

УДК 54.057+666.3-16+666.3-127+666.3-128

## ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА НА СВОЙСТВА ПОРОШКОВ И КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ, ЧАСТИЧНО СТАБИЛИЗИРОВАННОГО ОКСИДОМ ИТТРИЯ

© 2025 Н. Ю. Федоренко<sup>1,\*</sup>, О. Л. Белоусова<sup>1</sup>, С. В. Мякин<sup>2</sup>,  
Ю. С. Кудряшова<sup>1</sup>, Т. В. Хамова<sup>1</sup>, А. С. Долгин<sup>1</sup>, Р. Ш. Абиев<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Филиал НИЦ “Курчатовский институт” – ПИЯФ – Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова, 199034, Россия, Санкт-Петербург, наб. Макарова, 24

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет),  
190013, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр., 26

\* e-mail: fedorenkonyu@ya.ru

Поступила в редакцию 27.12.2024

После доработки 13.02.2025

Принята к публикации 27.02.2025

Методом традиционного совместного осаждения гидроксидов и в микрореакторе с встречными интенсивно закрученными потоками реагентов получены ксерогели в системе  $ZrO_2-Y_2O_3$ . Изучены их физико-химические свойства. Выявлены закономерности влияния метода синтеза на фазовый состав порошков и керамики на основе диоксида циркония. Получены керамические материалы с высокими прочностными характеристиками, состоящие из смеси кубической и тетрагональной модификаций  $ZrO_2$ .

**Ключевые слова:** микрореактор с встречными интенсивно закрученными потоками, совместное осаждение гидроксидов, нанопорошки, керамика, частично стабилизированный диоксид циркония

**DOI:** 10.31857/S0132665125010127, **EDN:** EBCWXY

### ВВЕДЕНИЕ

Керамика на основе диоксида циркония ( $ZrO_2$ ), частично стабилизированного 4–5 мол. % оксида иттрия ( $Y_2O_3$ ), является одним из наиболее востребованных материалов, т. к. обладает повышенной прочностью, твердостью, высокой трещиностойкостью, коррозионной стойкостью, ионной проводимостью. Состоящая из смеси тетрагональной и кубической фаз, она устойчива к тепловому удару, а также сохраняет прочность при эксплуатации при 850–900 °C с быстрым охлаждением до комнатной температуры [1–3]. Такая износостойкая керамика служит материалом для создания датчиков кислорода, газовых сенсоров и т. д. [4, 5].

Процессы физико-химического конструирования и синтеза материалов имеют иерархическую организацию [6]. Функциональные свойства материалов при этом формируются на разных масштабных уровнях – от уровней изотопного, элементного, химического состава до уровней, отвечающих за нано- и микромасштабные взаимодействия вещества в реакционных средах [7].

Уровень микромасштабного взаимодействия веществ особенно важен в случае синтеза материалов методами “мягкой” химии, в частности растворной. Растворная химия привлекает возможность высокого качества гомогенизации исходных растворов, относительно высокой равномерностью нагрева смеси, высоким коэффициентом диффузии (по сравнению с твердофазным синтезом) [8–11].

Жидкофазные методы синтеза дают возможность контролировать процессы образования частиц ксерогеля и в дальнейшем развитие микроструктуры и фазового состава керамики. Среди методов, позволяющих получать нанодисперсные порошки на основе  $ZrO_2$ , наиболее эффективными являются совместное осаждение, как частный случай золь-гель-технологии [3].

Известно, что равномерное распределение компонентов смеси в растворе имеет важное значение при синтезе наноразмерных частиц, но добиться его сложно [12]. Определяющим уровнем смешения в реакторах при растворном синтезе является микромасштабный уровень и соответствующее ему микросмешение, качество которого принято характеризовать индексом сегрегации растворов  $X_s$ . Чем ближе значение  $X_s$  к единице, тем хуже качество микросмешения (при  $X_s = 1$  происходит полная сегрегация), а значение  $X_s = 0$  соответствует идеальному микросмешению. Для определения  $X_s$  в микропреакторах используют йодит-иодатную методику [13–15].

В работах [16, 17] показано существенное влияние качества микросмешения на конвективно-диффузионные процессы, сопровождающие физико-химические явления при синтезе. Качество микросмешения является интегральным показателем, отражающим интенсивность конвективного переноса на уровне, близком к молекулярному. В работе [17] определено значение  $X_s$  в лабораторном реакторе с магнитной мешалкой, которое оказалось не зависящим от частоты вращения мешалки и было равно  $X_s = 0.5$ , что соответствует высокой степени сегрегации. В одно- и двухступенчатых микропреакторах индекс сегрегации существенно зависит от расходов подаваемых растворов: при минимальных задаваемых расходах ( $\sim 0.5$  л/мин)  $X_s = 0.01$ , а при максимально возможных расходах (3.5 л/мин)  $X_s = 0.002$ , т. е. качество микросмешения было в 50–250 раз выше, чем при перемешивании магнитной мешалкой [17, 18].

В микропреакторе со встречными закрученными потоками качество микросмешения до 2400 раз выше, чем при перемешивании магнитной мешалкой [19]. Такая высокая интенсивность смешения обусловлена высокой концентрацией механической энергии потоков (до 30–40 кВт/кг) в микрообъемах ( $\sim 0.2$  мл). Таким образом, использование микропреакторов с интенсивно закрученными потоками, в том числе встречными, создает предпосылки к успешному растворному синтезу. Кроме того, они обладают высокой удельной производительностью – до  $10\text{ m}^3/\text{сут}$  по суспензии (до 200–300 кг/сут по сухому продукту в зависимости от концентрации реагентов в растворе).

Целью работы является синтез ксерогелей состава 95.5 мол. %  $ZrO_2$ –4.5 мол. %  $Y_2O_3$  методом совместного осаждения гидроксидов при перемешивании магнитной мешалкой и при интенсивном микросмешении в микровихревом струйном аппарате со встречными закрученными потоками с последующей низкотемпературной обработкой осадков, получение порошков и керамики на их основе и исследование физико-химических свойств полученных материалов.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Процессы синтеза ксерогелей и порошков методом совместного осаждения гидроксидов на лабораторной установке с магнитной мешалкой (серия *CO*) и в микрореакторе с встречными интенсивно закрученными потоками (серия *СOmBCA*) подробно описаны нами ранее в работах [20, 21].

В качестве исходных реагентов выступали разбавленные (~0.1 М) растворы азотокислых солей циркония  $ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$  марки “ч. д. а.” и иттрия  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  марки “ч. д. а.”. Осадителем был выбран водный 1 М раствор аммиака  $NH_4OH$  марки “ч. д. а.”.

При синтезе ксерогелей *СOmBCA* в данной работе варьировали объемы подаваемых в микрореактор смеси растворов  $ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$  и  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  и осадителя  $NH_4OH$  (300, 500, 800 мл) и скорости их подачи в рабочую камеру аппарата (1.5, 2.5, 3.5 л/мин). В обозначениях серии *СOmBCA* первое значение соответствует объему растворов реагентов (в мл), второе – объемный расход растворов (в л/мин). Например, 500/2.5 соответствует объему исходных растворов 500 мл и расходу 2.5 л/мин.

Осадки отделяли от маточного раствора фильтрованием и затем подвергали низкотемпературной обработке при  $-25^{\circ}C$  (24 ч) для снижения степени агломерации частиц за счет вымораживания кристаллизационной и адсорбированной воды [20]. По истечении времени низкотемпературной обработки осадки сушили при  $120^{\circ}C$  (2 ч), а затем обжигали при  $600^{\circ}C$  (1 ч) в муфельной печи на воздухе.

Полученные после обжига порошки формовали сухим одноосным прессованием на гидравлическом прессе ПГР-400 в стальной пресс-форме при давлении ~260 МПа и спекали на корундовых подложках в печи SNOL 6.7/1300 при  $1300^{\circ}C$  в воздушной среде с изотермической выдержкой в течение 2 ч; скорость нагрева составляла ~350–400 град/ч.

Текстурные характеристики полученных ксерогелей определяли методом тепловой десорбции азота с помощью анализатора сорбции газов Quantachrome Nova 4200e. Расчет площади удельной поверхности  $S_{уд}$  проводили методом Брунауэра–Эмметта–Теллера (БЭТ) по 10 точкам (относительная погрешность составляла 4%). Распределение пор по размерам определяли по методу Барретта–Джойнера–Халенда (БДХ). Расчеты проводили при помощи программного обеспечения NOVA Win-2.1. Тип поровой структуры и форму пор в ксерогелях определяли по виду изотерм по классификации С. Брунауэра, Л. Деминга, У. Деминга и Э. Теллера (БДТ) и формам петель капиллярно-конденсационного гистерезиса согласно IUPAC [22].

Расчет среднего размера частиц ( $d_{cp}^q$ , нм) проводили по формуле

$$d_{cp}^q = k / S_{уд} \rho,$$

где  $k$  – коэффициент, учитывающий форму пор;  $S_{уд}$  – удельная площадь поверхности,  $m^2/g$ ;  $\rho$  – плотность твердого тела,  $g/cm^3$ .

Кислотно-основные характеристики поверхности частиц полученных ксерогелей исследовали методом измерения кинетики pH суспензий [20, 23–25], получаемых при введении их навесок массой 25–30 мг в 30 мл дистиллированной воды при перемешивании магнитной мешалкой. Измерения pH суспензии проводили с использованием pH-метра “Мультитест” ИПЛ-301 через 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 с и далее через каждые 30 с в интервале времени от 1 до 5 мин и через каждые 60 с в течение последующих 5 мин после погружения навески.

Электронно-микроскопическое исследование поверхности частиц порошков проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Thermo Scientific Quattro и Tescan MIRA-3.

Термические характеристики полученных ксерогелей исследовали методом дифференциального термического анализа (ДТА) с использованием дериватографа Q-1000 MOM (Paulik-Erdey). Измерения осуществляли в платиновых тиглях в воздушной атмосфере в интервале температур 20–1000 °C со скоростью нагрева 5 град/мин.

Определение фазового состава порошков и керамики проводили методом порошкового рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре D8-Advance Bruker, CuK $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ , режим работы рентгеновской трубы 30 кВ, 10 мА, геометрия съемки на отражение, позиционно-чувствительный детектор. Интервал углов  $2\theta = 15\text{--}60^\circ$ ; шаг  $0.01\text{--}0.03^\circ$ ; экспозиция в точке 1–5 с. Обработку дифрактограмм и расчет параметров элементарной ячейки проводили преимущественно в программном комплексе PDWIN (НПО “Буревестник”). Фазовый состав образцов определяли с помощью международной базы порошковых рентгendifракционных данных ICDD (PDF-2).

Расчет открытой пористости ( $P, \%$ ) осуществляли по формуле

$$P = \left( \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \right) \cdot 100,$$

где  $m_3$  – масса насыщенного жидкостью образца, г;  $m_1$  – масса сухого образца, г;  $m_2$  – результат взвешивания образца, погруженного в жидкость, г.

Значения масс  $m_1$ ,  $m_2$  и  $m_3$  определяли методом гидростатического взвешивания в соответствии с [26] на лабораторных аналитических весах ВЛР-200 г. Для более полного насыщения водой керамику подвергали вакуумированию в течение 40 мин (остаточное давление составляло 133 Па).

Линейную усадку спеченной керамики определяли в соответствии с ГОСТом [27] по формуле

$$Y_{\text{лин}} = \left( \frac{L_0 - L_1}{L_0} \right) \cdot 100,$$

где  $Y_{\text{лин}}$  – величина линейной воздушной усадки, %;  $L_0$  – начальное расстояние между нанесенными на отформованном образце метками, мм;  $L_1$  – расстояние между нанесенными метками на спеченных образцах, мм.

Модуль упругости рассчитывали по формуле [28]

$$E = C_1^2 \rho,$$

где  $E$  – модуль упругости (Юнга), Па;  $\rho$  – плотность, кг/м<sup>3</sup>;  $C_1$  – скорость звука, определяемая резонансным методом акустического контроля частоты собственных колебаний на приборе “Звук-130”, м/с.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Текстурные характеристики ксерогелей, полученных в работе, представлены на рис. 1 $a\text{--}e$  и в табл. 1.

**Таблица 1.** Текстурные характеристики и результаты термолиза полученных в работе ксерогелей

Метод синтеза	Условия	$S_{\text{уд.}}$ , м <sup>2</sup> /г	$d_{\text{ср}}^{\text{ч}}$ , нм	Потеря массы, %	Температуры эффектов, °С	
					Эндо-	Экзо-
<i>CO</i>		409.5	1.63	45.1	98–154	415–469
<i>СОmBCA</i>	300/2.5	257.7	2.59	—	—	—
	500/1.5	273.6	2.44	40.5	99–135	438–496
	500/2.5	230.4	2.89	34.1	100–130	440–495
	500/3.5	298.2	2.24	29.6	108–127	442–500
	800/1.5	307.3	2.17	32.9	101–121	437–496
	800/2.5	304.1	2.19	—	97–128	431–490

Изотермы адсорбции-десорбции всех ксерогелей соответствуют I типу по классификации БДДТ (рис. 1а, б). Такой тип изотермы встречается при протекании мономолекулярной адсорбции на макропористых/микропористых адсорбентах. В данном случае на изотерме наблюдается резкий подъем в области малых значений относительного давления (рис. 1б), что свидетельствует о наличии микропор. Тип капиллярно-конденсационного гистерезиса соответствует типу Н4 (по классификации IUPAC), что также говорит о наличии микропор щелевидной формы. Средний размер пор в исследованных ксерогелях 2 нм.

Ксерогель серии *CO* (409.5 м<sup>2</sup>/г) обладает наибольшей площадью удельной поверхности по сравнению с ксерогелями *СОmBCA* (230.4–307.3 м<sup>2</sup>/г). Среди ксерогелей, полученных в микрореакторе, строгой закономерности между режимом проведения синтеза и величиной площади удельной поверхности не зафиксировано.

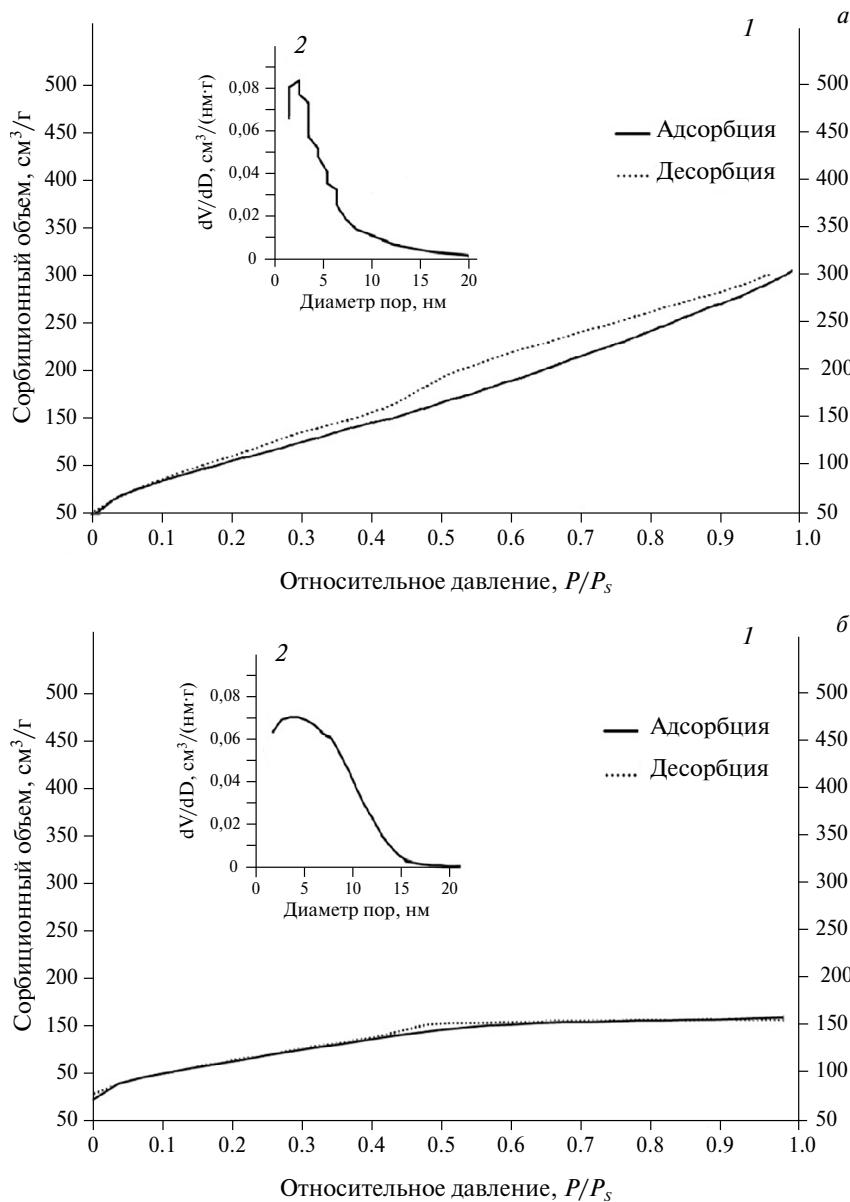
Потери массы исследованных ксерогелей, температуры стадии дегидратации и кристаллизации диоксида циркония приведены в табл. 1.

Результаты термолиза свидетельствуют о протекании процесса дегидратации исследованных ксерогелей в диапазоне температур 97–154°C. Экзотермические эффекты соответствуют процессу кристаллизации твердого раствора на основе ZrO<sub>2</sub>. Стоит отметить, что средняя температура эндоэффекта ксерогеля *CO* на ~15°C, а экзо- на 22°C ниже, чем у ксерогелей серии *СОmBCA* (см. табл. 1).

Прослеживается четкая зависимость между скоростью подачи растворов в реактор и изменением pH: чем выше расход растворов, тем быстрее изменяется pH. Объем используемых растворов в меньшей степени оказывает влияние на кинетику изменения pH водных суспензий. Увеличение интенсивности перемешивания исходных реагентов при синтезе в микрореакторе приводит к повышению активности поверхности частиц получаемых ксерогелей, что подтверждается более выраженным снижением pH по сравнению с ксерогелем *CO*.

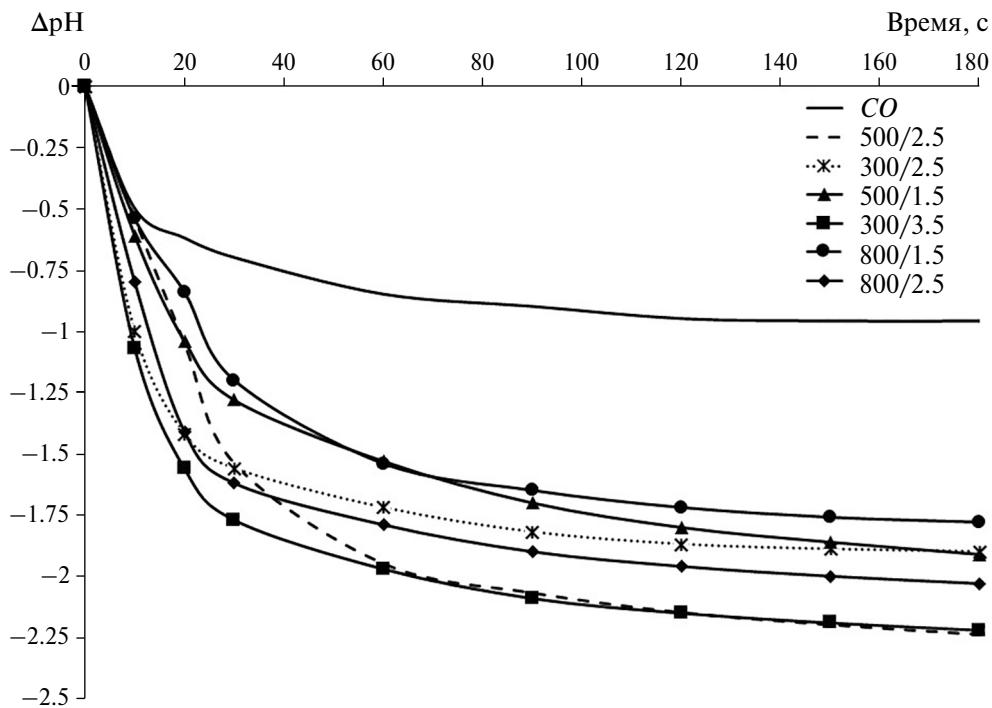
Наиболее резкое снижение pH водной суспензии в первые 30 с эксперимента наблюдалось у ксерогеля, полученного в режиме 500/3.5. Это свидетельствует о льюисовской кислотности поверхности его частиц, которая может быть обусловлена быстрым взаимодействием между образующимися частицами с возникновением элемент-кислородных мостиковых связей при высокой скорости потока [20].

Ксерогель *CO* характеризуется наименее быстрым снижением pH. Менее активная поверхность его частиц адсорбирует воду, но процесс формирования тетрамера



**Рис. 1.** Изотермы адсорбции и десорбции азота (1) и распределение пор по размерам (2) в ксерогелях на основе системы  $ZrO_2-Y_2O_3$ , полученных методами *CO* (а) и *COMBCA* в режиме 500/2.5 (б).

идет медленнее, чем в полученных в микрореакторе ксерогелях. При этом можно говорить об определенной закономерности между скоростью изменения  $\Delta pH$  и величиной потери массы. При термообработке потеря массы ксерогеля *CO* составляет 45.1%, тогда как для *COMBCA* она лежит в интервале 29.6–40.5%. Ксерогель *CO* характеризуется наименьшей величиной  $\Delta pH$  (−0.32) и наибольшей  $S_{уд}$  ( $409.5 \text{ м}^2/\text{г}$ ) среди всех исследованных материалов. Наибольшую величину  $\Delta pH$



**Рис. 2.** Кинетика pH водных суспензий ксерогелей, полученных методом совместного осаждения с использованием магнитной мешалки (*CO*) и микрореактора с встречными интенсивно закрученными потоками (*СОмВСА*).

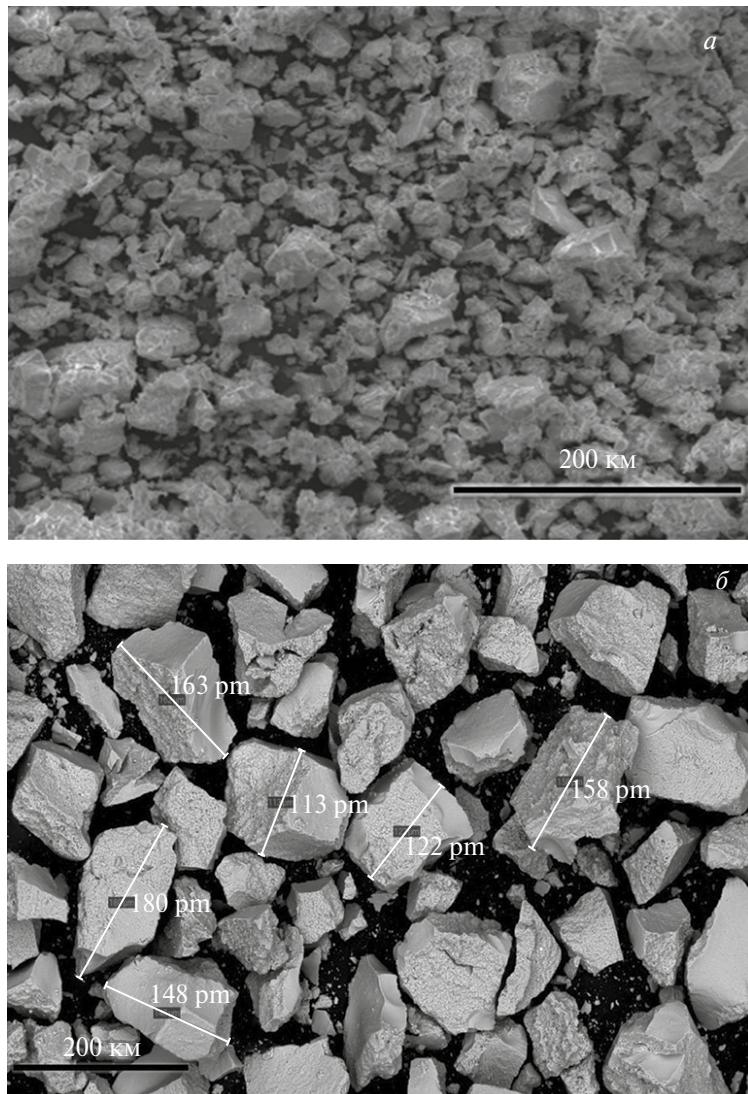
(-2.24) и наименьшую  $S_{уд}$  (230.4 м<sup>2</sup>/г) имеет ксерогель, полученный методом *СОмВСА* в режиме 500/2.5. Поэтому для дальнейшего исследования и сравнения характеристик были выбраны ксерогели *CO* и *СОмВСА* 500/2.5.

Результаты сканирующей электронной микроскопии показали, что порошок, полученный обжигом ксерогеля *СОмВСА*, лучше закристаллизован, чем порошок *CO*, что связано с особенностями процесса синтеза в микрореакторе и более высокой активностью его частиц.

Порошок серии *CO* характеризуется широким распределением агломерированных частиц размером до 100 мкм (рис. 3а). Порошок, полученный обжигом ксерогеля *СОмВСА* 500/2.5 (рис. 3б), отличается крупными агломератами (средний размер 150 мкм) с узким распределением по размеру и состоящими из частиц с хорошо выделенными гранями.

Все исследованные порошки, полученные обжигом ксерогелей при 600 °C, представляют собой тетрагональный (псевдокубический) твердый раствор  $t'$ -ZrO<sub>2</sub> (рис. 4). Данная фаза имеет отношение параметров элементарной ячейки  $a/c = 1$ , характерной для кубического твердого раствора, однако, относится к пространственной группе симметрии  $P4_2/nmc$  из-за смещения атомов кислорода в анионной подрешетке [29, 30].

По результатам РФА спеченной при 1300 °C керамики установлено, что материал, полученный из порошков серии *CO* (рис. 5, кривая I), представляет собой кубический твердый раствор  $c$ -ZrO<sub>2</sub> с параметром элементарной ячейки  $a = 5.12(1)$  Å и объемом  $V = 134.14(20)$  Å<sup>3</sup>.



**Рис. 3.** Микрофотографии (СЭМ) ксерогелей на основе  $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ , полученных методами *CO* (а) и *COmBCA* в режиме 500/2.5 (б) с указанием размеров некоторых частиц.

Керамика, полученная из порошков серии *COmBCA* в режиме 500/2.5, состоит из смеси кубической и тетрагональной фаз с преобладанием *c-ZrO<sub>2</sub>* (рис. 5, кривая 2). Параметры элементарной ячейки *c-ZrO<sub>2</sub>*  $a = 5.12(1)$  Å,  $V = 133.7(2)$  Å<sup>3</sup>, пространственная группа *Fm3m*. Тетрагональная фаза *t-ZrO<sub>2</sub>* имеет параметры элементарной ячейки  $a = 3.62(1)$  Å,  $c = 5.08(1)$  Å,  $V = 66.7(2)$  Å<sup>3</sup> и принадлежит пространственной группе *P4<sub>2</sub>/nmc* [30, 31].

Физико-механические исследования керамики *CO* и *COmBCA* 500/2.5 показали существенную разницу между величинами их открытой пористости (13 и 20% соответственно) при минимальном различии линейной усадки (20 и 19%) и модуля упругости (62 и 60 ГПа).

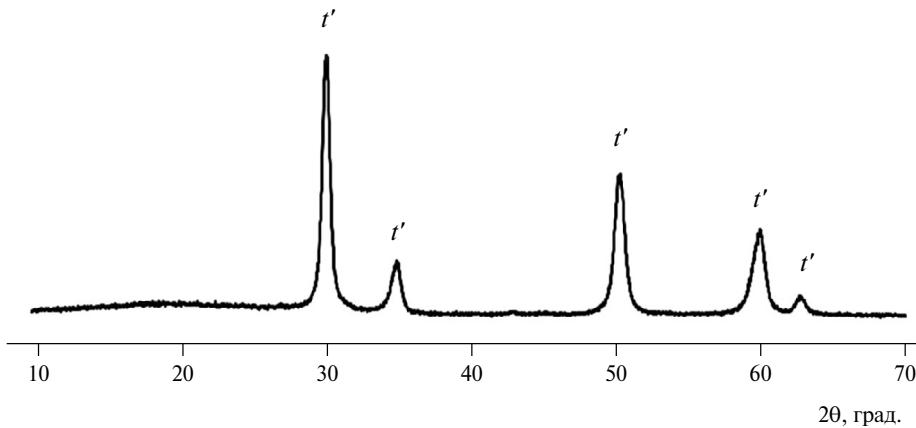


Рис. 4. Дифрактограмма порошка, полученного обжигом ксерогеля серии CO при 600 °С.

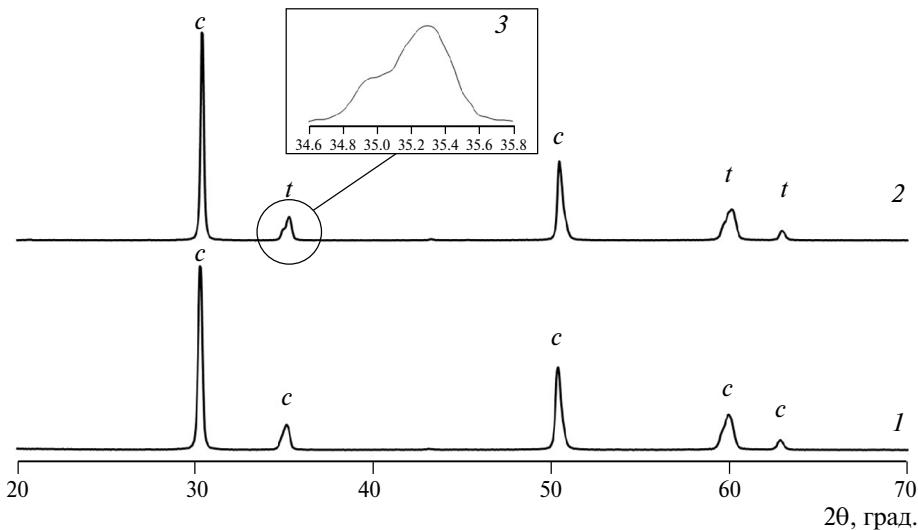


Рис. 5. Дифрактограммы спеченной при 1300 °С керамики серий CO (1) и CO<sub>m</sub>BCA, режим 500/2.5 (2) и ее увеличенный фрагмент (3).

При смешении исходных растворов солей с раствором осадителя в микропреакторе с интенсивно закрученными потоками происходит диссиляция потенциальной и кинетической энергии потоков, т. е. их трансформация в энергию микровихрей, и в конечном счете приводит к многократному улучшению качества микросмешения на ионном и молекулярном уровне (до 2400 раз в данном аппарате по сравнению с реактором с магнитной мешалкой). Это способствует началу кристаллизации твердого раствора диоксида циркония в ксерогеле. Поверхность частиц ксерогелей, полученных в микропреакторе, обладает большей избыточной энергией по сравнению с соосажденным ксерогелем, что приводит к адсорбции молекул воды на поверхности частиц, образованию гидроксокомплексов и, как следствие, полимеризации, агрегации частиц. В свою очередь, это влечет за собой образование крупных агломератов в порошках в результате обжига, что в дальнейшем затрудняет диффузию частиц в поровое пространство в процессе спекания, делая керамику более пористой.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что независимо от метода синтеза ксерогелей полученные их обжигом порошки представляют собой тетрагональный (псевдокубический) твердый раствор  $t'$ - $\text{ZrO}_2$ . Применение микрореактора с интенсивно закрученными потоками в режиме 500/2.5 позволило при дальнейшей термообработке порошков получить двухфазную керамику, состоящую из смеси кубического и тетрагонального диоксида циркония с преобладанием  $c$ - $\text{ZrO}_2$ , имеющую высокое значение модуля упругости.

Работа выполнена в рамках темы НИР филиала НИЦ “Курчатовский институт” – ПИЯФ – ИХС № 1023033000122-7-1.4.3 “Физико-химические основы неорганического синтеза микро- и наноструктурированных неорганических, органо-неорганических и керамических материалов и покрытий для био-, энерго- и ресурсосберегающих технологий”.

## КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kumar S., Bhunia S., Ojha A.K. Effect of calcination temperature on phase transformation, structural and optical properties of sol-gel derived  $\text{ZrO}_2$  nanostructures // Phys. Rev. E. 2015. V. 66. P. 74–80.
2. Кораблева Е.А. Физико-химические закономерности синтеза и спекания наноструктурных материалов на основе  $\text{ZrO}_2$ ; дисс. ... к. техн. наук. Обнинск, 2021. 162 с.
3. Жигачев А.О., Головин Ю.И., Умрихин А.В., Коренков В.В., Тюрин А.И., Родаев В.В., Дьячек Т.А. Мир материалов и технологий. Керамические материалы на основе диоксида циркония / под общ. ред. Ю.И. Головина. М: ТЕХНОСФЕРА, 2018. 358 с.
4. Заводинский В.Г. О механизме ионной проводимости в стабилизированном кубическом диокside циркония // Физика твердого тела. 2004. Т. 46. № 3. С. 441–445.
5. Чухарев В.Ф., Студеникин Г.В., Мохонь Т.В., Лукашенко Г.В., Устюгов А.В., Крылова О.Е., Суворова Э.А., Гречко М.В., Ефремова И.Г. Особенности переработки нанопорошков YSZ и электропроводность керамики на их основе // Реферативный журнал. Технология неорганических веществ и материалов. 2005. № 7. С. 58–76.
6. Gusarov V.V., Al'myashev V.I., Beshta S.V., Khabenskii V.B., Granovskii V.S., Udalov Yu.P. Sacrificial materials for safety systems of nuclear power stations: a new class of functional materials // TE. 2001. V. 48. № 9. P. 721–724.
7. Teychené S., Rodríguez-Ruiz I., Ramamoorthy R.K. Reactive crystallization: From mixing to control of kinetics by additives // Curr. Opin. Colloid Interface Sci. 2020. V. 46. P. 1–19.
8. Zhao C.-X., He L., Qiao S.Z., Middelberg A.P.J. Nanoparticle synthesis in microreactors // Chem. Eng. Sci. 2011. Vol. 66. № 7. P. 1463–1479.
9. Luo L., Yang M., Chen G. Continuous synthesis of  $\text{TiO}_2$ -supported noble metal nanoparticles and their application in ammonia borane hydrolysis // Chem. Eng. Sci. 2022. V. 251. P. 117479.
10. Schwarzer H.-C., Peukert W. Combined Experimental/Numerical Study on the Precipitation of Nanoparticles // AIChE J. 2004. V. 50. P. 3234–3247.
11. Kawase M., Suzuki T., Miura K. Growth mechanism of lanthanum phosphate particles by continuous precipitation // Chem. Eng. Sci. 2007. V. 62. № 18–20. P. 4875–4879.
12. Abiev R.S., Almjasheva O.V., Popkov V.I., Proskurina O.V. Microreactor synthesis of nanosized particles: The role of micromixing, aggregation, and separation processes in heterogeneous nucleation // Chem. Eng. Res. Des. 2022. V. 178. P. 73–94.

13. *Falk L., Commenge J.-M.* Performance comparison of micromixers // *Chem. Eng. Sci.* 2010. V. 65. № 1. P. 405–411.
14. *Guichardon P., Falk L.* Characterisation of micromixing efficiency by the iodide–iodate reaction system. Part I: experimental procedure // *Chem. Eng. Sci.* 2000. V. 55. № 19. P. 4233.
15. *Commenge J.-M., Falk L.* Villermaux–Dushman protocol for experimental characterization of micromixers // *Chem. Eng. Process.: Process Intensif.* 2011. V. 50. № 10. P. 979–990.
16. *Абиеев Р.Ш., Макушева И.В.* Влияние макро- и микросмешения на процессы растворного синтеза частиц оксидных материалов в микроаппаратах с интенсивно закрученными потоками // *Теоретические основы химической технологии.* 2022. Т. 56. № 2. С. 137–147.
17. *Абиеев Р.Ш., Потехин Д.А.* Исследование качества микросмешения в одноступенчатом микрореакторе с интенсивно закрученными потоками // *Теоретические основы химической технологии.* 2023. Т. 57. № 6. С. 681–696.
18. *Abiev R.Sh., Makusheva I.V.* Energy Dissipation Rate and Micromixing in a Two-Step Micro-Reactor with Intensively Swirled Flows // *MEMS.* 2022. V. 13. № 11. P. 1859.
19. *Абиеев Р.Ш., Кудряшова А.К.* Исследование микросмешения в микрореакторе с встречными интенсивно закрученными потоками // *Теоретические основы химической технологии.* 2024. Т. 58. № 2. С. 144–159.
20. *Fedorenko N.Yu., Mjakin S.V., Khamova T.V., Kalinina M.V., Shilova O.A.* Relationship among the Composition, Synthesis Conditions, and Surface Acid–Basic Properties of Xerogel Particles Based on Zirconium Dioxide // *Ceram. Int.* 2022. V. 48. № 5. P. 6245–6249.
21. *Fedorenko N.Yu., Abiev R.Sh., Kudryashova Yu.S., Ugolkov V.L., Khamova T.V., Mjakin S.V., Zdravkov A.V., Kalinina M.V., Shilova O.A.* Comparative study of zirconia based powders prepared by co-precipitation and in a microreactor with impinging swirled flows // *Ceram. Int.* 2022. V. 48. № 6. P. 13006–13013.
22. *Грег С., Синг К.* Адсорбция, удельная поверхность, пористость / пер. с англ., 2-е изд. Москва: Мир, 1984. 306 с.
23. *Иконникова К.В., Иконникова Л.Ф., Минакова Т.С., Саркисов Ю.С.* Теория и практика pH-метрического определения кислотно-основных свойств поверхности твердых тел. // Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. 85 с.
24. *Нечипоренко А.П.* Донорно-акцепторные свойства поверхности твердофазных систем. Индикаторный метод. СПб: Лань, 2017. 284 с.
25. *Сычев М.М., Минакова Т.С., Слизков Ю.Г., Шилова О.А.* Кислотно-основные характеристики поверхности твердых тел и управление свойствами материалов и композитов. СПб: Химиздат, 2016. 271 с.
26. ГОСТ 473.4-81. Изделия химически стойкие и термостойкие керамические. Метод определения кажущейся плотности и кажущейся пористости. М: Изд-во стандартов, 1981. 2 с.
27. ГОСТ 21216-2014. Сырье глинистое. Методы испытаний. М: Стандартинформ, 2015. 40 с.
28. *Иродов И.Е.* Волновые процессы. М: Лаборатория базовых знаний, 2003. 280 с.
29. *Агаркова Е.А., Борик М.А., Бублик В.Т., Волкова Т.В., Кулебякин А.В., Курицина И.Е., Ларина Н.А., Ломонова Е.Е., Милович Ф.О., Мызина В.А., Рябочкина П.А., Табачкова Н.Ю.* Влияние фазового состава и локальной кристаллической структуры на транспортные свойства твердых растворов  $ZrO_2-Y_2O_3$  и  $ZrO_2-Gd_2O_3$  // ИВУЗ.МЭТ. 2018. Т. 21. № 3. С. 156–165.
30. 164862-ICSD.
31. *Lamas D.G., Walsoe De Reca N.E.* X-ray Diffraction Study of Compositionally Homogeneous, Nanocrystalline Yttria-doped Zirconia Powders // *J. Mater. Sci.* 2000. № 35. P. 5563–5567.