

И.Е. Кенжина<sup>1\*</sup> , А.Л. Козловский<sup>1,2</sup> , А.У. Толенова<sup>1</sup> <sup>1</sup>Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева, Казахстан, г.Алматы<sup>2</sup>Институт ядерной физики, Казахстан, г.Алматы\*e-mail: [kenzhina@physics.kz](mailto:kenzhina@physics.kz)

## ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗМЕРНЫХ ЭФФЕКТОВ В $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$ КЕРАМИКАХ, ПОЛУЧЕННЫХ ТВЕРДОФАЗНЫМ МЕТОДОМ НА ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Данное исследование посвящено изучению влияния вариации концентрации компонент композиционных керамик типа  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  и условий механохимического перемалывания на упрочнение керамик при их изготовлении. В результате проведенных исследований была отработана технология получения композиционных керамик типа  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  с применением метода механохимического твердофазного синтеза. Получение керамик было осуществлено с применением метода механоактивации исходных компонент нитрида кремния и оксида циркония, путем механического перемалывания с целью достижения однородной смеси, которая в последствие отжигалась в кислородосодержащей среде. При этом вариация различными размерами зерен, изменение которых связано не только с изменениями условий перемалывания, но и концентрацией соотношения исходных компонент. С применением методов оценки прочностных параметров (метода индентирования) было определено влияние условий перемалывания на изменение размерных факторов, а также эффективность упрочнения. Основываясь на проведенных исследованиях можно сделать вывод о том, что использование механохимического твердофазного перемалывания путем варьирования скорости перемалывания (измельчения) приводит к возможности управления размерными эффектами при получении композиционных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик. При этом варьируя условия перемалывания (скорость помола), а также концентрацию исходных компонент в составе  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик можно получить высокопрочные керамики, которые обладают высокой устойчивостью к внешним воздействиям.

**Ключевые слова:** инертные матрицы, дисперсное ядерное топливо, керамики, упрочнение, механохимический синтез.

I.E. Kenzhina<sup>1\*</sup>, A.L. Kozlovkiy<sup>1,2</sup>, A.U. TolenoVA<sup>1</sup><sup>1</sup>Satbayev University, Kazakhstan, Almaty<sup>2</sup>Institute of Nuclear Physics, Kazakhstan, Almaty\*e-mail: [kenzhina@physics.kz](mailto:kenzhina@physics.kz)

### Study of the influence of size effects in $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$ ceramics obtained by solid-phase method on strength characteristics

This research is focused on studying the influence of variation of component concentration of  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  type composite ceramics and conditions of mechanical-chemical grinding on the hardening of ceramics during their fabrication. As a result of the conducted research, the technology of obtaining composite ceramics of  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  type using the method of mechanical-chemical solid-phase synthesis was worked out. Obtaining ceramics was implemented using the method of mechanical activation of the initial components of silicon nitride and zirconium oxide, by mechanical grinding to achieve a homogeneous mixture, which was subsequently annealed in an oxygen-containing environment. In this case, the variation by different grain sizes, the change of which is associated not only with changes in the grinding conditions, but also the concentration of the ratio of the initial components. Using the methods of strength parameter estimation (indentation method), the influence of grinding conditions on the variation of dimensional factors, as well as the effectiveness of hardening was determined. Based on the conducted studies, it can be concluded that the use of mechanical-chemical solid-phase grinding by varying the speed of grinding (milling) leads to the control of dimensional effects in obtaining composite  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  ceramics. By varying the grinding conditions

(grinding speed), as well as the concentration of initial components in the composition of  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  ceramics, it is possible to obtain high-strength ceramics, which have high resistance to external influences.

**Keywords:** inert matrices, dispersed nuclear fuel, ceramics, hardening, mechanochemical synthesis.

**И.Е. Кенжина<sup>1\*</sup>, А.Л. Козловский<sup>1,2</sup>, А.У. Толенова<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Қ.И. Сәтбаев а. Қазақ ұлттық зерттеу техникалық университеті., Қазақстан, Алматы қ.

<sup>2</sup>Ядролық физика институты, Қазақстан, Алматы қ.

\*e-mail: [kenzhina@physics.kz](mailto:kenzhina@physics.kz)

### Қатты фазалық әдіспен алынған $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$ керамикасындағы өлшемдік әсерлердің беріктік сипаттамаларына әсерін зерттеу

Бұл зерттеу  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  типті композициялық керамика компоненттерінің концентрациясының өзгеруінің және оларды жасау кезінде керамиканы қатайтуға механохимиялық ұнтақтау жағдайларының әсерін зерттеуге арналған. Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде механохимиялық қатты фазалы синтез әдісін қолдана отырып,  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  типті композициялық керамика алу технологиясы пысықталды. Керамика алу кремний нитридінің және цирконий оксидінің бастапқы компоненттерін механикалық белсендіру әдісін қолдана отырып, нәтижесінде құрамында оттегі бар ортада күйдірілген біртекті қоспаға қол жеткізу үшін механикалық ұнтақтау арқылы жүзеге асырылды. Бұл жағдайда дөңдердің әртүрлі мөлшерінің өзгеруі, олардың өзгеруі тек ұнтақтау жағдайларының өзгеруімен ғана емес, сонымен қатар бастапқы компоненттердің арақатынасының концентрациясымен де байланысты. Беріктік параметрлерін бағалау әдістерін (индекстеу әдісі) қолдана отырып, ұнтақтау жағдайларының өлшем факторларының өзгеруіне әсері, сондай-ақ қатаю тиімділігі анықталды. Жүргізілген зерттеулерге сүйене отырып, ұнтақтау (ұсақтау) жылдамдығын өзгерту арқылы механохимиялық қатты фазалы ұнтақтауды қолдану композициялық  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамикасын алу кезінде өлшемдік эффектілерді басқару мүмкіндігіне әкеледі деген қорытынды жасауға болады. Сонымен қатар, ұнтақтау жағдайларын (ұнтақтау жылдамдығы), сондай-ақ  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамикасының құрамындағы бастапқы компоненттердің концентрациясын өзгерте отырып, сыртқы әсерлерге жоғары төзімділігі бар жоғары беріктігі бар керамика алуға болады.

**Түйін сөздер:** инертті матрицалар, дисперсті ядролық отын, керамика, қатайту, механохимиялық синтез.

#### Введение

Одним из преимуществ использования дисперсного ядерного топлива с инертными керамическими матрицами является возможность повышения степени выгорания ядерного топлива, а также увеличение температуры активной зоны [1,2]. При этом, концепция развития ядерно-энергетических установок в последние годы направлена на поиск технологических решений, связанных с переходом от традиционных ТВЭЛов на дисперсное ядерное топливо с возможностью использования диоксида урана или плутония в качестве делящегося материала. Преимущества использования дисперсного ядерного топлива, в котором делящийся материал (диоксид урана или плутония) равномерно размещены в керамической инертной матрице, заключаются в следующем. Во-первых, равномерное распределение делящегося материала в матрице позволяет более эффективно отводить тепло, что способствует увеличению эффективности

теплообмена, а также повышению термической стабильности активной зоны [3,4]. Во-вторых, возможность изменения концентрации делящегося ядерного материала при размещении его в дисперсной матрице позволяет лучше контролировать и регулировать мощность реактора, а также управлять процессами деления. В-третьих, в большинстве случаев технологические решения, связанные с изготовлением инертных матриц для дисперсного ядерного топлива, требуют значительно меньше энерго- и ресурсозатрат, чем в случае изготовления традиционных ТВЭЛов, что снижает стоимость изготовления, а также повышает экономическую целесообразность использования таких материалов [5,6]. Также стоит отметить, что переход на дисперсное ядерное топливо позволяет повысить безопасность активной зоны, а также предотвратить риск аварий в случае перегрева или механического давления за счет высокой прочности и хороших теплофизических

параметров используемых керамических материалов в качестве инертных матриц [7].

Однако, несмотря на большое количество преимуществ использования керамических материалов в качестве инертных матриц для создания дисперсного ядерного топлива, остается ряд нерешенных вопросов, на устранение которых направлено большое количество научных исследований во всем мире.

В первую очередь, при выборе материалов для создания инертных матриц необходимо учитывать большое количество факторов, касающихся используемых материалов, в частности, оксидных, карбидных или нитридных керамик, которые в большинстве случаев обладают высокой прочностью, но при этом низкой теплопроводностью, что требует дополнительного учета при проектировании дисперсного топлива [8-10]. Во-вторых, при изготовлении инертных матриц, в последние несколько лет упор делается на поиск наиболее эффективных композиций, представляющих собой совмещение оксидных, карбидных или нитридных компонент, а также различных вариаций. Использование подобных совмещений различных компонент позволяет получать композиционные керамики с высокими показателями твердости, прочности и устойчивости к трещинообразованию, а также достаточно перспективными показателями теплопроводящих характеристик [11,12]. В-третьих, при совмещении вариаций различных компонент большое внимание следует уделять радиационной стойкости инертной матрицы, от показателей которой зависит срок эксплуатации дисперсного топлива, а также всего топливного цикла.

### Материалы и методы исследования

Синтез высокопрочных композиционных керамик на основе соединений нитрида кремния ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) и диоксида циркония ( $\text{ZrO}_2$ ) был произведен с применением метода механохимического твердофазного перемалывания в планетарной мельнице PULVERISETTE 6 classic line (Fritsch, Berlin, Germany). Вариация состава композиционных керамик типа  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$ , проводилась в диапазоне от  $x=0.1$  до  $x=0.5$ . После механохимического перемалывания при различных условиях  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамики были подвергнуты термическому спеканию в муфельной печи SNOL-term (SNOL, Tver, Russia) при температуре  $1500^\circ\text{C}$  в течение 5 часов при скорости нагрева  $20^\circ\text{C}/\text{мин}$ . После выдержки

образцов при заданном режиме термического спекания образцы остывали вместе с печью до достижения комнатной температуры в течение 24 часов. Данные условия были выбраны с целью избегания процессов быстрой закалки и растрескивания образцов, которые могут возникнуть при резком вынимании на воздух разогретых образцов.

Выбор компоненты  $\text{Si}_3\text{N}_4$  обусловлен высокими показателями прочности данного типа керамик, которые используются в качестве одного из перспективных высокопрочных материалов в ядерной энергетике, в частности, в качестве материалов для первых стенок ядерного реактора или же материалов топливных элементов, способных сдерживать большой поток радиации. Выбор компоненты  $\text{ZrO}_2$  обусловлен возможностью получения высокопрочных керамик, обладающих высокой устойчивостью к термическому расширению и коррозионной стойкости, а также высокой совместимостью диоксида циркония с другими типами конструкционных материалов, что позволяет использовать его в качестве материалов инертных матриц дисперсного ядерного топлива. Для получения однородных по составу композиционных керамик, а также возможности изменения размеров зерен, получаемых керамик, условия механохимического перемалывания варьировались от 200 до 600 оборот/мин с шагом 100 оборот/мин, время перемалывания составляло 4 часа. При этом в ходе проведения механохимического перемалывания проводился контроль за температурой в мелющем стакане, с целью избегания процессов холодного сваривания образцов керамик, а также инициализации процессов фазовых трансформаций, вызванных механическим воздействием и термическим разогревом. В основе гипотезы, связанной с изменениями размеров зерен при вариации изменений условий механохимического перемалывания (скорости помола) лежит предположение о том, что при увеличении интенсивности воздействия мелющих тел на порошки процессы их раздробления будут протекать более интенсивней, при этом само дробление может привести к уменьшению размеров зерен (вплоть до наноразмерных масштабов).

Для определения среднего размера зерен в результате механоактивации в зависимости от вариации условий перемалывания был применен метод оптической лазерной дифракции, использующейся для установления динамических параметров размеров и формы зерен, диспергированных в водном растворе. Для

проведения измерений был использован анализатор частиц ANALYSETTE 22 NeXT Nano (Fritsch, Берлин, Германия).

Оценка величины объемного вклада границ зерен ( $f$ ), характеризующей влияния размерных факторов на упрочнение производилась с использованием формулы (1)

$$f = \frac{3\zeta(D - \zeta)^2}{D^3}, (1)$$

где  $\zeta$  – величина границы размера зерна,  $D$  – размер зерна.

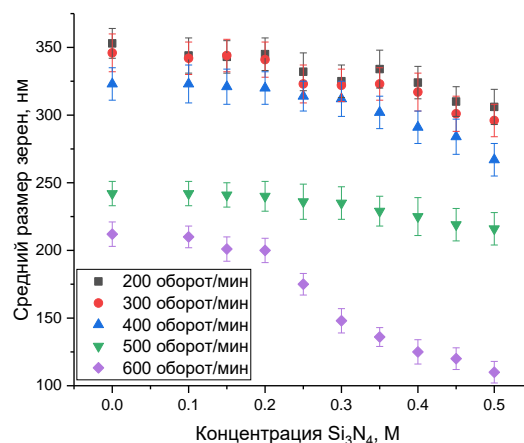
Для измерений использовался микротвердомер Durolin M1 (Metkon, Бурса, Турция), в качестве индентера использовалась алмазная пирамида Виккерса, нагрузка на индентер составляла 100 Н. Количество измерений на каждом образце составляло порядка 25 – 30 индентирований, которые проводились согласно стандартной методике: «настройка высоты образца → нагрузка образца индентером в течение 15 сек → измерение полученного отпечатка и определение значений твердости». При этом измерения проводились с учетом фактора недопущения перекрытия отпечатков индентера, чтобы избежать влияния областей растрескивания вблизи индентера на последующие измерения.

## Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлены результаты изменений среднего размера зерен исследуемых композиционных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик при вариации условий механохимического перемалывания.

Как видно из представленных данных, вариация условий помола приводит к двум типам изменений в  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамиках в зависимости от концентрации выбранных компонент в составе. Первый тип изменений связан с уменьшением размеров зерен при увеличении скорости помола с 200 до 400 оборот/мин, что приводит к незначительному снижению размеров зерен (не более 10 – 15 %) для всех исследуемых концентраций. При этом наиболее выраженные данные изменения в размерах зерен наблюдаются для образцов, в которых концентрация  $\text{Si}_3\text{N}_4$  превышает более 0.3 М. В этом случае снижение размеров зерен может быть объяснено процессами фазовых трансформаций которые происходят при высоких концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Второй тип изменений в размерах зерен наблюдается при увеличении скорости помола с 400 до 500 – 600 оборот/мин,

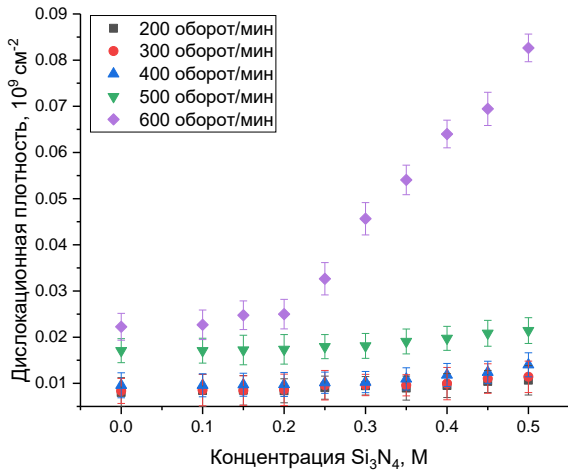
при которых наблюдается резкое снижение среднего значения размеров зерен с 330 – 350 нм до 200 – 250 нм при концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$  равной 0.0 - 0.25 М и резкого уменьшения размеров зерен до 100 – 150 нм для образцов керамик с концентрацией  $\text{Si}_3\text{N}_4$  выше 0.25 М. В этом случае уменьшение среднего размера зерен происходит за счет двух равновероятных эффектов: 1) увеличение скорости помола, приводящему к более выраженной деструкции крупных зерен и их дроблению и 2) увеличение концентрации  $\text{Si}_3\text{N}_4$  приводит к более интенсивным процессам фазовых и структурных трансформаций при высокоскоростном механическом воздействии. При этом анализируя влияние изменений условий перемалывания в случае образцов с различными концентрациями  $\text{Si}_3\text{N}_4$  в композиционных керамиках можно сделать вывод о том, что при изменении условий перемалывания (в частности, скорости измельчения) механохимическое твердофазное воздействие мелющих шаров приводит к дроблению зерен с 350 до 100 - 200 нм, при этом наиболее выраженные изменения размеров зерен наблюдаются при концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$  выше 0.25 М при высоких скоростях помола, что в свою очередь дает возможность получения ультрамелкодисперсных керамик с малыми размерами зерен ( $D$ ), что в дальнейшем может обеспечить упрочнение за счет размерных факторов и высокой дислокационной плотности.



**Рисунок 1** – Результаты оценки среднего размера зерен  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик в зависимости от вариации условий механохимического перемалывания

Как известно, уменьшение размеров зерен, приводит к увеличению количества границ зерен, а также дислокационной плотности ( $\delta$ ), которая обратна пропорциональна величине  $D^2$ . Из чего следует, что уменьшение размеров зерен приводит к увеличению дислокационной

плотности, изменение которой наиболее проявляется для мелкодисперсных керамик. На рисунке 2 представлены результаты изменения дислокационной плотности  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик в зависимости от условий перемалывания и изменений концентрации компонент в составе.



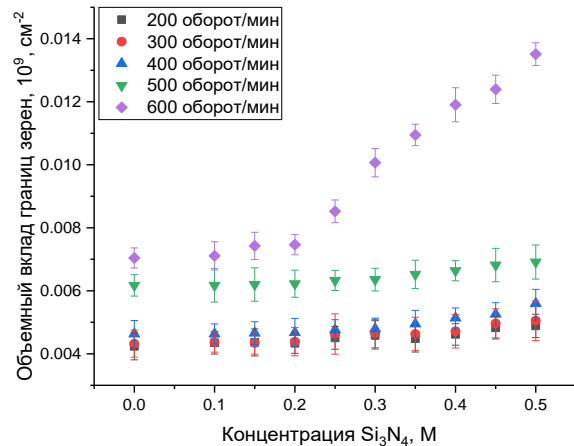
**Рисунок 2** – Результаты изменения дислокационной плотности  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик в зависимости от вариации условий получения

Общий вид представленных данных изменений дислокационной плотности имеет хорошее согласие с данными изменения размеров зерен, а также наиболее выраженные изменения дислокационной плотности наблюдаются для образцов  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик, полученных при скорости помола 600 оборот/мин, для которых при концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$  выше 0.25 М наблюдается резкое уменьшение размеров зерен и как следствие увеличение дислокационной плотности более чем в 2.5 – 4 раза по сравнению с  $\text{ZrO}_2$  керамиками без добавления  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

На рисунке 3 представлены результаты оценки изменения величины объемного вклада границ зерен ( $f$ ), величина которого является одним из важных факторов в упрочнении керамик наравне с дислокационной плотностью, так как в случае большого количества границ зерен, их вклад может оказать упрочняющий эффект при внешних воздействиях на образе (механических, радиационных, коррозионных).

Как видно из представленных данных, изменения величины ( $f$ ) имеет схожий характер, что и изменение величины дислокационной плотности в зависимости от условий вариации перемалывания керамик, и концентрации компонент, что свидетельствует о том, что

данные факторы могут оказать равновероятное влияние на изменение упрочнения керамик при механических воздействиях. При этом наибольшее изменение величины ( $f$ ), как и в случае изменений дислокационной плотности наблюдается при максимальной скорости перемалывания (600 оборот/мин) при высоких концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (более 0.25 М).



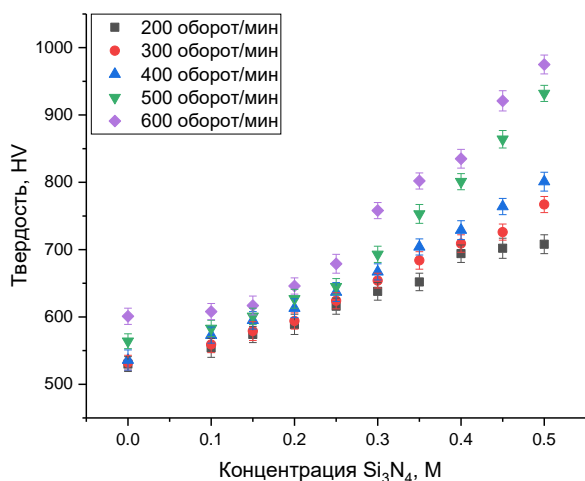
**Рисунок 3** – Результаты изменения величины объемного вклада границ зерен ( $f$ ) в зависимости от изменения условий получения  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик

Ключевыми важными характеристиками, определяющими потенциал применения керамических материалов в качестве конструкционных материалов, являются их прочностные свойства. Как известно, диоксид циркония и нитрид кремния обладают одними из наиболее высоких значений твердости среди оксидных и нитридных керамик, а также высокой устойчивостью к растрескиванию при механическом воздействии, что позволяет использовать их в качестве основы для тугоплавких материалов, которые эксплуатируются в условиях повышенных механических нагрузок, а также внешних воздействий.

На рисунке 4 представлены результаты оценки изменения значений твердости композиционных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик измеренные методом индентирования.

Как видно из представленных данных, изменение твердости характеризуется двумя типами изменений, которые связаны как с вариацией состава  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик (при изменении концентрации компонент), так и изменениями скорости помола (вариация которой, как было показано на рисунке 3.1 приводит к изменению размеров зерен). При этом,

в случае исходных  $\text{ZrO}_2$  керамик, изменение твердости составляет порядка 10–20 % при вариации скорости помола (изменения размеров зерен) обусловлено размерными эффектами (изменениями дислокационной плотности и объемной доли границ зерен), так как в данном случае изменений, связанных с вариацией компонент или фазовых трансформаций нет. Согласно полученным данным видно, что увеличение концентрации  $\text{Si}_3\text{N}_4$  в составе керамик, вне зависимости от скорости перемалывания наблюдается увеличение значений твердости, что обусловлено более высокими значениями твердости  $\text{Si}_3\text{N}_4$  керамик (порядка 800–900 HV). Данный эффект может быть объяснен наличием межфазных границ при спекании двухкомпонентных керамик, формирование которых наравне с размерными эффектами оказывают положительный эффект на упрочнение керамик.

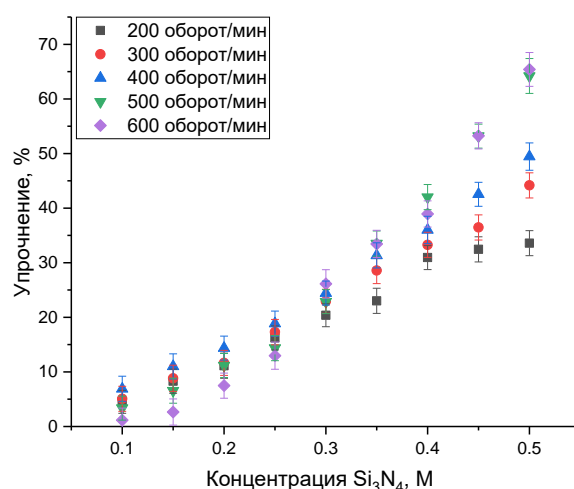


**Рисунок 4** – Результаты изменения твердости в зависимости от условий вариации получения  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик

На основе изменений значений твердости  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик в сравнении со значениями твердости, полученными для  $\text{ZrO}_2$  керамик, перемолотых и отожженных при тех же условиях (в случае когда  $x = 0$  M), были рассчитаны значения эффективности упрочнения керамик, величина которой представлена на рисунке 5.

Как видно из представленных данных, максимальное упрочнение в  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамиках достигается при совокупности двух факторов: при больших концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , а также при изменении скорости перемалывания. При этом влияние скорости перемалывания

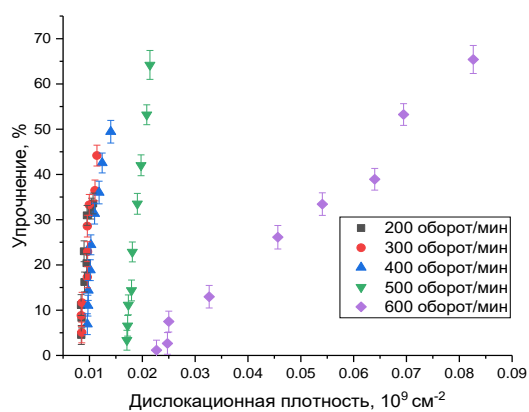
наиболее проявляется только в случае высоких скоростей (500–600 оборот/мин), а также при больших концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (более 0.25 M). При этом максимальная величина упрочнения составляет порядка 50–70 %, что свидетельствует о достаточно высоких изменениях прочностных характеристик керамик, которые наиболее выражены для больших концентраций  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , что помимо размерных эффектов приводит к формированию межфазных границ, наличие которых также приводит к упрочнению.



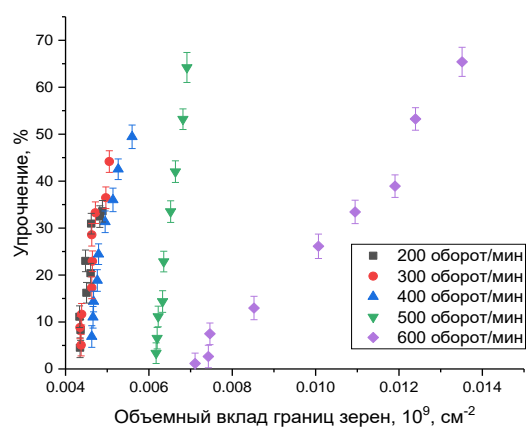
**Рисунок 5** – Результаты упрочнения керамик в зависимости от условий вариации получения  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик

Одними из ключевых факторов, влияющих на упрочнение  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик, полученных при различных условиях перемалывания, изменение которых приводит к вариации размеров зерен, могут играть эффекты, связанные с дислокационной плотностью и объемным вкладом границ зерен, изменение которых напрямую связано с изменениями размеров получаемых зерен. На рисунке 6 представлены результаты оценки влияния размерных факторов (дислокационной плотности и объемного вклада границ зерен) на упрочнение полученных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик.

Как видно из представленных данных, оба фактора (дислокационная плотность и объемный вклад границ зерен) имеют равновероятное влияние на упрочнение, при этом наиболее выражены данные изменения наблюдаются при изменении концентрации компонент керамик, что приводит также к формированию межфазных границ, наличие которых также приводит к упрочнению и увеличению устойчивости к внешним воздействиям (механическим).



а)



б)

а) Зависимость изменения степени упрочнения от дислокационной плотности; б) Зависимость изменения степени упрочнения от величины объемного вклада границ зерен.

**Рисунок 6** – Результаты оценки влияния размерных факторов (дислокационной плотности и объемного вклада границ зерен) на упрочнение

Основываясь на проведенных исследованиях можно сделать вывод о том, что использование механохимического твердофазного перемалывания путем варьирования скорости перемалывания (измельчения) приводит к возможности управления размерными эффектами при получении композиционных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик. При этом варьируя условия перемалывания (скорость помола), а также концентрацию исходных компонент в составе

$x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик можно получить высокопрочные керамики, которые обладают высокой устойчивостью к внешним воздействиям.

### Заключение

В ходе исследований, связанных с обработкой режимов получения композиционных  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик с применением метода механохимического твердофазного перемалывания и последующего термического спекания при вариации условий получения (изменений скорости перемалывания и концентрации компонент) были получены следующие результаты. При изменении скорости перемалывания было установлено, что наиболее выраженные изменения морфологических особенностей  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик наблюдаются при скоростях перемалывания 500 – 600 оборот/мин, для которых наблюдается более чем 1.5-2.5 – кратное уменьшение размеров зерен, которое приводит к увеличению дислокационной плотности и объемной доли границ зерен. При этом наиболее выраженные размерные эффекты (уменьшение размеров зерен) наблюдаются для  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик с концентрацией  $\text{Si}_3\text{N}_4$  равной 0.25 – 0.5 М. В ходе измерений прочностных характеристик было установлено, что ключевую роль в упрочнении играют размерные эффекты (изменение дислокационной плотности и концентрации объемного вклада границ зерен), увеличение которых приводит к более чем 1.5 – кратному увеличению значений твердости образцов керамик. Также на изменение твердости  $x\text{Si}_3\text{N}_4 - (1-x)\text{ZrO}_2$  керамик оказывает влияние изменение соотношения концентраций компонент, согласно которым увеличение весового вклада  $\text{Si}_3\text{N}_4$  приводит к увеличению упрочнения керамик, которое наиболее проявлено при высоких концентрациях  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

### Благодарность

Данная работа выполнена в рамках программно-целевого финансирования (программа No. BR21882237 «Разработка и исследование перспективных композиционных материалов для энергетики и топливного цикла») при поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования РК.

### Литература

- 1 Capps N., Schappel D., Nelson A. Initial development of an RIA envelope for dispersed nuclear fuel //Annals of Nuclear Energy. – 2020. – Vol.148. – P.107719.
- 2 Lee W. E. et al. Nuclear applications for ultra-high temperature ceramics and MAX phases //Ultra-High Temperature Ceramics: Materials for Extreme Environment Applications. – 2014. – P.391-415.

- 3 Mistarihi Q. M. et al. Thermal conductivity of Mo-reinforced ZrO<sub>2</sub> composites fabricated by spark plasma sintering for inert matrix fuels //Materials & Design. – 2017. – Vol.134. – P.476-485.
- 4 Liu Y., Alberga M., Wu Y. Spark plasma sintering of oxides and carbide dispersed zirconia inert matrix fuels //Ceramics International. – 2014. – Vol.40. – №.4. – P.5313-5320.
- 5 Cheng T., Baney R. H., Tulenko J. The feasibility of using molten carbonate corrosion for separating a nuclear surrogate for plutonium oxide from silicon carbide inert matrix //Journal of nuclear materials. – 2010. – Vol.405, №. 2. – P.126-130.
- 6 Hayes J. R., Grosvenor A. P., Saoudi M. Investigation of the Thermal Stability of Nd<sub>x</sub>Sc<sub>y</sub>Zr<sub>1-x-y</sub>O<sub>2-δ</sub> Materials Proposed for Inert Matrix Fuel Applications //Inorganic Chemistry. – 2016. – Vol.55. – №.3. – P.1032-1043.
- 7 Hedberg M. Production and Characterization of ZrN and PuN Materials for Nuclear Fuel Applications. Thesis for the Degree of Doctor of Philosophy // Department of Chemistry and Chemical Engineering, CHALMERS UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, Gothenburg, Sweden. – 2016. – 104 p.
- 8 Frost B. R. T. Nuclear Fuel Elements: design, fabrication and performance. – Elsevier, 2013. – 275 p.
- 9 Cramer C. L. et al. Additive manufacturing of ceramic materials for energy applications: Road map and opportunities //Journal of the European Ceramic Society. – 2022. – Vol.42. – №. 7. – P.3049-3088.
- 10 Xiang F. et al. A new method to simulate dispersion plate-type fuel assembly in a multi-physics coupled way //Annals of Nuclear Energy. – 2022. – Vol.166. – P.108734.
- 11 Hou M., Zhou X., Liu B. Beryllium oxide utilized in nuclear reactors: Part I: Application history, thermal properties, mechanical properties, corrosion behavior and fabrication methods //Nuclear Engineering and Technology. – 2022. – Vol.54. – Iss.12. – P.4393-4411.
- 12 Vignesh S. et al. Mechanical loading and tribological studies on boron carbide (B<sub>4</sub>C) and lead (Pb) particles dispersed epoxy-based multilayered composites //Advances in Materials Sc and Eng. – 2022. – Vol. 2022. – P.1-10.

### References

- 1 N. Capps, D. Schappel, A. Nelson, Annals of Nuclear Energy, 148, 107719 (2020).
- 2 W.E. Lee, et al., Ultra-High Temperature Ceramics: Materials for Extreme Environment Applications, 391-415 (2014).
- 3 Q.M. Mistarihi, et al., Materials & Design, 134, 476-485 (2017).
- 4 Y. Liu, M. Alberga, Y. Wu, Ceramics International, 40 (4), 5313-5320 (2014).
- 5 T. Cheng, R.H. Baney, J. Tulenko, Journal of nuclear materials, 405 (2), 126-130 (2010).
- 6 J.R. Hayes, A.P. Grosvenor, M. Saoudi, Inorganic Chemistry, 55 (3), 1032-1043 (2016).
- 7 M. Hedberg, Production and Characterization of ZrN and PuN Materials for Nuclear Fuel Applications. Thesis for the Degree of Doctor of Philosophy, (Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden, 2016), 104 p.
- 8 B.R.T. Frost, Nuclear Fuel Elements: design, fabrication and performance, (Elsevier, 2013), 275 p.
- 9 C.L. Cramer, et al., Journal of the European Ceramic Society, 42 (7), 3049-3088 (2022).
- 10 F. Xiang, et al., Annals of Nuclear Energy, 166, 108734 (2022).
- 11 M. Hou, X. Zhou, B. Liu, Nuclear Engineering and Technology, 54 (12), 4393-4411 (2022).
- 12 S. Vignesh, et al., Advances in Materials Science and Engineering, 2022, 1-10 (2022).

#### История статьи:

Поступила 06 марта 2024 г.  
Поступила с учётом замечаний 12 марта 2024 г.  
Принята 14 марта 2024 г.

#### Article history:

Received 06 March 2024  
Received in revised form 12 March 2024  
Accepted 14 March 2024

#### Информация об авторах:

1. **Инеш Кенжина** (автор корреспондент) – PhD, Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева (Казахстан, г.Алматы, email: kenzhina@physics.kz).
2. **Артём Козловский** – PhD, Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева, Институт ядерной физики (Казахстан, г.Алматы email: kozlovskiy.a@inp.kz).
3. **Актолкын Толенова** – PhD, Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева (Казахстан, г.Алматы, email: a.tolenova@satbayev.university).

#### Information about authors:

1. **Inesh Kenzhina** (corresponding author) – PhD, Satbayev University (Almaty, Kazakhstan, email: kenzhina@physics.kz).
2. **Artem Kozlovkiy** – PhD, Satbayev University, Institute of Nuclear Physics (Almaty, Kazakhstan, email: kozlovskiy.a@inp.kz).
3. **Aktolkyn Tolenova** – PhD, Satbayev University (Almaty, Kazakhstan, email: a.tolenova@satbayev.university).