

## ВЛИЯНИЕ ПРОТОННОГО И НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА АГРЕГАТНО- И ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННУЮ СТРУКТУРУ ЗТА КОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ

А.В. Малецкий<sup>1)</sup>, Д.Р. Беличко<sup>1)</sup>, Р.Ш. Исаев<sup>1), 2)</sup>

<sup>1)</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина,

ул. Розы Люксембург 72, Донецк 283048, Россия,

Sashamalecki097@gmail.com, danil.belichko@yandex.ru, isayev\_rafael@mail.ru

<sup>2)</sup>Объединенный институт ядерных исследований,

ул. Жолио Кюри 6, 141980 Дубна, Россия

В работе представлены результаты исследования влияния облучения протонами и нейтронами на агрегатно- и дисперсно-упрочненную структуру композитной керамики состава  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\%$  YSZ ( $\text{ZrO}_2 + 3\text{ мол.}\% \text{Y}_2\text{O}_3$ ) (ZTA) ( $n = 0, 1, 5, 10, 15$  вес.%), полученную в результате обработки компактов высоким гидростатическим давлением (ВГД) (300 и 700 МПа). Доза облучения для протонов с энергией 2 МэВ составила ( $D_p$ ) =  $1 \cdot 10^{17}$  ед/см<sup>2</sup>, а для нейтронов с энергией 4.5 МэВ ( $D_n$ ) =  $2 \cdot 10^{12}$  ед/см<sup>2</sup>. Исследование структуры керамических композитов методом СЭМ показало образование дефектов в структуре ZTA керамики при облучении в зависимости от ВГД и содержания YSZ. Также методом СЭМ зафиксирован эффект дробления зерен YSZ в керамике с агрегатно-упрочненной структурой под действием облучения протонами и нейтронами, заключающийся в значительном уменьшении среднего размера зерен наполнителя алюмоциркониевой матрицы. В ходе исследования установлено, что эффект дробления зерен в материале наблюдается только в отношении частиц YSZ и не наблюдается в отношении зерен  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , что может быть связано с особенностями строения кристаллических решеток  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  и  $t\text{-ZrO}_2$ .

**Ключевые слова:** композитная керамика; структура; оксид алюминия; диоксид циркония; протоны; нейтроны; облучение.

## EFFECT OF PROTON AND NEUTRON IRRADIATION ON THE AGGREGATE- AND DISPERSION-STRENGTHENED STRUCTURE OF ZTA COMPOSITE CERAMICS

Aleksandr Maletskii<sup>1)</sup>, Danil Belichko<sup>1)</sup>, Rafael Isayev<sup>1), 2)</sup>

<sup>1)</sup>Galkin Donetsk Institute for Physics and Engineering,

72 Rozy Lyuksemburg Str., 83114 Donetsk, Russia,

Sashamalecki097@gmail.com, danil.belichko@yandex.ru, isayev\_rafael@mail.ru

<sup>2)</sup>Joint Institute for Nuclear Research,

6 Joliot-Curie Str., 141980 Dubna, Moscow Region, Russia

This study presents the results of an investigation into the effects of proton and neutron irradiation on the aggregate- and dispersion-strengthened structure of composite ceramics with the composition  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\%$  YSZ ( $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol.}\% \text{Y}_2\text{O}_3$ ) (ZTA) ( $n = 0, 1, 5, 10, 15 \text{ wt.}\%$ ), fabricated by processing compacts under high hydrostatic pressure (HHP) (300 and 700 MPa). The irradiation dose for 2 MeV protons was ( $D_p$ ) =  $1 \cdot 10^{17}$  particles/cm<sup>2</sup>, while for 4.5 MeV neutrons, it was ( $D_n$ ) =  $2 \cdot 10^{12}$  particles/cm<sup>2</sup>. Scanning electron microscopy (SEM) analysis of the ceramic composites' surface structure revealed the formation of a significant number of defects in the ZTA (zirconia-toughened alumina) ceramic structure, depending on the HHP level and YSZ content. Additionally, SEM imaging captured a neutron irradiation-induced grain fragmentation effect in the composite ceramic with an aggregate-strengthened structure, manifested by a substantial reduction in the average grain size of the filler within the alumina. The study established that the grain fragmentation effect was observed only in YSZ particles and not in  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  grains, which may be attributed to the distinct crystal lattice structures of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  and  $t\text{-ZrO}_2$ . In dispersion-strengthened ceramic composite systems with the composition  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\%$  YSZ ( $n = 5, 10, 15 \text{ wt.}\%$ ) (HHP 700 MPa), irradiation led to the diffusion-driven redistribution of the alloying element within the ceramic structure, resulting in the formation of zirconia "chains" of varying lengths in the alumina matrix. The obtained data indicate that the aggregate-strengthened

structure (HHP 300 MPa) of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + n% YSZ (n = 0, 1 wt.%) ceramics and the dispersion-strengthened structure (HHP 700 MPa) of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + n% YSZ (n = 5, 10, 15 wt.%) ceramics exhibit resistance to structural defect formation under both proton and neutron irradiation. These findings suggest promising potential for the application of these ceramics in radiation-exposed environments.

**Keywords:** composite ceramics; structure; aluminium oxide (alumina); zirconium dioxide (zirconia); protons; neutrons; irradiation.

## Введение

Использование ZTA (Zirconia Toughened Alumina) (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – YSZ (ZrO<sub>2</sub> + 3 мол.%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)) композитных систем в качестве конструкционных деталей ядерной энергетики или аэрокосмической отрасли требует всестороннего изучения свойств данного материала [1].

Успешное применение указанного композита в условиях интенсивных радиационных воздействий зависит от многих факторов, которыми являются появление дополнительных видов деградации, таких, как радиационная ползучесть или появление разных видов дефектов структуры [2, 3]. Однако механические и физические изменения, возникающие под действием высокоэнергетических частиц и излучения в алюмоциркониевой керамике, остаются в значительной степени неизученными и требуют детального рассмотрения. Особый интерес в этом плане вызывает изучение влияния ионизирующего облучения на ZTA керамический композит с различной структурой, который был получен из порошков метастабильного оксида алюминия [4].

Таким образом, целью данной работы является изучение влияния высокоэнергетических частиц на структуру ZTA керамики состава  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + n% YSZ (n = 0, 1, 5, 10, 15 вес.%), полученной при ВГД 300 и 700 МПа.

## Методика эксперимента

Порошки для исследования были получены методом совместного химического осаждения из растворов солей. Кристаллизацию проводили прокаливанием гидроксидов на воздухе при температуре 1000 °С

с выдержкой в течение 2 ч. Полученные порошки имели состав Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $\gamma$ + $\theta$  модификации) + n% YSZ, где n = 0, 1, 5, 10, 15 вес.%.

Компактирование проводилось методом одноосного прессования при давлении 20 МПа, затем компакты подвергались обработке высоким гидростатическим давлением при давлениях 300 и 700 МПа. Полученные компакты спекались на воздухе при температуре 1550 °С. Синтезированная керамика имела двухфазную композитную структуру: матрица в виде ромбоэдрического  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и наполнитель - тетрагональный t-ZrO<sub>2</sub>.

Облучение керамики протонами и нейтронами проводили на электростатическом ускорителе ЭГ-5 в ЛНФ ОИЯИ [5]. Доза облучения протонами ( $D_p$ ) с энергией 2 МэВ составила  $1 \cdot 10^{17}$  ед/см<sup>2</sup>. Доза облучения нейтронами с энергией 4.5 МэВ составила  $2 \cdot 10^{12}$  ед/см<sup>2</sup>.

## Результаты и их обсуждение

Рентгенофазовый анализ показал, что протонное и нейтронное облучение композитной, двухфазной керамики указанного состава не вызвало изменений фазового состава обеих фаз в керамическом композите независимо от типа структуры.

Методом СЭМ установлено, что облучение керамических композитов протонами и нейтронами сводится к структурным изменениям в исследуемой керамике: появлению дефектов структуры в виде пор разного размера и формы, дроблению частиц YSZ с уменьшением их среднего размера и смещению зерен YSZ из их первоначального положения под действием радиационно-ускоренной диффузии.

Дробление зерен YSZ под действием протонов и нейтронов в алюмооксидной матрице может происходить по границам субзерен наполнителя. Считается, что раздробленные частицы YSZ обладают большей реакционной способностью и диффузионной подвижностью, что приводит к эффекту радиационно-ускоренной диффузии зерен диоксида циркония в матрице оксида алюминия со смещением их из первоначальных положений с образованием дефектов структуры в виде пор.

В пользу данного предположения свидетельствуют микроснимки керамики состава  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 10\% \text{YSZ}$  после облучения протонами и нейтронами в сравнении со структурой композита до облучения (рис. 1).

Увеличение пористости в системе  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 10\% \text{YSZ}$  также связано с диффузионными процессами в керамике под действием протонов и нейтронов. В исследуемых материалах значительное развитие пористости наблюдается в системах с дисперсно-упрочненной структурой (ВГД 700 МПа) и не зависит от полученной дозы, что говорит о том, что ключевую роль в порообразовании играет структура керамического композита.

### Заключение

Исследование структуры поверхности керамики составов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + n\% \text{YSZ}$  ( $n = 1, 5, 10, 15$  вес.%) (ВГД 300 и 700 МПа) после облучения протонами и нейтронами показало, что воздействие высокоэнергетических частиц приводит к структурным изменениям в исследуемой композитной керамике.

Изменение структуры в композитной керамике заключается в эффекте дробления зерен YSZ с уменьшением их среднего размера в  $\sim 2$  раза, появлению дефектов структуры в виде пор разного размера и смещению зерен YSZ из их первоначальных положений. Установлено, что эффект дробления зерен в исследуемом материале

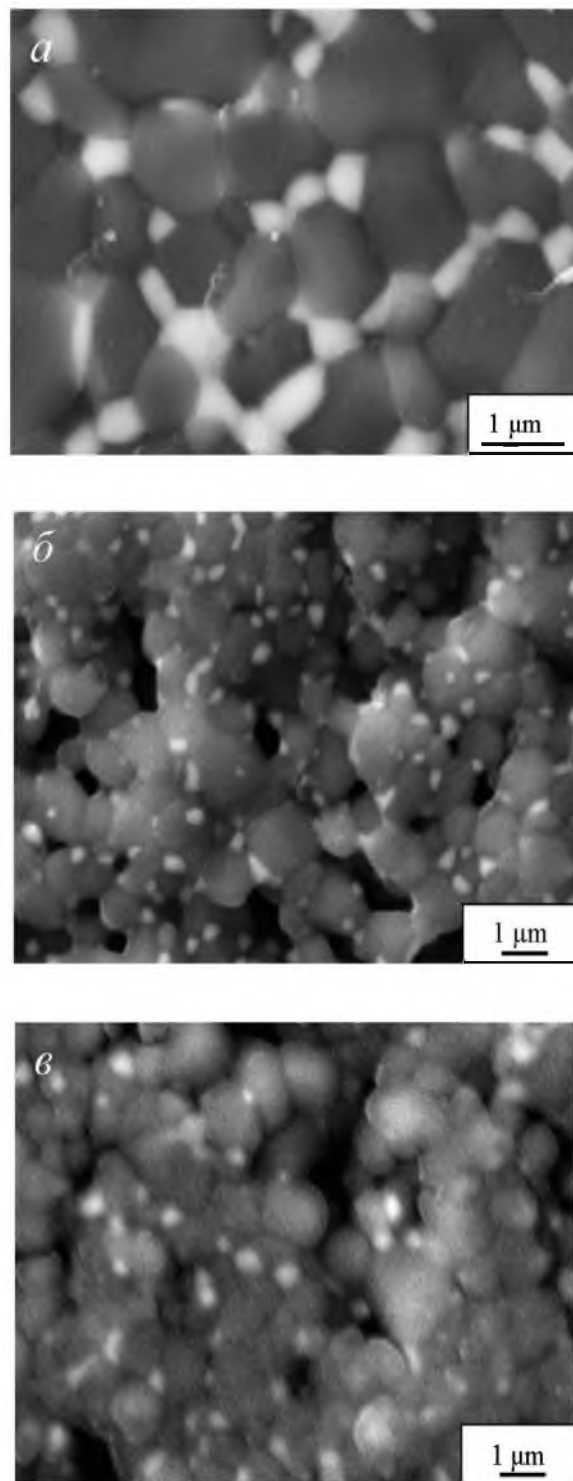


Рис. 1. Структура поверхности керамики состава  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + 10\% \text{YSZ}$ : а – до облучения; б – после облучения протонами, в – после облучения нейтронами  
наблюдается только в отношении частиц  $\text{ZrO}_2$ .

Исследования выполнены при поддержке РНФ, грант № 24-72-10072, <https://rscf.ru/project/24-72-10072/>.

### Библиографические ссылки

1. García Ferré, F., Mairov A., Ceseracciu L. *et al.* Radiation endurance in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoceramics. *Scientific Reports* 2016; 6: 33478.
2. Углов В.В. Радиационные процессы и явления в твердых телах. Минск: Вышэйшая школа, 2016. 188 с.
3. Калин Б.А. (ред.). Физическое материаловедение. Том 5: Материалы с заданными свойствами. Москва: НИЯУ МИФИ; 2012. 672 с.
4. Maletskyi A.V., Konstantinova T.E., Volkova G.K., Belichko D.R., Doroshkevich A.S., Popov E., Cornei N., Jasinska B., Mezentseva Zh.V., Tatarinova A.A., Mirzayev M.N., Khiem L.H., Ristić I., Teofilović V., Balvanović R., High hydrostatic pressure influence on the properties and tendency to agglomeration of ZrO<sub>2</sub> grains of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – YSZ composite ceramics system. *Ceramics International* 2023; 49(10): 16044-16052.
5. Ledo Pereda L.M., Semenov V.N., Rikhvitsky V.S., *et al.* Ion Beam Scanning System for EG-5 Accelerator. *Physics of Particles and Nuclei Letters* 2024; 21: 938-945.