

І. О. Марек, О. К. Рубан, В. П. Редько, М. І. Даниленко, С. А. Корній,
О. В. Дуднік*

ВПЛИВ ТЕМПЕРАТУРИ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ ВИХІДНИХ ПОРОШКІВ НА "СТАРІННЯ" КОМПОЗИТІВ СИСТЕМИ $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$

Досліджено вплив температури термічної обробки вихідного нанокристалічного порошку складу (% (мол.)) $92,5ZrO_2—2,5Y_2O_3—5CeO_2$ на прискорене "старіння" спеченого композита системи $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$. Визначено, що на фазовий склад композитів впливає ступінь завершеності фазового перетворення $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$ у вихідних порошках: кількість $M-ZrO_2$ збільшується у зразках, які знаходяться на температурних границях фазового перетворення $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$.

Ключові слова: система $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$, гідротермальний синтез, $T-ZrO_2$, $M-ZrO_2$, трансформаційне зміцнення, прискорене "старіння".

Вступ

Композити на основі ZrO_2 перспективні для створення різноманітних конструкційних матеріалів, у тому числі медичного призначення [1, 2]. Максимально високий вміст метастабільного тетрагонального твердого розчину на основі ZrO_2 ($T-ZrO_2$) в композитах на основі ZrO_2 визначає унікальні характеристики міцності матеріалу завдяки дії механізму трансформаційного зміцнення та обумовлює схильність матеріалу до старіння у присутності води. Тому із застосуванням кераміки $T-ZrO_2$, незважаючи на високу хімічну стійкість й інертність, слід враховувати ефект старіння (низькотемпературної деградації властивостей), що виникає в результаті впливу вологого середовища на її фізико-хімічні властивості [3—5]. Старіння відбувається шляхом поступального неконтрольованого перетворення $T-ZrO_2 \rightarrow M-ZrO_2$ на поверхні композита, викликаного присутністю вологи, що призводить до поверхневої шорсткості і мікророзтріскування [6, 7]. Один зі шляхів вирішення проблеми старіння матеріалів на основі ZrO_2 — спільна стабілізація ZrO_2 оксидами ітрію і церію [8], тобто створення біоінертних композитів системи $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ [9].

Фактором оптимального мікроструктурного проектування біоінертних матеріалів на основі ZrO_2 системи $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ є використання нанокристалічного порошку на основі ZrO_2 , стабілізованого Y_2O_3 та CeO_2

* І. О. Марек — молодший науковий співробітник Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ; О. К. Рубан — науковий співробітник цієї ж установи; В. П. Редько — кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник цієї ж установи; М. І. Даниленко — кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник цієї ж установи; С. А. Корній — кандидат технічних наук, старший науковий співробітник Фізико-механічного інституту ім. Г. В. Карпенка НАН України, м. Львів; О. В. Дуднік — доктор хімічних наук, старший науковий співробітник, завідувача відділом Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ.

[10]. Властивості вихідних нанокристалічних порошків визначаються методом їх одержання. Застосування гідротермального синтезу у лужному середовищі приводить до вироблення м'якоагломерованих порошків твердих розчинів на основі ZrO_2 , що характеризуються підвищеною активністю до спікання [11—13]. Це обумовлено тим, що після гідротермального синтезу у лужному середовищі нанокристалічних порошків системи $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ утворюється термодинамічно нерівноважна система, до складу якої входить низькотемпературний метастабільний кубічний твердий розчин на основі ZrO_2 (F- ZrO_2) [14].

Основна вимога технології трансформаційно-зміцнених матеріалів на основі ZrO_2 — формування T- ZrO_2 , здатного до фазового переходу $T-ZrO_2 \rightarrow M-ZrO_2$ під дією прикладеного механічного напруження. Отже, склад вихідного порошку повинен знаходитися в області існування T- ZrO_2 на відповідних діаграмах систем, що обмежують систему $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ [10, 15, 16]. Цей висновок став основою для вибору складу порошку для дослідження (% (мол.)): $92,5ZrO_2—2,5Y_2O_3—5CeO_2$, який позначимо $Zr(2,5Y5Ce)$.

Мета даної роботи — дослідити вплив температури термічної обробки вихідного нанокристалічного порошку на прискорене старіння композитів системи $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$.

Матеріали та методи дослідження

Вихідними речовинами для синтезу нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ обрано оксихлорид цирконію $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$, нітрати ітрію $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ та церію $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$. Процес гідротермального синтезу детально представлено в роботі [17]. Термічну обробку вихідного нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ проведено за температур 400, 550, 700, 850, 1000, 1150 та 1300 °C у лабораторній електропечі Nabertherm LTN08/17. Термін витримки 2 год.

Властивості порошків досліджено методами рентгенофазового аналізу (ДРОН-1,5, CuK_α -випромінення, швидкість сканування — 1—4 град/хв, $2\theta = 15—90^\circ$), диференційно-термічного аналізу (дериватограф Q-1500 D, швидкість нагріву в інтервалі температур 20—1000 °C становила 10 °C/хв), електронної мікроскопії (мікроскопи JEM-2100 F, ZEISS EVO 40 XVP), мікрорентгеноспектрального аналізу (Philips Analytical X-ray). Розмір первинних частинок розраховано за формулою Шеррера [18]. Мікроструктурний аналіз здійснено петрографічним методом на мікроскопі МІН-8 з використанням стандартного набору імерсійних рідин (збільшення 60—620). Питому поверхню одержаних нанокристалічних порошків визначено за методом теплової адсорбції азоту (БЕТ).

Для встановлення фазової стабільності композитів з порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ вибрано метод прискореного старіння матеріалів у гідротермальних умовах. Обробка матеріалів в гідротермальних умовах за температури 140 °C і тиску до 250 кПа з наступним визначенням ступеня перетворення $T-ZrO_2 \rightarrow M-ZrO_2$ дозволяє прогнозувати стійкість матеріалу до низькотемпературної деградації властивостей (стабільності фазового складу). Випробування зразків у гідротермальних умовах

(140 °С, 7 год) еквівалентно 20 рокам знаходження біоімплантату в організмі людини [19]. Крім цього, застосовано повторну витримку зразків у гідро-термальних умовах з терміном 7 год для додаткового дослідження зміни фазового складу композитів $Zr(2,5Y5Ce)$ у процесі прискореного старіння.

Для експериментів по визначенню стабільності фазового складу композитів з термічно обробленого за різних умов нанокристалічного порошку методом холодного одновісного пресування сформовано зразки, які спечено в повітрі за температури 1350 °С, 1,5 год. Охолодження зразків проведено разом з піччю. Відносна щільність зразків після спікання змінювалася від 0,9 до 0,98. Випробування проведено в автоклаві, який використано для одержання вихідного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$. Після закінчення експериментів (7 та 14 год) зразки охолоджували разом з автоклавом. Стабільність фазового складу композитів після спікання та обробки у автоклаві визначали за результатами РФА. Критерій оцінки — відсутність або присутність у невеликій кількості (до 5%) $M-ZrO_2$ на рентгенограмах зразків після прискореного старіння.

Результати та їх обговорення

Результати хімічного аналізу показали, що склад порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ відповідає розрахованому, а домішки (CaO , HfO_2 , La_2O_3 , Nd_2O_3) в сумі становлять не більше 1% (мас.).

За даними мікроструктурного аналізу, у вихідній суміші утворилися два типи ізотропних агломератів: прозорі агломерати, по краях яких розташовуються шари дрібнозернистої фази з високим рельєфом, та дрібнозернисті. Таким чином, кристалізація порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ в процесі гідротермального синтезу не завершилася: утворився нанокристалічний порошок та залишилася прозора рентгеноаморфна фаза. За даними диференційно-термічного аналізу визначено, що кристалізація цієї фази проходить за температури 280 °С.

Після гідротермального синтезу у порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ утворилася термодинамічно нерівноважна система, до складу якої входить низькотемпературний метастабільний кубічний твердий розчин на основі ZrO_2 ($F-ZrO_2$). Розмір первинних частинок, за даними РФА, складає 8 нм. Питома поверхня становить 110 м²/г.

Дослідження морфології одержаного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ показало, що в ньому сформувалася трирівнева структура: первинні частинки—агрегати—агломерати. Морфологію порошку представлено на рис. 1. Видно, що первинні частинки округлої форми розміром 5—10 нм (рис. 1, *a*) утворюють агрегати розміром 20—100 нм (рис. 1, *б*). Пряме розділення ґраток (рис. 1, *a*) підтверджує, що кристалізація твердого розчину на основі ZrO_2 проходить в процесі гідротермального синтезу. Агрегати первинних частинок зібрано у м'які нещільні агломерати (рис. 1, *в*). На рис. 1, *г* видно, що розмір агломератів подовженої та округлої форм, які з'єднані між собою, досягає 5 мкм.

Зміну фазового складу нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ в процесі термічної обробки в інтервалі 400—1300 °С представлено в (табл. 1). За результатами РФА встановлено, що низькотемпературний

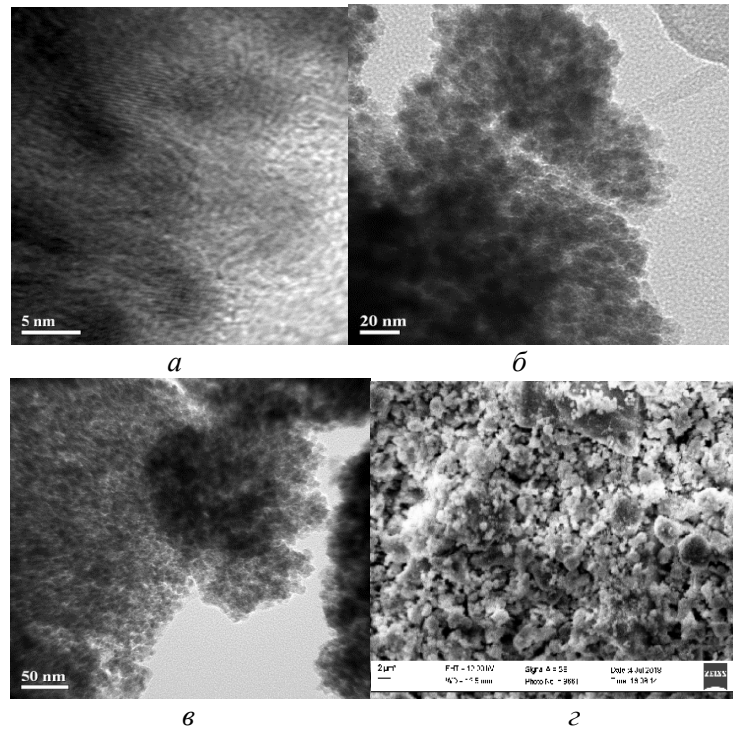


Рис. 1. Морфологія первинних частинок (*a*), агрегатів (*б*) та агломератів (*в*, *г*) нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$

Fig. 1. Morphology of primary particles (*a*), aggregates (*b*) and agglomerates (*c*, *d*) of nanocrystalline powder $Zr(2,5Y5Ce)$

$F-ZrO_2$ залишається до 700 °С. Підвищення температури термічної обробки порошку до 850 °С супроводжується фазовим перетворенням $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$ (табл. 1). Вказане перетворення завершується після термічної обробки за 1000 °С і до 1300 °С фазовий склад порошку не змінюється. Фазу $M-ZrO_2$ після термічної обробки порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ не ідентифіковано.

Під час фазового переходу $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$ розмір первинних частинок збільшується в 2,5 рази (табл. 1). Обробка порошку вище 1000 °С супроводжується його спіканням. На (рис. 2) видно, що в процесі термічної обробки порошку $Zr(2,5Y5Ce)$, під час якої має місце фазове перетворення твердого розчину на основі ZrO_2 , ущільнюються агрегати та агломерати первинних частинок та утворюються перешийки між ними.

Питома поверхня нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ зменшується від 110 до 1 м²/г після термічної обробки в інтервалі 400—1300 °С (табл. 1). У цьому разі питома поверхня змінюється у декілька етапів: 400—550 °С, 550—1000 °С та 1000—1300 °С. Фазове перетворення $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$, яке, за даними мікроструктурного аналізу, розпочинається за температури вище 400 °С, супроводжується ростом первинних частинок та інтенсивним зниженням питомої поверхні порошку. Після спікання нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ в інтервалі

Т а б л и ц я 1. Зміна властивостей порошку Zr(2,5Y5Ce) при термічній обробці

Table 1. Varying the Zr(2,5Y5Ce) powder properties at heat treatment

Температура термічної обробки порошку, °С	Фазовий склад	Розмір первинних частинок, нм	Питома поверхня, м ² /г
Вихідний стан	F-ZrO ₂	5	110
400	F-ZrO ₂	7	80
550	F-ZrO ₂	7	79
700	F-ZrO ₂	8	60
850	F-ZrO ₂ , сліди Т-ZrO ₂	10	42
1000	Т-ZrO ₂	14	7
1150	Т-ZrO ₂	20	2
1300	Т-ZrO ₂	20	1

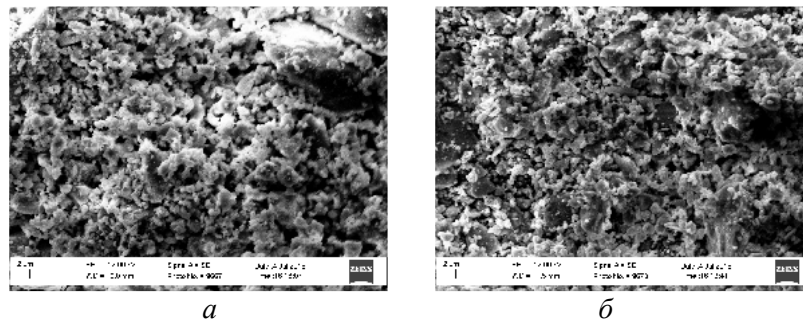


Рис. 2. Морфологія нанокристалічного порошку Zr(2,5Y5Ce) після термічної обробки за температур 700 (а) та 1000 °С (б)

Fig. 2. Morphology of nanocrystalline powder Zr(2,5Y5Ce) after heat treatment at 700 (a) and 1000 °C (b)

1150—1300 °С питома поверхня порошку зменшується до 1 м²/г.

Зміну параметрів кристалічних ґраток F-ZrO₂ та Т-ZrO₂ в процесі термічної обробки розраховано за даними карток № 27-0997 для F-ZrO₂ та № 17-0923 (1314-23-4 CASNumber)—для Т-ZrO₂. Результати розрахунку наведено у табл. 2. Видно, що з підвищенням температури до 850 °С параметри ґратки F-ZrO₂ монотонно зменшуються табл. 2, це свідчить про фазове перетворення F-ZrO₂ → Т-ZrO₂. Існування Т-ZrO₂ підтверджено результатами РФА лише після термічної обробки за температури 850 °С, що зумовлено роздільною здатністю методу РФА. Об'єм елементарної комірки Т-ZrO₂ та ступінь тетрагональності збільшуються після термічної обробки за температур 1150 та 1300 °С.

Т а б л и ц я 2. Зміна параметрів кристалічної ґратки нанокристалічного порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ після термічної обробки в інтервалі 400—1300 °С

Table 2. Varying the crystalline lattice parameters of nanocrystalline powder $Zr(2,5Y5Ce)$ after heat treatment from 400 to 1300 °C

$T, ^\circ\text{C}$	$a_f \cdot 10^{-1}$, нм	$a_f \cdot 10^{-1}$, нм	$c_f \cdot 10^{-1}$, нм	$V_f \cdot 10^{-3}$, нм ³	$V_f \cdot 10^{-3}$, нм ³	Ступінь тетрагональності, $c_f/a_f \cdot 10^{-1}$, нм
Вихід- ний	5,1569	-	-	137,14	-	-
400	5,1342	-	-	135,33	-	-
550	5,1281	-	-	134,86	-	-
700	5,1271	-	-	134,78	-	-
850	-	3,6070	5,1522	-	136,76	1,0284
1000	-	3,6053	5,1894	-	139,74	1,0394
1150	-	3,6086	5,1918	-	139,94	1,0439
1300	-	3,6045	5,1980	-	140,44	1,0440

Фазовий склад композитів після прискореного старіння в гідротермальних умовах з різним терміном витримки наведено у табл. 3. Фаза $M-ZrO_2$ з'являється у різній кількості у всіх зразках вже після першого старіння (7 год). Після термічної обробки порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ в інтервалі 400—700 °С його склад, за даними РФА (табл. 1), не змінюється — $F-ZrO_2$. Мікроструктурний аналіз показав, що фазове перетворення $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$ в порошок починається за температури вище 400 °С. З табл. 2 слідує, що вміст $M-ZrO_2$ в композитах знижується після початку вказаного фазового перетворення в вихідних порошках. Найменшу кількість $M-ZrO_2$ (2% (мас.)) визначено у зразку, одержаному з порошку $Zr(2,5Y5Ce)$ після термічної обробки за температури 700 °С. Вміст $M-ZrO_2$ різко збільшується (до 14%) у зразку з порошку, термічно обробленого за температури 850 °С. За даними РФА, саме цей порошок $Zr(2,5Y5Ce)$ знаходиться на границі завершеності фазового перетворення $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$. Після утворення $T-ZrO_2$ у вихідному порошок вміст $M-ZrO_2$ в композитах зі старінням знижується і подальша термічна обробка вихідного порошку суттєво не впливає на кількість $M-ZrO_2$ (табл. 2). Подальше збільшення витримки композитів до 14 год у гідротермальних умовах призводить до суттєвого зростання кількості

Т а б л и ц я 3. Зміна фазового складу зразків після прискореного старіння

Table 3. Changing the phase composition of samples after accelerated aging

Температура термічної обробки вихідного порошку, °С	Фазовий склад зразків, %			
	7 год		14 год	
	T-ZrO ₂	M-ZrO ₂	T-ZrO ₂	M-ZrO ₂
400	90	10	70	30
550	95	5	52	48
700	98	2	63	37
850	86	14	61	39
1000	94	6	60	40
1150	98	2	84	16
1300	93	7	63	37

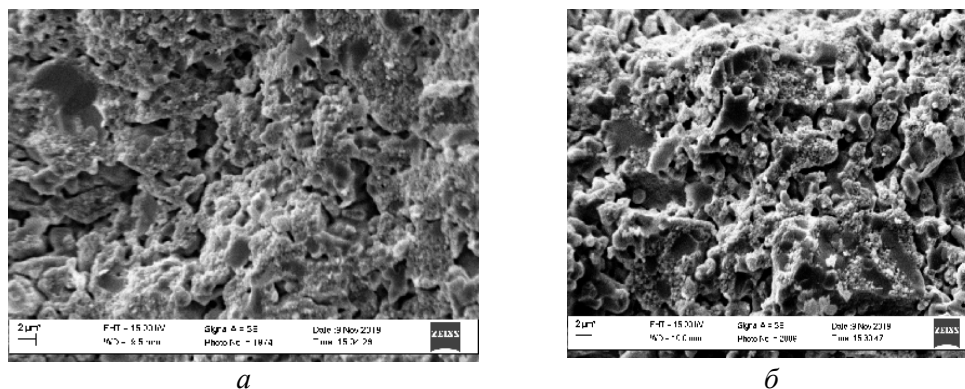


Рис. 3. Фрактограми зразків з порошку Zr(2,5Y5Ce), термічно обробленого за температури 700 °С, після першого (а) та другого (б) старіння в гідротермальних умовах

Fig. 3. The digraphs of specimens from powder Zr(2.5Y5Ce), heat treated at 700 °C after the first (a) and second (b) aging in hydrothermal conditions

M-ZrO₂ (табл. 2). Фрактограми зламів зразків представлено на рис. 3. Видно, що під час збільшення витримки в гідротермальних умовах зростає розмір структурних складових та поруватість зразків, що призводить до подальшого фазового перетворення T-ZrO₂ → M-ZrO₂.

Висновки

Встановлено, що ступінь фазового перетворення T-ZrO₂ → M-ZrO₂ в процесі прискореного старіння композитів системи ZrO₂—Y₂O₃—CeO₂ у

волоному середовищі визначається температурою термічної обробки вихідного порошку. Завершеність фазового перетворення $F\text{-ZrO}_2 \rightarrow T\text{-ZrO}_2$ після ТО вихідного порошку складу (% (мол.)) $92,5\text{ZrO}_2\text{—}2,5\text{Y}_2\text{O}_3\text{—}5\text{CeO}_2$ обумовлює кількість $M\text{-ZrO}_2$, що утворюється в композитах з прискореним старінням: вміст $M\text{-ZrO}_2$ збільшується у зразках, які знаходяться на границі фазового перетворення $F\text{-ZrO}_2 \rightarrow T\text{-ZrO}_2$. Одержані дані буде використано для мікроструктурного проектування матеріалів медичного призначення.

РЕЗЮМЕ. Исследовано влияние температуры термической обработки исходного нанокристаллического порошка состава (% (мол.)) $92,5\text{ZrO}_2\text{—}2,5\text{Y}_2\text{O}_3\text{—}5\text{CeO}_2$ на ускоренное старение композитов системы $\text{ZrO}_2\text{—Y}_2\text{O}_3\text{—CeO}_2$. Определено, что на фазовый состав композитов влияет степень завершенности фазового превращения $F\text{-ZrO}_2 \rightarrow T\text{-ZrO}_2$ в исходных порошках. Вмист $M\text{-ZrO}_2$ увеличивается в образцах, которые находятся на температурных границах фазового превращения $F\text{-ZrO}_2 \rightarrow T\text{-ZrO}_2$.

Ключевые слова: система $\text{ZrO}_2\text{—Y}_2\text{O}_3\text{—CeO}_2$, гидротермальный синтез, $T\text{-ZrO}_2$, $M\text{-ZrO}_2$, трансформационное упрочнение, ускоренное "старение".

1. *Prakasam Myth.* Biodegradable materials and metallic implants — A review / [Myth. Prakasam, J. Locs, Kr. Salma-Ancane et al.] // *J. Funct. Biomater.* — 2017. — **8**. — P. 44—59; doi:10.3390/jfb8040044
2. *Kang Ch.-W.* State of the art of bioimplants manufacturing: part I / Cheng-Wei Kang, Feng-Zhou Fang // *Adv. Manuf.* — 2018. — **6**. — P. 20—40.
3. *Гайко Г. В.* Керамічні головки на основі диоксиду цирконію для ендопротеза кульшового суглоба / [Г. В. Гайко, В. В. Лашнева, О. О. Розенберг та ін.] // *Вісник ортопедії, травматології та протезування.* — 2010. — № 3. — С. 5—10.
4. *Hannink R. H. J.* Transformation toughening in zirconia — containing Ceramics / R. H. J. Hannink, P. M. Kelly, B. C. Muddle // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2000. — **83**, No. 3. — P. 461—487. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x>
5. *Reddy Ch.* Synthesis and structural, optical, photocatalytic, and electrochemical properties of undoped and yttrium-doped tetragonal ZrO_2 nanoparticles / [Chandragiri Venkata Reddy, I. Neelakanta Reddy, Jaesool Shim et al.] // *Ceram. Int.*, Режим доступа к документу: (<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.04.020>).
6. *Manicone P. F.* An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications / P. F. Manicone, P. R. Iommetti, and L. Raffaelli // *Dentistry.* — 2007. — **35**. — P. 819—826.
7. *Марек І. О.* Особливості мартенситного перетворення в композитах на основі ZrO_2 / І. О. Марек, О. В. Дуднік // *Современные проблемы физического материаловедения.* — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2017. — Вып. 26. — С. 43—49.
8. *Djurado E.* Crystallite size effect on the tetragonal monoclinic transition of and oped nanocrystalline zirconia studied by XRD and Raman

- spectrometry / E. Djurado, P. Bouvier, G. Lucazeau // J. Solid. Chem. — 2000. — **149**. — P. 399—407.
9. *Dudnik E. V.* Phase diagrams of refractory oxide system and microstructural design of materials / [E. V. Dudnik, S. N. Lakiza, Ya. S. Tishchenko et al.] // Powder. Metallurgy and Metal. Ceramics. — 2014. — **53**, No. 5—6. — P. 303—310.
 10. *Stubican V. S.* Phase equilibria and metastabilities in the system ZrO_2 — MgO , ZrO_2 — CaO and ZrO_2 — Y_2O_3 // Advan. Ceram. Scien. Technol. Zirconia III. — American Ceramic Society, Columbus, OH. — 1988. — **24**. — P. 71—82.
 11. *Espinoza-González R.* Hydrothermal growth and characterization of zirconia nanostructures on non-stoichiometric zirconium oxide / [Rodrigo Espinoza-González, Edgar Mosquera, Ítalo Moglia et al.] // Ceram Int. — 2014. Режим доступа к документу: (<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.07.034>).
 12. *Reddy Ch.* Synthesis and structural, optical, photocatalytic, and electrochemical properties of undoped and yttrium-doped tetragonal ZrO_2 nanoparticles / [Chandragiri Venkata Reddy, I. Neelakanta Reddy, Jaesool Shim et al.] // Ibid. Режим доступа к документу: (<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.04.020>).
 13. *Grain Growth.* Characteristics of hydrothermally prepared yttria stabilized zirconia nanocrystals during calcination / [Growth Grain. Li Fei, Li Yanhuai et al.] // Rare Metal Mater. Engineering. — 2017. — **46** (4). — P. 899—905.
 14. *Dudnik E. V.* Variation in properties of ZrO_2 — Y_2O_3 — CeO_2 — Al_2O_3 powders during thermal treatment at 400 to 1300 °C / E. V. Dudnik and A. V. Shevchenko // Powder Metallurgy Metal Ceramics. — 2010. — **49**, No. 3—4. — P. 125—134.
 15. *Dudnik E. V.* Microstructural design of ZrO_2 — Y_2O_3 — CeO_2 — Al_2O_3 materials / [E. V. Dudnik, A. V. Shevchenko, A. K. Ruban et al.] // Ibid. — 2011. — **49**, No. 9—10. — P. 528—536.
 16. *Андрієвська Е. Р.* Взаємодія оксиду церія з оксидами цирконія і іттрія при 1500 °C / Е. Р. Андрієвська, В. П. Редько, Л. М. Лопато // Порошкова металургія. — 2001. — № 7/8. — С. 109—118.
 17. *Марек І. О.* Нанокристалічні порошки на основі ZrO_2 для виготовлення композитів, стійких до процесу старіння / [І. О. Марек, О. К. Рубан, В. П. Редько та ін.] // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. — 2017. — **15**, № 1. — С. 91—98.
 18. *Kamminga J.-D.* Diffraction line broadening analysis if broadening is caused by both dislocations and limited crystallite size / J. D. Kamminga, L. J. Seijbel // J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. — 2004. — **109**. — P. 65—74. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.109.005>.
 19. *Deville S.* Influence of surface finish and residuals on the sintering sensitivity of biomedical grade zirconia / S. Deville, J. Chevalier, L. Gremillard // Biomaterials. — 2006. — **27**. — P. 2186—2192.

Надійшла 13.10.18

Marek I. O., Ruban A. K., Red'ko V. P., Danilenko M. I.,
Korniy S. A., Dudnik O. V.

**Effect of the heat treatment temperature of initial powders on “aging”
of composites in the $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ system**

The effect of the thermal treatment temperature, of the initial nanocrystalline powder (% (mol)) of $92,5ZrO_2—2,5Y_2O_3—5CeO_2$ on the accelerated “aging” of the sintered composites of the $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ system was investigated. It was determined that the phase composition of composites was influenced by the degree of completeness of the $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$ phase transformation in the powders: $M-ZrO_2$ increases in samples that are on the temperature boundaries of the phase transformation of $F-ZrO_2 \rightarrow T-ZrO_2$.

Keywords: $ZrO_2—Y_2O_3—CeO_2$ system, hydrothermal synthesis, $T-ZrO_2$, $M-ZrO_2$, transformation hardening, accelerated “aging”.