макетов слитков из порошков, представленных в табл. 3. Пропитку порошка проводили с добавлением 10% раствора

поливинилового спирта (ПВС), исходя из конечного содержания ПВС в порошке 2мас.%, пропитку осуществляли в пластиковом стакане при постоянном перемешивании верхнеприводной мешалкой со скоростью 600 об/мин, скорость подачи раствора ПВС составляла 0,5 см<sup>3</sup>/мин. В ходе работы определили, что при формировании слитков только из мелкодисперсных порошков, синтезированных при pH 6, не достигается необходимая плотность слитков. Это связано с тем, что исходные порошки обладают низкой плотностью из-за высокого значения объема пор, удельной поверхности и формы частиц. Из порошков, синтезированных при pH 5, не удалось спрессовать слитки. Это связано с высокой плотностью порошка, низкой удельной поверхностью, не позволяющей частицам сцепляться друг с другом, а так же образованием пустот между частицами при прессовании. В табл. 9 представлены характеристики макетов слитков и условия их прессования и спекания.

Таблица 9 - Характеристики макетов слитков и условия их прессования и спекания

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.19>

Образец	P, МПа	m, г	$\rho_1$ , г/см <sup>3</sup>	$\rho_2$ , г/см <sup>3</sup>	T, °C
pH 6 800°C	3,5	117,5	1,61	2,71	1300
SO <sub>4</sub> 850°C	12,0	110,1	2,40	3,20	1300
pH 5 1000°C					
pH 5 900°C					
pH 5 800°C					Слиток разрушился при выпрессовке

Далее, после формирования слитков только из порошков одного состава, было принято решение подобрать массовое соотношение порошков, при котором будут достигаться необходимые характеристики слитков: плотность в интервале от 3,6 до 4 г/см<sup>3</sup>, объемная пористость от 30 до 40%. В табл. 10 представлены характеристики слитков, спрессованных из пресс-порошков с определенным соотношением.

Таблица 10 - Характеристики макетов слитков из пресс-порошков с определенным соотношением

DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.20>

Образец	Масса, г	Соотношение	$\rho_1$ , г/см <sup>3</sup>	P, МПа	$\rho_2$ , г/см <sup>3</sup>	T, °C
А	93,74	1:4 (pH 6/pH 5)	2,58	8	3,45	1400
Б	108,00	1:3 (pH 6/pH 5)	2,49	8	3,43	1400
В	108,00	1:2 (pH 6/pH 5)	2,44	8	3,32	1400
Г	104,3	1:4 (SO <sub>4</sub> /pH 5)	2,83	11	4,24	1400
Д	103,2	1:3 (SO <sub>4</sub> /pH 5)	2,75	10	4,10	1400
Е	104,8	1:2 (SO <sub>4</sub> /pH 5)	2,65	10	3,80	1400

Примечание:  $\rho_1$  – плотность слитка до спекания,  $\rho_2$  – плотность слитка после спекания

Пропитку всех представленных порошков проводили с добавлением 10% раствора поливинилового спирта (ПВС), исходя из конечного содержания ПВС в порошке 2мас.%. Как видно из табл. 10, наибольшей плотностью обладает порошок Г- смесь мелкодисперсного сульфатного порошка и крупнодисперсного порошка, обожженного при 900°C в соотношении 1:4, рис. 11, 12. При процессе прессования данный образец формировался только при давлении 11 МПа, так же данную смесь пропитывали в два этапа из-за большой массовой доли крупнодисперсного плотного порошка с низкой удельной поверхностью.

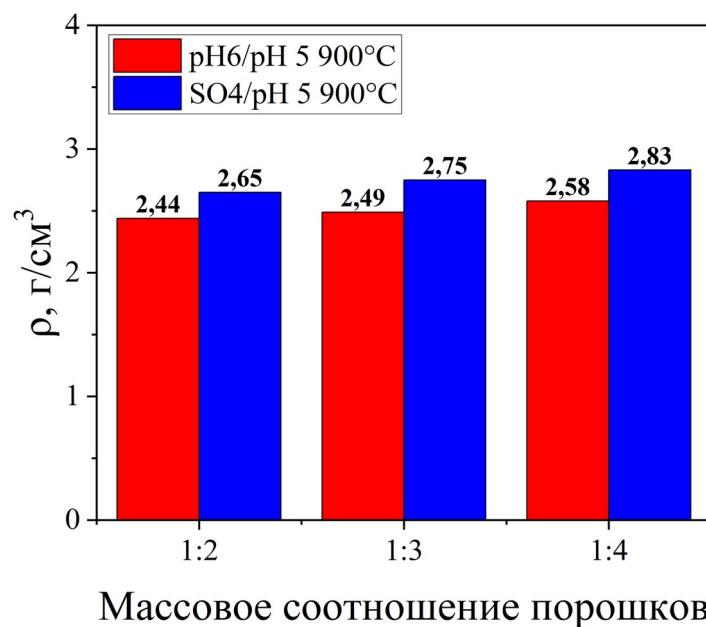


Рисунок 11 - Плотность слитков до спекания в зависимости от состава и массового отношения пресс-порошка  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.21>

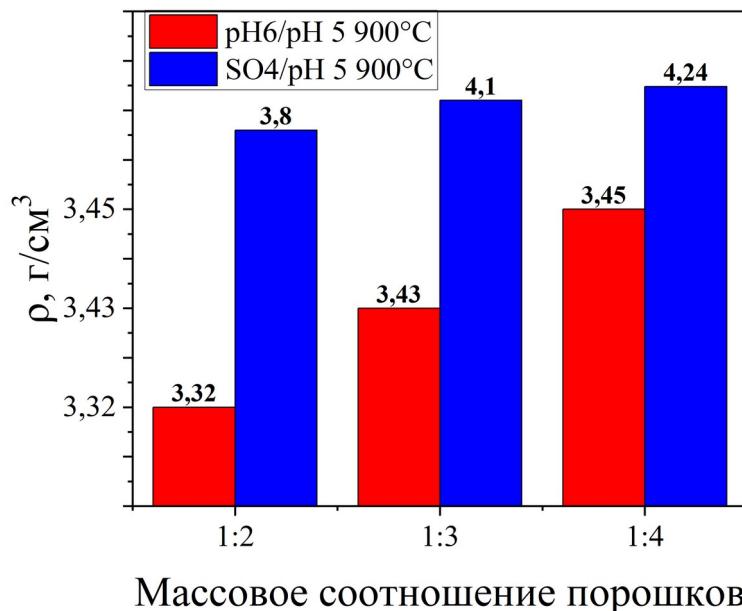


Рисунок 12 - Плотность слитков после спекания в зависимости от состава и массового отношения пресс-порошка  
 DOI: <https://doi.org/10.60797/IRJ.2025.160s.4.22>

При прессовании слитков из пресс-порошков А, Б, В не удалось достигнуть плотности 3,6 г/см<sup>3</sup>, что связано с низкой плотностью порошка, осажденного при pH 6. В ходе работы для дальнейших исследований был выбран состав пресс-порошка Д, так как с ним достигается необходимая плотность при меньшем давлении, процесс пропитки проходит в один этап. Как видно из рис. 11, 12, макеты слитков, изготовленные из смеси, содержащей в себе порошок с добавлением ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, обладают большей плотностью до и после термической обработки, чем слитки, изготовленные из смеси, содержащей порошок, синтезированный при pH 6. Это может быть связано с тем, что порошок, синтезированный с добавлением ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> лучше спекается, имеет меньший диаметр частиц, чем у порошка, синтезированного при pH 6, следовательно, в процессе прессования заполняет больше пустот между большими частицами, а также с тем, что при удалении серы во время обжига повышается активность поверхностных атомов порошка, синтезированного с добавлением ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, к спеканию, так же сера, возможно, может облегчать

массоперенос с помощью циркония и повышать диффузию, следовательно, процесс спекания происходит более интенсивно.

### Заключение

В рамках работы синтезированы порошки YSZ с различным гранулометрическим составом, так же проведены измерения значений удельной поверхности, пористости, объема пор, среднего-массового диаметра частиц, плотности, определена форма частиц, фазовый состав порошков после обжига. Исследовано влияние гранулометрических характеристик порошков на процесс прессования. Макеты, изготовленные из крупнодисперсного порошка, разрушаются при выпрессовке, среднее значение плотности макетов из мелкодисперсного порошка равно 2,95 г/см<sup>3</sup>, что ниже требуемого значения 3,6 г/см<sup>3</sup>. При значении массовой доли крупнодисперсного порошка выше 75 мас.% усложняется процесс пропитки связующим. Подобрано соотношения различных по своему гранулометрическому составу порошков для достижения необходимой характеристики слитков. В результате работы выбран пресс-порошок, состоящий из порошка, синтезированного с добавлением ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, и порошка, осажденного при pH 5 и обожженного 900°C, массовое соотношения составляло 1/3. На основании полученных данных сделан вывод о возможности применения технологии изготовления слитков из порошков стабилизированного диоксида циркония, полученных с помощью метода КДО.

### Конфликт интересов

Не указан.

### Рецензия

Все статьи проходят рецензирование. Но рецензент или автор статьи предпочли не публиковать рецензию к этой статье в открытом доступе. Рецензия может быть представлена компетентным органам по запросу.

### Conflict of Interest

None declared.

### Review

All articles are peer-reviewed. But the reviewer or the author of the article chose not to publish a review of this article in the public domain. The review can be provided to the competent authorities upon request.

### Список литературы / References

1. Moayedee, Y. Mechanical, electrochemical, and biological properties of YSZ-Mo: A new class of bio-composites. / Y. Moayedee, L. Nikza, S. Habibzadeh // Materialia. — 2022. — № 24. — Article 101515. — DOI: 10.1016/j.mtla.2022.101515
2. Piconi C. Zirconia as a ceramic biomaterial. / C. Piconi, G. Maccauro // Biomaterials. — 1999. — № 20 (1). — P. 1-25. — DOI: 10.1016/S0142-9612(98)00010-6
3. Xiuping Z. Additive manufacturing of zirconia ceramics: a state-of-the-art review. / Z. Xiuping, W. Xin, S. Jing // Journal of Materials Research and Technology. — 2020. — № 9 (4). — P. 9029-9048. — DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.05.131
4. Xiuan X. Novel Co-precipitation method to synthesize NiO-YSZ nanocomposite powder for solid oxide fuel cell. / X. Xiuan, A. Hiroya, K. Kazuo et al. // Advanced Powder Technology. — 2014. — № 25 (2). — P. 490-494. — DOI: 10.1016/j.apt.2013.08.001
5. Shao Z. Advanced synthesis of materials for intermediate-temperature solid oxide fuel cells. / Z. Shao, W. Zhou, Z. Zhu // Progress in Materials Science. — 2012. — № 57 (4). — P. 804-874. — DOI: 10.1016/j.pmatsci.2011.08.002
6. Monaco F. Electrode kinetics of porous Ni-3YSZ cermet operated in fuel cell and electrolysis modes for solid oxide cell application / F. Monaco, E. Effori, M. Hubert et al. // Electrochimica Acta. — 2021. — № 389 (1). — Article 138765. — DOI: 10.1016/j.electacta.2021.138765
7. Qiaomu L. Composite ceramics thermal barrier coatings of yttria stabilized zirconia for aero-engines. / L. Qiaomu, H. Shunzhou, H. Aijie // Journal of Materials Science & Technology. — 2019. — № 35 (12). — P. 2814-2823. — DOI: 10.1016/j.jmst.2019.08.003
8. Liu G. LaYZrO/YSZ double ceramic layer thermal barrier coatings by EB-PVD: Thermal performance, morphology and failure behavior / G. Liu, Z. Shen, L. He et al. // Materialia. — 2023. — № 27. — Article 101661. — DOI: 10.1016/j.mtla.2022.101661
9. Erdogan, N. N. Investigating thermal shock and corrosion resistance of Inconel 601 super alloy after thermal barrier coating with 8% YSZ powder / N. N. Erdogan, A. B. Basigit // Materials Today Communications. — 2023. — № 36. — Article 106516. — DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106516
10. Chaoxi S. Investigation of corrosion resistance of YSZ coating with sacrificial aluminum oxide protective layer against CMAS and composite corrosives. / S. Chaoxi, W. Jinshuang, L. Xianjun et al. // Journal of the European Ceramic Society. — 2023. — № 44 (4). — P. 2537-2549. — DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2023.11.030
11. Clarke D.R. Thermal barrier coating materials. / D.R. Clarke, S.R. Phillipot // Materials Today. — 2005. — № 8 (6). — P. 22-29. — DOI: 10.1016/S1369-7021(05)70934-2
12. Padture N.P. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. / N.P. Padture, M. Gell, E.H. Jordan // Science. — 2002. — № 296 (5566). — P. 280-284. — DOI: 10.1126/science.1068609
13. Yuzhuo L. Thermo-physical properties, morphology and thermal shock behavior of EB-PVD thermal barrier coating with DLC YbGdZrO/YSZ system / L. Yuzhuo, Z. Zhen, W. Xin et al. // Materials Today Communications. — 2023. — № 35. — Article 106265. — DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106265
14. Gao L. Microstructure, thermal conductivity and thermal cycling behavior of thermal barrier coatings prepared by plasma spray physical vapor deposition. / L. Gao, H. Guo, L. Wei et al. // Surface and Coatings Technology. — 2015. — № 276. — P. 424-430. — DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.06.033

15. Jude S.A.A. Thermal barrier coatings for high-temperature application on superalloy substrates — A review. / S.A.A. Jude, J.T. Winowlin Jappes, M. Adamkhan // Materials Today: Proceedings. — 2022. — № 60 (3). — P. 1670-1675. — DOI: 10.1016/j.matpr.2021.12.223
16. Vaßen R. Overview on advanced thermal barrier coatings. / R. Vaßen, M.O. Jarligo, T. Steinke et al. // Surface and Coatings Technology. — 2010. — № 205 (4). — P. 938-942. — DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.151
17. Fenech J. Sol-gel processing and characterization of (RE-Y)-zirconia powders for thermal barrier coatings. / J. Fenech, M. Dalbin, A. Barnabe et al. // Powder Technology. — 2011. — № 208 (2). — P. 480-487. — DOI: 10.1016/j.powtec.2010.08.046
18. Shan Y. Synthesis and characterization of phase controllable ZrO<sub>2</sub>-carbon nanotube nanocomposites. / Y. Shan, L. Gao // Nanotechnology. — 2005. — № 16 (6). — P. 625-630. — DOI: 10.1088/0957-4484/16/6/001
19. Пат. 24681241 Российская Федерация, МПК C23C 28/04. Способ нанесения комбинированных pvd/cvd/pvd покрытий на режущий твердосплавный инструмент / Блинков И.В., Волхонский А.О., Аникин В.Н. и др.; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное автономное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"». — № 201113426702; заявл. 2011-08-16; опубл. 2012-11-27, — 13 с.
20. Кашин Д.С. Современные теплозащитные покрытия, полученные методом электронно-лучевого напыления. / Д.С. Кашин, П.А. Стхов // Научно-технический журнал «ТРУДЫ ВИАМ». — 2018. — №2 (62). — С. 84-90. — DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-10-10
21. von Niessen K. Plasma Spray-PVD: A New Thermal Spray Process to Deposit Out of the Vapor Phase. / K. von Niessen, M. Gindrat // Journal of Thermal Spray Technology. — 2011. — №20 (4). — P. 736-743. — DOI: 10.1007/s11666-011-9654-9
22. Агаркова Е.А. Влияние фазового состава и локальной кристаллической структуры на транспортные свойства твердых растворов ZrO<sub>2</sub>—Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и ZrO<sub>2</sub>—Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. / Е.А. Агаркова, М.А. Борик, В.Т. Бублик и др. // Российская Микроэлектроника. — 2019. — №48 (8). — С. 523-530. — DOI: 10.17073/1609-3577-2018-3-156-165
23. ГОСТ 18317—94. Порошки металлические. Метод определения содержания воды. — Введ. 1994-10-21. — Минск: ИПК Издательство стандартов, 1996. — 16 С.
24. ГОСТ 19440—94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности.. — Введ. 1997-01-01. — Минск: ИПК Издательство стандартов, 1996. — 15 С.
25. ISO 4490—78. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). — Введ. 1997-07-01. — Минск: ИПК Издательство стандартов, 1998. — 9 С.

#### Список литературы на английском языке / References in English

1. Moayedee, Y. Mechanical, electrochemical, and biological properties of YSZ-Mo: A new class of bio-composites. / Y. Moayedee, L. Nikza, S. Habibzadeh // Materialia. — 2022. — № 24. — Article 101515. — DOI: 10.1016/j.mtla.2022.101515
2. Piconi C. Zirconia as a ceramic biomaterial. / C. Piconi, G. Maccauro // Biomaterials. — 1999. — № 20 (1). — P. 1-25. — DOI: 10.1016/S0142-9612(98)00010-6
3. Xiuping Z. Additive manufacturing of zirconia ceramics: a state-of-the-art review. / Z. Xiuping, W. Xin, S. Jing // Journal of Materials Research and Technology. — 2020. — № 9 (4). — P. 9029-9048. — DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.05.131
4. Xiuan X. Novel Co-precipitation method to synthesize NiO-YSZ nanocomposite powder for solid oxide fuel cell. / X. Xiuan, A. Hiroya, K. Kazuo et al. // Advanced Powder Technology. — 2014. — № 25 (2). — P. 490-494. — DOI: 10.1016/j.apt.2013.08.001
5. Shao Z. Advanced synthesis of materials for intermediate-temperature solid oxide fuel cells. / Z. Shao, W. Zhou, Z. Zhu // Progress in Materials Science. — 2012. — № 57 (4). — P. 804-874. — DOI: 10.1016/j.pmatsci.2011.08.002
6. Monaco F. Electrode kinetics of porous Ni-3YSZ cermet operated in fuel cell and electrolysis modes for solid oxide cell application / F. Monaco, E. Effori, M. Hubert et al. // Electrochimica Acta. — 2021. — № 389 (1). — Article 138765. — DOI: 10.1016/j.electacta.2021.138765
7. Qiaomu L. Composite ceramics thermal barrier coatings of yttria stabilized zirconia for aero-engines. / L. Qiaomu, H. Shunzhou, H. Aijie // Journal of Materials Science & Technology. — 2019. — № 35 (12). — P. 2814-2823. — DOI: 10.1016/j.jmst.2019.08.003
8. Liu G. LaYZrO/YSZ double ceramic layer thermal barrier coatings by EB-PVD: Thermal performance, morphology and failure behavior / G. Liu, Z. Shen, L. He et al. // Materialia. — 2023. — № 27. — Article 101661. — DOI: 10.1016/j.mtla.2022.101661
9. Erdogan, N. N. Investigating thermal shock and corrosion resistance of Inconel 601 super alloy after thermal barrier coating with 8% YSZ powder / N. N. Erdogan, A. B. Basıyük // Materials Today Communications. — 2023. — № 36. — Article 106516. — DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106516
10. Chaoxi S. Investigation of corrosion resistance of YSZ coating with sacrificial aluminum oxide protective layer against CMAS and composite corrosives. / S. Chaoxi, W. Jinshuang, L. Xianjun et al. // Journal of the European Ceramic Society. — 2023. — № 44 (4). — P. 2537-2549. — DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2023.11.030
11. Clarke D.R. Thermal barrier coating materials. / D.R. Clarke, S.R. Phillipot // Materials Today. — 2005. — № 8 (6). — P. 22-29. — DOI: 10.1016/S1369-7021(05)70934-2
12. Padture N.P. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. / N.P. Padture, M. Gell, E.H. Jordan // Science. — 2002. — № 296 (5566). — P. 280-284. — DOI: 10.1126/science.1068609
13. Yuzhuo L. Thermo-physical properties, morphology and thermal shock behavior of EB-PVD thermal barrier coating with DLC YbGdZrO/YSZ system / L. Yuzhuo, Z. Zhen, W. Xin et al. // Materials Today Communications. — 2023. — № 35. — Article 106265. — DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106265

14. Gao L. Microstructure, thermal conductivity and thermal cycling behavior of thermal barrier coatings prepared by plasma spray physical vapor deposition. / L. Gao, H. Guo, L. Wei et al. // Surface and Coatings Technology. — 2015. — № 276. — P. 424–430. — DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.06.033
15. Jude S.A.A. Thermal barrier coatings for high-temperature application on superalloy substrates — A review. / S.A.A. Jude, J.T. Winowlin Jappes, M. Adamkhan // Materials Today: Proceedings. — 2022. — № 60 (3). — P. 1670-1675. — DOI: 10.1016/j.matpr.2021.12.223
16. Vaßen R. Overview on advanced thermal barrier coatings. / R. Vaßen, M.O. Jarligo, T. Steinke et al. // Surface and Coatings Technology. — 2010. — № 205 (4). — P. 938-942. — DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.151
17. Fenech J. Sol-gel processing and characterization of (RE-Y)-zirconia powders for thermal barrier coatings. / J. Fenech, M. Dalbin, A. Barnabe et al. // Powder Technology. — 2011. — № 208 (2). — P. 480-487. — DOI: 10.1016/j.powtec.2010.08.046
18. Shan Y. Synthesis and characterization of phase controllable ZrO<sub>2</sub>-carbon nanotube nanocomposites. / Y. Shan, L. Gao // Nanotechnology. — 2005. — № 16 (6). — P. 625-630. — DOI: 10.1088/0957-4484/16/6/001
19. Pat. 24681241 Russian Federation, IPC C23C 28/04. Sposob naneseniya kombinirovanny'x pvd/cvd/pvd pokry'tij na rezhushhij tverdosplavnyj instrument [Method to apply combined pvd/cvd/pvd coatings onto cutting hard-alloy tool] / Blinkov I.V., Volxonskij A.O., Anikin V.N. et al.; the applicant and the patentee National Research Technological University MISIS. — № 201113426702; appl. 2011-08-16; publ. 2012-11-27, — 13 p. [in Russian]
20. Kashin D.S. Sovremennye teplozashhitnye pokry'tiya, poluchennye metodom e'lektronno-luchevogo napy'leniya [Modern thermal protection coatings obtained by electron beam deposition]. / D.S. Kashin, P.A. Stexov // Scientific and Technical Journal «VIAM WORKS». — 2018. — №2 (62). — P. 84-90. — DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-10-10 [in Russian]
21. von Niessen K. Plasma Spray-PVD: A New Thermal Spray Process to Deposit Out of the Vapor Phase. / K. von Niessen, M. Gindrat // Journal of Thermal Spray Technology. — 2011. — №20 (4). — P. 736-743. — DOI: 10.1007/s11666-011-9654-9
22. Agarkova E.A. Vliyanie fazovogo sostava i lokal'noj kristallicheskoy struktury' na transportnye svojstva tverdyx rastvorov ZrO<sub>2</sub>—Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i ZrO<sub>2</sub>—GD<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [Influence of phase composition and local crystal structure on transport properties of ZrO<sub>2</sub>—Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and ZrO<sub>2</sub>—Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solutions]. / E.A. Agarkova, M.A. Borik, V.T. Bublik et al. // Russian Microelectronics. — 2019. — №48 (8). — P. 523-530. — DOI: 10.17073/1609-3577-2018-3-156-165 [in Russian]
23. GOST 18317—94. Poroshki metallicheskie. Metod opredeleniya soderzhaniya vody' [GOST 18317—94. Metal powders. Method for determining water content]. — Introduced 1994-10-21. — Minsk: IPK Izdatel'stvo standartov, 1996. — 16 P. [in Russian]
24. GOST 19440—94. Poroshki metallicheskie. Opredelenie nasy'pnoj plotnosti. [GOST 19440—94. Metal powders. Determination of bulk density]. — Introduced 1997-01-01. — Minsk: IPK Izdatel'stvo standartov, 1996. — 15 P. [in Russian]
25. ISO 4490—78. Opredelenie tekuchesti s pomoshch'yu kalibrovannoj voronki (pribora Xolla) [ISO 4490—78. Determination of fluidity using a calibrated funnel (Hall device)]. — Introduced 1997-07-01. — Minsk: IPK Izdatel'stvo standartov, 1998. — 9 P. [in Russian]