

**ФИЗИКАЛЫҚ ҒЫЛЫМДАР  
PHYSICAL SCIENCES  
ФИЗИЧЕСКИЕ НАУКИ**

УДК 666.365; 666.364  
МРНТИ 29.19.04

<https://doi.org/10.55452/1998-6688-2024-21-1-114-122>

<sup>1,2\*</sup>Гаранин Ю.А.,

докторант, ORCID ID: 0000-0002-0759-4329, \*e-mail: jorge.r2448@gmail.com

<sup>1</sup>Шакирзянов Р.И.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-9908-3034, e-mail: halfraf@mail.ru

<sup>1,2</sup>Козловский А.Л.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-8832-7443, e-mail: kozlovskiy.a@inp.kz

<sup>1,2</sup>Шлимас Д.И.,

PhD, ORCID ID: 0000-0003-2454-7177, e-mail: shlimas@mail.ru

<sup>1,2</sup>Боргеков Д.Б.,

PhD, ORCID ID: 0000-0002-9727-0511, e-mail: borgekov@mail.com

<sup>1</sup>Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, 010000, г. Астана, Казахстан

<sup>2</sup>Астанинский филиал Института ядерной физики, 010000, г. Астана, Казахстан

**СИНТЕЗ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ КЕРАМИК  
ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO****Аннотация**

В данной работе был исследован фазовый состав и микроструктура многокомпонентных керамик ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO в зависимости от концентрации компонентов. Определены зависимости между концентрацией элементов в исходной шихте и фазовым составом, объемной усадкой, плотностью и микроструктурой синтезированных образцов. Методом рамановской спектроскопии установлено, что добавление к исходной матрице ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub> смеси Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO не приводит к образованию твердого раствора ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO. С увеличением содержания Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO происходит увеличение объемной усадки и плотности, что может быть связано с образованием жидкой фазы системы WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при температуре 1450 °С и, как следствие, более эффективной миграции пор и дефектов к поверхности. Анализ СЭМ-изображений поперечных сечений полученных образцов показал, что все образцы обладают развитой морфологией с различными формами зерен.

**Ключевые слова:** многокомпонентные керамики, твердофазный синтез, жаропрочные материалы, ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO.

**Введение**

Несмотря на интенсивное развитие современного керамического материаловедения, проблемы, связанные с износом и долговечностью использования деталей, работающих в условиях

высоких температур, остаются актуальными [1, 2]. Благодаря своим превосходным свойствам (рекордная для оксидных керамик вязкость разрушения, высокие показатели износостойкости и прочности на изгиб, а также низкий коэффициент трения и высокая температура плавления) диоксид циркония ( $ZrO_2$ ) является перспективным материалом для использования в качестве матрицы жаропрочных и износостойких керамик [3, 4]. В то же время высокая температура спекания и мартенситный переход тетрагональной фазы  $ZrO_2$  ( $t - ZrO_2$ ) в моноклинную ( $m - ZrO_2$ ) при температуре 1000 °C требуют дальнейшего совершенствования данного типа керамик. Одним из перспективных материалов для понижения температуры спекания может оказаться оксид вольфрама ( $WO_3$ ).  $WO_3$  нашел применение при производстве топливных элементов, суперконденсаторов, элементов в фотокатализе и водородной энергетике [5–7]. Благодаря высокой стабильности при температурах до 1600 °C и относительно высокой твердости (8,5–9 по шкале Мооса)  $WO_3$  подходит для армирования  $ZrO_2$ . Из анализа фазовых диаграмм  $WO_3$  с другими оксидными соединениями установлено, что добавление  $Al_2O_3$  способствует образованию эвтектики с температурой плавления в диапазоне 1200–1300 °C [8], что дополнительно позволит понизить температуру спекания образцов. Добавление  $Al_2O_3$  к матрице  $ZrO_2$  позволит минимизировать фактор распространения трещин, возникающих при эксплуатации изделий в условиях высоких температур, его зерна за счет больших значений твердости (9,5–9 по шкале Мооса) способствуют диссипации энергии распространяющейся трещины в результате ее отклонения от начального направления [9]. Однако добавление оксидов вольфрама и алюминия не решает проблему со стабилизацией тетрагональной фазы оксида циркония. Для решения данной проблемы прибегают к легированию  $ZrO_2$  такими оксидами, как  $SeO_2$ ,  $Y_2O_3$ ,  $CaO$  и  $MgO$  [10–12]. Среди перечисленных оксидных соединений  $MgO$  обладает наивысшей температурой плавления (2852 °C), а также образует с  $Al_2O_3$  шпинель  $MgAl_2O_4$ , которая обладает хорошими механическими свойствами.

На данный момент нет информации о фазовом составе и микроструктуре многокомпонентных керамик  $ZrO_2:WO_3:Al_2O_3:MgO$ . Решение данной проблемы методами численного моделирования является весьма трудоемкой задачей, в связи с чем необходимо получить сведения о фазовом составе и микроструктуре многокомпонентных керамик  $ZrO_2:WO_3:Al_2O_3:MgO$  экспериментальным методом.

### Методы и материалы

Синтез многокомпонентных керамик проводился методом твердофазного спекания из оксидов металлов  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $WO_3$ ,  $MgO$ . За основу была взята смесь  $ZrO_2:WO_3$  с соотношением 1:1. Для подготовки исходной шихты смешивали  $ZrO_2:WO_3$  и  $Al_2O_3:MgO$  с различными концентрациями, представленными в таблице 1. Перед твердофазным спеканием исходная смесь в нужных пропорциях гомогенизировалась в планетарной мельнице Pulverisette 6 в режиме: 250 об/мин в течение 30 мин. Из полученных шихт подготавливали пресс-порошки путем добавления 1 масс. % поливинилового спирта (пластификатора). Для этого исходные порошки смешивали на магнитной мешалке с водным раствором пластификатора. Затем суспензия высушивалась до получения сухого сыпучего порошка. Для получения образцов для твердофазного спекания полученные пресс-порошки прессовались с использованием стальной пресс-формы из нержавеющей стали при приложенном давлении 200 МПа в течение 10 секунд. Полученные образцы имели форму таблетки с диаметром 12,1 мм и толщиной 1–1,8 мм. Спекание проводилось при температуре 1500 °C в течение 5 часов в муфельной печи Nabertherm LHT 08/18 в воздушной атмосфере с остыванием камеры в естественных условиях до комнатной температуры в течение 24 часов.

Таблица 1 – Состав экспериментальных образцов

№ образца	Массовая доля $ZrO_2$ , %	Массовая доля $WO_3$ , %	Массовая доля $Al_2O_3$ , %	Массовая доля $MgO$ , %
1	50	50	–	–
2	–	–	50	50
3	47,5	47,5	2,5	2,5
4	45	45	5	5
5	42,5	42,5	7,5	7,5
6	40	40	10	10
7	37,5	37,5	12,5	12,5

Объемная усадка полученных образцов измерялась по формуле  $(1 - V_{\text{после спекания}}/V_{\text{до спекания}}) \cdot 100\%$  путем измерения геометрических размеров таблеток до спекания и после. Рентгеновские дифрактограммы регистрировались с помощью дифрактометра Rigaku SmartLab при комнатной температуре. В качестве источника рентгеновского излучения использовалась медная трубка Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ). Съемка дифрактограммы производилась в геометрии Брегга-Брентано ( $\theta$ - $\theta$  скан) с шагом  $0.01^\circ$  и скоростью  $3^\circ/\text{мин}$ . Анализ дифрактограмм выполнялся с помощью софта DifracEva V.4.2.1. Уточнение фазового состава проводилось методом рамановской спектроскопии. Спектры комбинационного рассеивания регистрировались с помощью рамановского микроскопа EnSpectr на длине волны лазерного излучения 582 нм. Поперечные сечения синтезированных образцов исследовались методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на сканирующем электронном микроскопе Hitachi tabletop TM 3030.

### Основные положения

На данный момент времени нет данных о фазовом составе и микроструктуре многокомпонентных керамик  $ZrO_2:WO_3:Al_2O_3:MgO$ . В то же время известно, что свойства керамик во многом зависят от фазового состава и микроструктуры образцов. Применение численных методов моделирования для прогнозирования структурных параметров является весьма трудоемкой задачей, в связи с чем необходимо получить данную информацию экспериментальным путем. В данной работе впервые был проведен эксперимент по синтезу и определению зависимостей между составом экспериментальных образцов керамик  $ZrO_2:WO_3:Al_2O_3:MgO$  в зависимости от состава.

### Результаты и обсуждения

На рисунке 1 (стр. 117) представлены рентгеновские дифрактограммы полученных образцов. На рисунке 1(а) представлены дифрактограммы  $ZrO_2:WO_3$  и  $Al_2O_3:MgO$  керамик.  $ZrO_2:WO_3$  керамика характеризуется преимущественным содержанием моноклинной фазы диоксида циркония (PDF 01-070-2491, пр. гр. P21/c), а также незначительным содержанием в образце фазы  $Al_2(WO_4)_3$  (PDF 00-024-1101, пр. гр. Pnca). Наличие фазы  $Al_2(WO_4)_3$  в исходном образце можно объяснить тем, что из-за низкой точки плавления ( $1254^\circ\text{C}$ ) и образования эвтектики между  $Al_2O_3$  и  $WO_3$  произошла диффузия атомов алюминия из тигля в керамику.  $Al_2O_3:MgO$  керамика характеризуется исключительно фазой  $MgAl_2O_4$  (PDF 01-073-1959, пр. гр. Fd-3m).

Образцы № 3–7 характеризуются многофазной структурой с преимущественным содержанием  $m - ZrO_2$ . В образце № 3 при добавлении 5 масс. %  $Al_2O_3:MgO$  наблюдается незначительное содержание тетрагонального диоксида циркония (PDF 01-078-5751, пр. гр. P42/nmc), стабилизированного  $MgO$ . Между тем с ростом содержания  $Al_2O_3:MgO$  фаза  $t - ZrO_2$  пропадает вследствие образования более реактивной фазы  $MgWO_4$  (PDF 00-027-0789, пр. гр. P2/a).

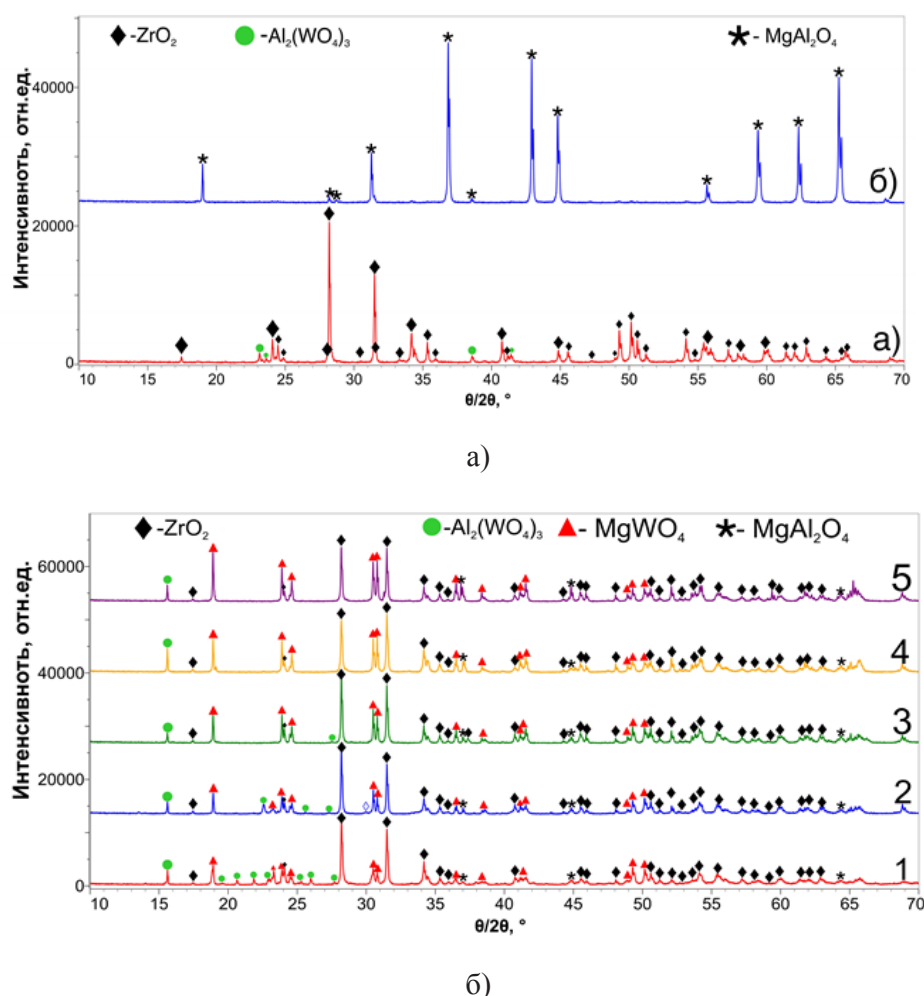


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы керамик  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3\text{:Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$ , где а(а)) образец № 1, а(б)) образец № 2, б. 1) образец № 3, б(2)) образец № 4, б(3)) образец № 5, б(4)) образец № 6, б(5)) образец № 7

На рисунке 2 (стр. 118) представлены рамановские спектры синтезированных образцов  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3\text{:Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  с разными концентрациями  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{MgO}$ . При анализе спектров керамики  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3$  были обнаружены моды, характерные для моноклинной фазы оксида циркония ( $178, 190, 222, 306, 333, 347, 382, 475, 501, 537, 557, 615, 637 \text{ см}^{-1}$ ) [13], а также мода при  $1049 \text{ см}^{-1}$ , относящаяся к соединению  $\text{Al}_2(\text{WO}_4)_3$  [14]. Как уже упоминалось ранее, данное соединение могло образоваться в результате взаимодействия материала тигля с порошком при отжиге. Пики при  $210, 306, 403, 669, 724$  и  $765 \text{ см}^{-1}$  на рамановских спектрах порошка  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  указывают на наличие фазы  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  [15, 16]. При добавлении 2,5 масс.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и 2,5 масс.%  $\text{MgO}$  к  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3$  помимо моноклинной фазы оксида циркония появляется также тетрагональная фаза оксида циркония с характерными пиками при  $152, 267, 292$  и  $418 \text{ см}^{-1}$  [17] и фаза  $\text{MgWO}_4$  с модами при  $798$  и  $913 \text{ см}^{-1}$  [18]. Дальнейшее повышение содержания  $\text{Al}_2\text{O}_3$  до 5 масс.% и  $\text{MgO}$  5 масс.% приводит к появлению пиков при  $709$  и  $800 \text{ см}^{-1}$ , которые могут указывать на наличие  $\text{WO}_3$  в полученном порошке [19]. При концентрации  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ , равной 15%, пики, относящиеся к соединениям  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  и  $\text{MgWO}_4$ , становятся более интенсивными. Из полученных данных следует, что образцы обладают многофазной структурой. Образование стабилизированной тетрагональной фазы оксида циркония наблюдается только для образца № 3. Данный факт можно объяснить тем, что с увеличением содержания  $\text{MgO}$  происходит об-

разование энергетически более выгодной фазы  $\text{MgWO}_4$  с энтальпией образования в пределах 69–71 кДж мол<sup>-1</sup> [20], в то время как энтальпия образования тетрагональной фазы циркония в результате стабилизации  $\text{MgO}$  -36 кДж мол<sup>-1</sup> [21].

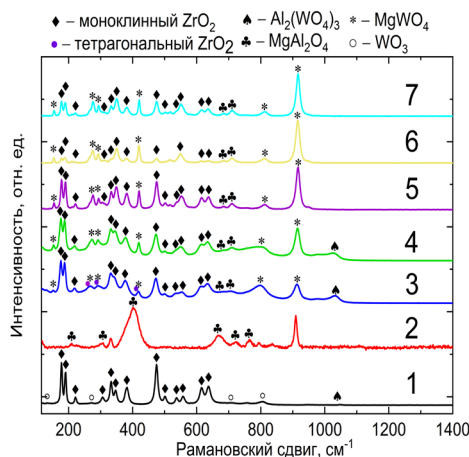


Рисунок 2 – Рамановские спектры керамик  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3\text{:Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$

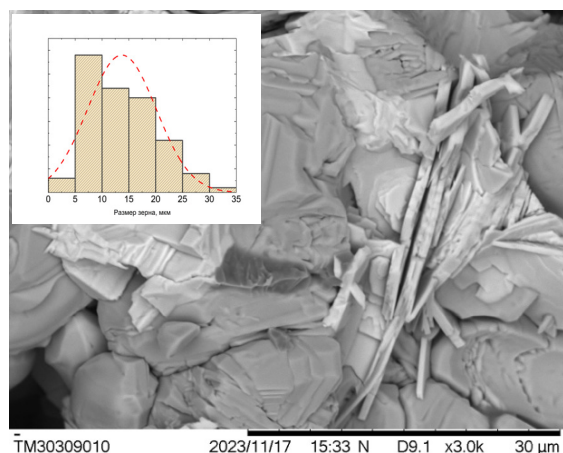
В таблице 2 представлены значения объемной усадки и плотности в зависимости от состава синтезированных образцов. Из представленных данных видно, что с увеличением концентрации  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  наблюдается увеличение значений как объемной усадки, так и плотности. Одной из причин данного эффекта может быть образование жидкой фазы  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:WO}_3$  при температуре 1450 °C и, как следствие, более эффективном процессе миграции пор к поверхности.

Таблица 2 – Фазовый состав, объемная усадка и плотность синтезированных образцов  $(\text{ZrO}_2)_x\text{:}(\text{WO}_3)_x\text{:}(\text{Al}_2\text{O}_3)_x\text{:}(\text{MgO})_x$

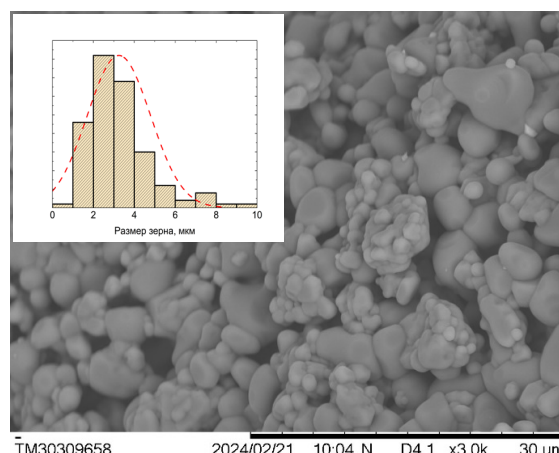
№ образца	Фаза	Объемная усадка, %	Плотность, г/см <sup>3</sup>
1	m-ZrO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	32.3	2.92
2	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	33	2,50
3	m-ZrO <sub>2</sub> t-ZrO <sub>2</sub> MgWO <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	34.7	3,10
4	m-ZrO <sub>2</sub> MgWO <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> WO <sub>3</sub>	34.1	3,79
5	m-ZrO <sub>2</sub> MgWO <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	33.1	3.92
6	m-ZrO <sub>2</sub> MgWO <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	54	3,90
7	m-ZrO <sub>2</sub> MgWO <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> (WO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	32.3	4,19



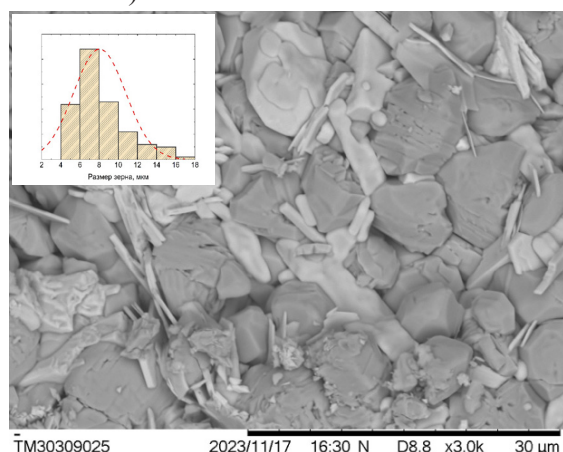
На рисунке 3 представлены СЭМ-изображения поперечных сечений синтезированных образцов в зависимости от концентрации  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{MgO}$ . При добавлении смеси  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{MgO}$  к исходной матрице наблюдается образование структуры с большим набором зерен с разной морфологией поверхности, что согласуется с результатами рамановской спектроскопии.



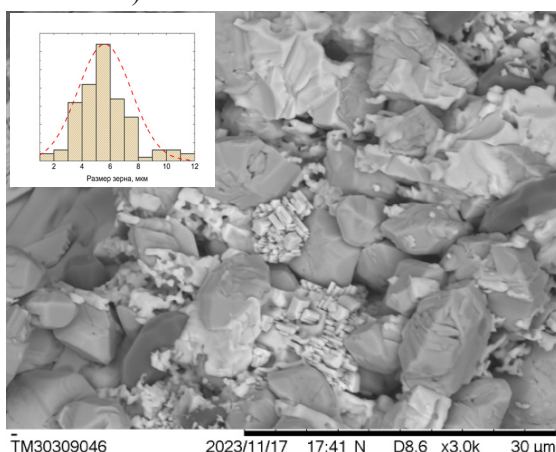
а)



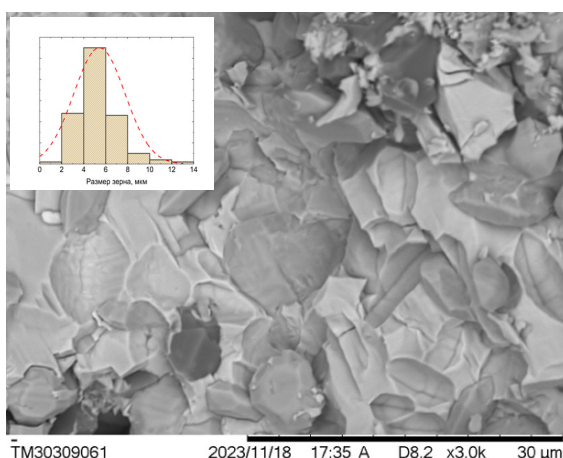
б)



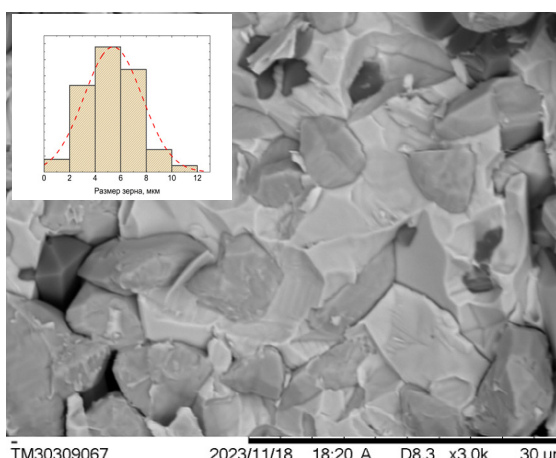
в)



г)



д)



е)

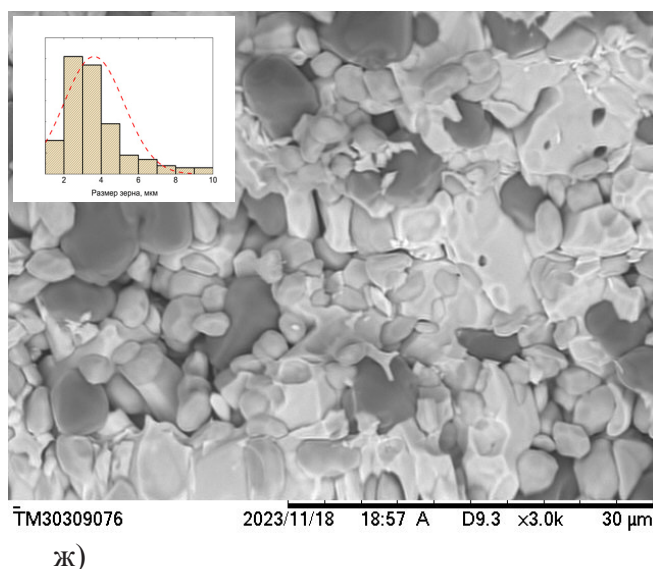


Рисунок 3 – СЭМ-изображения поперечных сечений и распределение размеров зерен керамик  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3\text{:Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$ , где а) образец № 1, б) образец № 2, в) образец № 3, г) образец № 4, д) образец № 5, е) образец № 6, ж) образец № 7

Из СЭМ-изображений видно, что с увеличением содержания в составе  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{MgO}$  происходит уменьшение среднего размера зерна, что приводит к увеличению значений плотности синтезированных образцов. Как видно из рисунка 3, средний размер зерна уменьшается с  $\approx 15$  микрон до  $\approx 4$  микрон при увеличении содержания смеси  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$ . Уменьшение размера можно частично объяснить тем, что при увеличении в составе шихты порошковой смеси  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  частицы  $\text{ZrO}_2$  распределяются так, что не могут достаточно взаимодействовать между собой и не способны «спаиваться» во время процесса спекания. Также можно предположить, что  $\text{WO}_3$  и фазы, содержащие вольфрам, неравномерно распределяются между частицами  $\text{ZrO}_2$  и  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ . По этой причине при образовании жидкой фазы не происходит и ее равномерного распределения по всему объему образца и тем самым не оказывает эффекта «спаивания».

### Заключение

В работе было исследовано влияние концентрации смеси  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  в матрице  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3$ . Установлено, что вне зависимости от концентрации  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  образования твердофазного раствора замещения  $\text{ZrO}_2\text{:WO}_3\text{:Al}_2\text{O}_3\text{:MgO}$  не происходит. Фазовый анализ, выполненный методом рамановской спектроскопии, показал, что полученные керамики, в зависимости от состава включают в себя фазы  $m\text{-ZrO}_2$ ,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{MgWO}_4$ ,  $\text{Al}_2(\text{WO}_4)_3$ ,  $t\text{-ZrO}_2$ . За исключением образца № 3 стабилизации  $t\text{-ZrO}_2$  в образцах не наблюдается из-за образования более «реактивной» фазы  $\text{MgWO}_4$  и, как следствие, недостатка  $\text{MgO}$  для образования твердого раствора  $\text{Zr}_{1-x}\text{Mg}_x\text{O}_2$ . Все образовавшиеся фазы обладают температурой плавления в диапазоне 1400–2400 °C, вследствие чего можно утверждать, что полученные образцы имеют высокую жаропрочность. С увеличением концентрации смеси происходит увеличение значений объемной усадки и плотности синтезированных керамик за счет уменьшения среднего размера зерна. Анализ СЭМ-изображений поперечных сечений показал, что все синтезированные образцы обладают выраженной морфологией поверхности.

**Финансирование.** Исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № BR21882390 «Разработка технологии решений создания и модификации высокопрочных, тугоплавких, жаропрочных композитных керамик и ТОТЭ элементов для альтернативной энергетики и приборостроения»).

## ЛИТЕРАТУРА

- 1 Al-Jothery H.K.M. et al. A review of ultra-high temperature materials for thermal protection system. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2020, vol. 863, no. 1, p. 012003, <https://doi.org/10.1088/1757-899X/863/1/012003>
- 2 Justin J.F., Jankowiak A. Ultra High Temperature Ceramics: Densification, Properties and Thermal Stability. Aerospace Lab, no. 3, 2011, pp. 1–11.
- 3 Qi B. et al. ZrO<sub>2</sub> Matrix Toughened Ceramic Material-Strength and Toughness. Advanced Engineering Materials, vol. 24, no. 6, 2022, p. 2101278, <https://doi.org/10.1002/adem.202101278>.
- 4 Jin X. J. Martensitic transformation in zirconia containing ceramics and its applications. Current Opinion in Solid State and Materials Science, vol. 9, no. 6, 2005, pp. 313–318, <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2006.02.012>.
- 5 Yao Y. et al. A review on the properties and applications of WO<sub>3</sub> nanostructure-based optical and electronic devices. Nanomaterials, vol. 11, no. 8, 2021, p. 2136, <https://doi.org/10.3390/nano11082136>.
- 6 Deb S.K. Opportunities and challenges in science and technology of WO<sub>3</sub> for electrochromic and related applications. Solar Energy Materials and Solar Cells, vol. 92, no. 2, 2008, pp. 245–258, <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2007.01.026>.
- 7 Salimi H. et al. Development of WO<sub>3</sub>-incorporated porous ceramic coating: a key role of WO<sub>3</sub> nanoparticle concentration on methylene blue photodegradation upon visible light illumination. Ceramics International, vol. 49, no.19, 2023, pp. 32181–32192, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.07.191>.
- 8 Waring J. L. Phase Equilibria in the System Aluminum Oxide-Tungsten Oxide. J. Amer. Ceram. Soc., vol. 48, 1965.
- 9 Klingbeil N.W. A total dissipated energy theory of fatigue crack growth in ductile solids. International Journal of Fatigue, vol. 25, no. 2, 2003, pp. 117–128, [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(02\)00073-7](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(02)00073-7).
- 10 Pereira G. K. R. et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, vol. 55, 2016, pp. 151–163, <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.10.017>.
- 11 Porter D.L., Heuer A. H. Microstructural development in MgO-partially stabilized zirconia (Mg-PSZ). Journal of the American Ceramic Society, vol. 62, no. 5–6, 1979, pp. 298–305, <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1979.tb09484.x>.
- 12 Kurakhmedov A.E. et al. Study of the Mechanisms of Polymorphic Transformations in Zirconium Dioxide upon Doping with Magnesium Oxide, as Well as Establishing the Relationship between Structural Changes and Strength Properties. Ceramics, vol. 6, no. 2, 2023, pp. 1164–1178, <https://doi.org/10.3390/ceramics6020070>.
- 13 Zhao X., Vanderbilt D. Phonons and lattice dielectric properties of zirconia. Physical Review B., vol. 65, no. 7, 2002, P. 075105, <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.65.075105>.
- 14 Maczka M. et al. High-pressure Raman study of Al<sub>2</sub>(WO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. Journal of Solid State Chemistry, vol. 177, no. 6, 2004, pp. 2002–2006, <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2004.01.021>.
- 15 Slotznick S.P., Shim S.H. In situ Raman spectroscopy measurements of MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel up to 1400 C. American Mineralogist, vol. 93, no. 2–3, 2008, pp. 470–476, <https://doi.org/10.2138/am.2008.2687>.
- 16 Ma Y. et al. Quantifying Mg–Al cation distribution in MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-spinel using Raman spectroscopy: An experimental calibration. Solid Earth Sciences, vol. 7, no. 1, 2022, pp. 60–71, <https://doi.org/10.1016/j.sesci.2021.09.002>.
- 17 Hemberger Y. et al. Quantification of yttria in stabilized zirconia by Raman spectroscopy. International Journal of Applied Ceramic Technology, vol. 13, no. 1, 2016, pp. 116–124, <https://doi.org/10.1111/ijac.12434>.
- 18 Ruiz-Fuertes J. et al. High-pressure Raman spectroscopy and lattice-dynamics calculations on scintillating MgWO<sub>4</sub>: Comparison with isomorphic compounds. Physical Review B., vol. 83, no. 21, 2011, P. 214112, <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.83.214112>.
- 19 Szilágyi I.M. et al. WO<sub>3</sub> photocatalysts: Influence of structure and composition. Journal of catalysis, vol. 294, 2012, pp. 119–127, <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2012.07.013>.
- 20 Raghavan S., Kay D.A.R. Gibbs free energy of formation of magnesium tungstate from emf measurements. Thermochimica acta, vol. 170, 1990, pp. 13–17, [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(90\)80520-9](https://doi.org/10.1016/0040-6031(90)80520-9).
- 21 Yong D., Zhanpeng J. Optimization and calculation of the ZrO<sub>2</sub>-MgO system. Calphad, vol. 15, no. 1, 1991, pp. 59–68, [https://doi.org/10.1016/0364-5916\(91\)90026-G](https://doi.org/10.1016/0364-5916(91)90026-G).



<sup>1,2</sup>Гаранин Ю.А.,

докторант, ORCID ID: 0000-0002-0759-4329, \*e-mail: jorge.r2448@gmail.com

<sup>1</sup>Шакирзянов Р.И.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-9908-3034, e-mail: halfraf@mail.ru

<sup>1,2</sup>Козловский А.Л.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-8832-7443, e-mail: kozlovskiy.a@inp.kz

<sup>1,2</sup>Шлимас Д.И.,

PhD, ORCID ID: 0000-0003-2454-7177, e-mail: shlimas@mail.ru

<sup>1,2</sup>Боргеков Д.Б.,

PhD, ORCID ID: 0000-0002-9727-0511, e-mail: borgekov@mail.com

<sup>1</sup>Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, 010000, Астана қ., Қазақстан<sup>2</sup>Ядролық физика институтының Астаналық филиалы, 010000, Астана қ., Қазақстан**ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO КӨП КОМПОНЕНТТІ КЕРАМИКА СИНТЕЗИ****Аңдатпа**

Бұл жұмыста компоненттердің концентрациясына байланысты ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO көп компонентті керамикаларының фазалық құрамы мен микроқұрылымы зерттелді. Бастапқы шихтадағы элементтердің концентрациясы мен фазалық құрамы, көлемдік шөгуі, синтезделген үлгілердің тығыздығы мен микроқұрылымы арасындағы тәуелділіктер анықталды. Раман спектроскопиясы арқылы бастапқы ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub> матрицасына Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO қоспасын қосу ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO қатты ерітіндісінің пайда болуына әкелмейтіні анықталды. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO мөлшерінің жоғарылауымен көлемдік шөгу мен тығыздықтың жоғарылауы байқалады, бұл WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> жүйесінің сұйық фазасының 1450 °C температурада пайда болуымен және тері тесігі мен ақаулардың бетіне тиімдірек қоныс аударуымен байланысты болуы мүмкін. Алынған үлгілердің көлденең кималарының СЭМ суреттерін талдау барлық үлгілердің дәннің әртүрлі формалары бар дамыған морфологиясы бар екенін көрсетті.

**Тірек сөздер:** көп компонентті керамика, қатты фазалы синтез, ыстыққа төзімді материалдар, ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO.

<sup>1,2</sup>Garanin YU.A.,

Doctoral student, ORCID ID: 0000-0002-0759-4329, \*e-mail: jorge.r2448@gmail.com

<sup>1</sup>Shakirzyanov R.I.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-9908-3034, e-mail: halfraf@mail.ru

<sup>1,2</sup>Kozlovskiy A.L.,

PhD, ORCID ID: 0000-0001-8832-7443, e-mail: kozlovskiy.a@inp.kz

<sup>1,2</sup>Shlimas D.I.,

PhD, ORCID ID: 0000-0003-2454-7177, e-mail: shlimas@mail.ru

<sup>1,2</sup>Borgekov D.B.,

PhD, ORCID ID: 0000-0002-9727-0511, e-mail: borgekov@mail.com

<sup>1</sup>L.N. Gumilyov Eurasian National University, 010000, Astana, Kazakhstan<sup>2</sup>Astana Branch of the Institute of Nuclear Physics, 010000, Astana, Kazakhstan**SYNTHESIS OF MULTICOMPONENT ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO CERAMICS****Abstract**

In this work, the phase composition and microstructure of multicomponent ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO ceramics were studied depending on the concentration of the components. The dependences between the concentration of elements in the initial charge and the phase composition, volume shrinkage, density and microstructure of synthesized samples are determined. It was found by Raman spectroscopy that the addition of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO mixture to the initial ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub> matrix does not lead to the formation of a ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO solid solution. With an increase in the content of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO, there is an increase in volumetric shrinkage and density, which may be associated with the formation of the liquid phase of the WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system at a temperature of 1450 °C and, as a result, more efficient migration of pores and defects to the surface. The analysis of the SEM images of the cross sections of the obtained samples showed that all samples have a developed morphology with different grain shapes.

**Key words:** multicomponent ceramics, solid-phase synthesis, heat-resistant materials, ZrO<sub>2</sub>:WO<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO.