УДК 621.039.53 DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-1-11-19

Структура и свойства порошка титаната диспрозия, полученного механохимическим способом

© 2017 г. Ж.В. Еремеева, В.С. Панов, Л.В. Мякишева, А.В. Лизунов, А.А. Непапушев, Д.А. Сидоренко, А.В. Павлик, Е.В. Апостолова

Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва ПАО «ЭЛЕМАШ», г. Электросталь

Статья поступила в редакцию 01.06.16 г., доработана 15.06.16 г., подписана в печать 19.06.16 г.

Исследованы структура и основные физико-химические свойства порошков титаната диспрозия, полученных механохимическим синтезом из низкотемпературной модификации оксида титана и модификации оксида диспрозия с применением методов рентгенофазового анализа (РФА), сканирующей электронной спектроскопии, Раман-спектроскопии (КР-спектры), просвечивающей электронной микроскопии и химического анализа. На основании РФА установлено, что полное превращение исходных оксидов в рентгеноаморфный титанат диспрозия (Dy₂TiO₅) происходит при механической обработке смеси в течение 30–60 мин. Микроэлектронограмма порошков Dy₂TiO₅, полученных механосинтезом, имеет характерное для рентгеноаморфной фазы кольцевое строение с некоторым количеством включений кристаллической фазы. Порошок титаната диспрозия, полученный методом индукционного плавления, обладает правильной кубической кристаллической решеткой с параметром 3,4 Å.

Ключевые слова: порошки, оксиды титана и диспрозия, механохимический синтез, рентгеноаморфный титанат диспрозия, поглощающие элементы, электронная микроскопия, структура, удельная поверхность, насыпная плотность.

Еремеева Ж.В. – докт. техн. наук, доцент кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМиФП) НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). Тел.: (495) 638-44-09. E-mail: eremeeva-shanna@yandex.ru. Панов В.С. – докт. техн. наук, профессор кафедры ПМиФП НИТУ «МИСиС». Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: zeinalova@rambler.ru.

Мякишева Л.В. – канд. техн. наук, инженер кафедры цветных металлов и золота НИТУ «МИСиС». Тел.: (495) 638-46-90. E-mail: lvm1939@mail.ru.

Лизунов А.В. – инженер науч.-исслед. лаборатории ПАО «ЭЛЕМАШ»

(144001, Московская обл., г. Электросталь, ул. К. Маркса, 12). E-mail: artliz481@gmail.com.

Непапушев А.А. – инженер науч.-исслед. центра «Конструкционные керамические наноматериалы» НИТУ «МИСиС». E-mail: anepapushev@gmail.com.

Сидоренко Д.А. – канд. техн. наук, науч. сотр. науч.-учебного центра СВС МИСиС–ИСМАН. Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: dsidorenko@inbox.ru.

Павлик А.В. – магистрант кафедры ПМиФП НИТУ «МИСиС». Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: pavlik-av@list.ru. Апостолова Е.В. – магистрант кафедры ПМиФП НИТУ «МИСиС». Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: eapostolova19@gmail.com.

Для цитирования: Еремеева Ж.В., Панов В.С., Мякишева Л.В., Лизунов А.В., Непапушев А.А., Сидоренко Д.А., Павлик А.В., Апостолова Е.В. Структура и свойства порошка титаната диспрозия, полученного механохимическим способом // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2017. No. 1. C. 11–19. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-1-11-19.

Eremeeva Zh.V., Panov V.S., Myakisheva L.V., Lizunov A.V., Nepapushev A.A., Sidorenko D.A., Pavlik A.V., Apostolova E.V. **Structure and properties of dysprosium titanate powder produced by the mechanochemical method**

The paper studies the structure and basic physical and chemical properties of titanate dysprosium powders produced by mechanochemical synthesis from the low-temperature modification of titanium oxide and modification of dysprosium oxide using *X*-ray diffraction methods (XRD), scanning electron microscopy, Raman spectroscopy (Raman spectra), transmission electron microscopy, and chemical analyz. Based on XRD it was found that complete conversion of initial oxides into *X*-ray amorphous dysprosium titanate (Dy_2TiO_5) occurs during mechanical treatment of the mixture for 30–60 min. Microelectron-diffraction pattern of Dy_2TiO_5 powders produced by mechanical synthesis has a ring-shaped structure with a certain amount of crystalline phase inclusions, which is typical for an *X*-ray amorphous phase. Dysprosium titanate powder produced by the induction melting method has a regular cubical lattice with a parameter 3,4 Å.

Keywords: powders, titanium and dysprosium oxides, mechanochemical synthesis, *X*-ray amorphous dysprosium titanate, absorbing elements, electron microscopy, structure, specific surface area, bulk density.

Процессы получения и свойства порошков

Eremeeva Zh.V. – Dr. Sci. (Tech.), associate prof., Department of powder metallurgy and functional coatings (PM&FC), National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: eremeeva-shanna@yandex.ru

Panov V.S. - Dr. Sci. (Tech.), prof., Department of PM&FC, NUST «MISIS». E-mail: zeinalova@rambler.ru.

Myakisheva L.V. – Cand. Sci. (Tech.), Department of nonferrous metals and gold, NUST «MISIS». E-mail: lvm1939@mail.ru. **Lizunov A.V.** – engineer of research laboratory of OJSC «ELEMASH» (144001, Moscow region, Elektrostal, Karl Marks str., 12). E-mail: artliz481@gmail.com.

Nepapushev A.A. – engineer of the scientific research centre «Structural ceramic nanomaterials», NUST «MISIS». E-mail: anepapushev@gmail.com.

Sidorenko D.A. – Cand. Sci. (Tech.), research scientist of scientific-educational centre SHS MISIS–ISMAN. E-mail: dsidorenko@inbox.ru.

Pavlik A.V. – postgraduate student, Department of PM&FC, NUST «MISIS». E-mail: pavlik-av@list.ru.

Apostolova E.V. – postgraduate student, Department of PM&FC, NUST «MISIS». E-mail: eapostolova19@gmail.com.

Citation: Eremeeva Zh.V., Panov V.S., Myakisheva L.V., Lizunov A.V., Nepapushev A.A., Sidorenko D.A., Pavlik A.V., Apostolova E.V. Struktura i svoistva poroshka titanata disproziya, poluchennogo mekhanokhimicheskim sposobom. *Izv. vuzov.* Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya. 2017. No. 1. P. 11–19. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-111-19.

Введение

К поглощающим элементам (ПЭЛ) современных ядерных реакторов предъявляют следующие требования, определяющие рабочий ресурс органов регулирования: высокая эффективность поглощения нейтронов, низкая скорость выгорания поглощающих изотопов в процессе эксплуатации в реакторе, высокая стойкость к радиационным повреждениям, стабильность объема как при рабочих температурах эксплуатации, так и при перегревах, коррозионная стойкость [1—3].

В качестве перспективных поглощающих материалов разработчиками рассматриваются титанат диспрозия (Jy_2TiO_5), гафнат диспрозия (Hf_2JyO_5), диборид гафния (HfB_2), карбид бора (B_4C), композиция B_4C —(10÷20 мас.%) HfB_2 . Титанат диспрозия плотностью 4,9—5,3 г/см³ обладает более высокими свойствами по сравнению с другими вышеуказанными материалами [4—6].

Титанат диспрозия обычно получают методом высокочастотного индукционного плавления смеси оксидов диспрозия и титана в холодном тигле. Поскольку синтез материала происходит в расплаве, то обеспечивается высокая однородность распределения в нем всех составляющих, а также практическое отсутствие непрореагировавших оксидов. Расплав после завершения синтеза охлаждают с высокой скоростью, что способствует сохранению гранецентрированной кубической структуры типа флюорита. Однако получение материалов в высокодисперсном состоянии с большой удельной поверхностью в таких условиях практически невозможно [7].

Для создания высокодисперсного нанопорошка титаната диспрозия наиболее перспективен механохимический метод. Повышенная плотность такого материала после виброуплотнения позволит в дальнейшем уменьшить скорость выгорания диспрозия по сечению ПЭЛ и замедлить снижение поглощающих свойств под действием нейтронного облучения.

Технология получения сплавов в виде порошков методом механохимического синтеза широко используется в настоящее время для изготовления порошков интерметаллидов, твердых растворов, а также аморфных порошков, т.е. для приготовления материалов сложного химического состава, характеризующихся особыми физико-механическими свойствами благодаря высокой степени дисперсности структуры, возникшей вследствие деформации. Именно деформация приводит к усложнению состава и образованию наноструктуры объемного характера [8—11].

Таким образом, полученный в результате механохимического синтеза продукт имеет заданный состав и специфическое структурное состояние. Эта технология является наименее энергоемкой и простой в исполнении, и ее можно отнести к быстропротекающим твердофазным реакциям [12, 13].

Целью данной работы являлось исследование структуры и свойств порошков титаната диспрозия, полученных методом механохимической обработки оксидов титана и диспрозия.

Материалы и методики исследований

В качестве исходных веществ для синтеза титаната диспрозия использовали в стехиометрическом соотношении оксид диспрозия (ЧДА) низкотемпературной модификации и диоксид титана (ЧДА) рентгеноаморфный со структурой анатаза (рис. 1).

Механохимический синтез осуществляли с помощью шаровой планетарной мельницы «Активатор 2S» при скорости вращения планетарного диска 600—900 об/мин, скорости вращения барабанов 1000—1800 об/мин, соотношениях масс шаров и шихты 30 : 1 и 45 : 1 в атмосфере аргона ($P = 3 \div 5$ атм) в течение 5—120 мин (рис. 2 и табл. 1).

Из представленных данных (см. рис. 2 и табл. 1) видно, что элементный состав смеси соответствует ее стехиометрическому содержанию.

Свойства исходных оксидов и полученного соединения титаната диспрозия изучали методами сканирующей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа (РФА), Раман-спектроскопии (КР-спектры), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и химического анализа.

Удельную поверхность (S_{yg}) указанных материалов определяли с помощью анализатора удельной поверхности и пористости «NOVA 1200е» (США) по методу низкотемпературной адсорбции азота (метод БЭТ). Погрешность измерений S_{yg} состав-

Таблица 1. Содержание элементов в смеси Dy₂O₃ и TiO₂

Элемент	Тип линии	Содержание	
		мас.%	ат.%
0	K	12,9	54,1
Ti	K	10,2	14,2
Ду	L	76,9	31,7

ляла 3 %, диапазон измеряемых площадей — от 0,01 до 2000 м²/г.

Для изучения гранулометрического состава порошка титаната диспрозия, полученного методом сплавления с последующим измельчением, использовали универсальный лазерный прибор измерения размера частиц модели «FRITSCH Analysette 22 MicroTec plus» (Германия), оснащенный блоком диспергирования в жидкой среде с диапазоном измерений от 0,08 до 2000 мкм и точностью измерения согласно ISO 13320. Наноаморфный порошок титаната диспрозия, полученный механосинтезом, контролировали на анализаторе субмикронных частиц «Beckman COULTER № 5» (США). Данный прибор



Рис. 1. Исходные порошки — оксид диспрозия (а) и диоксид титана (б)



Рис. 2. Микроструктура (*a*) частиц порошка механоактивированной смеси оксидов Dy_2O_3 и TiO₂ и ее элементный состав (*б*)

Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya • 1 • 2017

предназначен для определения гранулометрического состава порошков с размером частиц в пределах 3—3000 нм путем измерения скорости диффузии частиц в жидкости. Для раствора с заданной вязкостью и при постоянной температуре скорость диффузии (или коэффициент диффузии) обратно пропорциональна размеру частицы.

Насыпную плотность оценивали по стандартной методике в соответствии с ГОСТ 19440-94.

Рентгенофазовый анализ исходных оксидов и полученных соединений проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2,0 (Россия) в Си K_{α} -излучении в диапазоне углов дифракции $2\theta = 10 \div 130^{\circ}$.

Измерение КР-спектров осуществляли на спектрометре комбинационного рассеяния «Horiba Jobin Yvon T64000» (Япония) с полупроводниковым лазером ($\lambda = 765$ нм), объектив «Olympus X100» [14].

Для получения электронно-микроскопических

изображений и электронограмм использовали аналитический электронный микроскоп JEM-2100 (Япония), включающий систему компьютерного управления, в которую интегрировано устройство наблюдения изображения в режиме просвечивающего растрового электронного микроскопа (ПРЭМ), и энергодисперсионный рентгеновский спектрометр JED-2300 (Япония) [15].

Содержание примесей определяли методами атомной абсорбции и эмиссионно-спектрального анализа.

Результаты исследований и их обсуждение

Согласно результатам РФА (рис. 3), в исследованных реакционных смесях при механохимической обработке (МХО) на воздухе полное превращение исходных оксидов в рентгеноаморфный



Рис. 3. Рентгенофазовый анализ смеси Dy_2O_3 и $11O_2$ после MXC при различной продолжительности обработки τ_{MXO} , мин: 5–15 (*a*), 30–60 (*б*), 60–90 (*в*)



Рис. 4. Микроструктура частиц порошка Dy_2TiO_5 , полученного механоактивацией оксидов Dy_2O_3 и TiO_2



Рис. 5. Гистограмма распределения по размерам частиц порошков Dy_2TiO_5 , полученных механосинтезом ($\tau_{MXO} = 30 \div 60$ мин) (*a*) и индукционным плавлением оксидов с последующим измельчением (*б*) N -доля частиц меньше данного, n -доля фракции

титанат диспрозия (Dy₂TiO₅) происходит при длительности МХО 30—60 мин (см. рис. 3, δ). При механоактивации смеси в течение 5—15 мин наблюдается наличие непрореагировавшего диоксида диспрозия (Dy₂O₃) (см. рис. 3, *a*). При более продолжительном времени МХО (60—90 мин, рис. 3, *в*) в рентгеноаморфном образце Dy₂TiO₅ отмечаются следы натирания железа и кремния от используемых шаров (их размер составлял 5—10 мм, материал — сталь ХГС).

Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии установлено, что синтезированные путем механической активации порошки титаната диспрозия представляют собой наноразмерные аморфные частицы неравноосной формы с диаметрами 50—200 нм, объединенные в агломераты размером 0,5—10 мкм (рис. 4), что подтверждается также результатами исследования гранулометрического состава порошка (рис. 5, *a*). Для сравнения на рис. 5, *б* представлены результаты определения гранулометрического состава порошков титаната диспрозия, полученных заводским методом индукционного плавления оксидов с последующим измельчением.

Из данных рис. 5, δ видно, что размер частиц основной массы порошка, полученного индукционным плавлением, варьируется в пределах 5— 60 мкм.

Ниже представлены некоторые характеристики порошка Dy₂TiO₅, полученного методом MXO:

0
3
4
0
0

Процессы получения и свойства порошков

Микроэлектронограмма порошков Dy_2TiO_5 , полученных механосинтезом, имеет характерное для рентгеноаморфной фазы кольцевое строение с некоторым количеством включений кристаллической фазы (рис. 6). Механизм реализации «кольцевой» структуры можно объяснить получением порошков в процессе истирания до наноразмерного уровня, что при росте температуры способствует взаимодействию компонентов на межатомном уровне, протеканию реакции образования рентгеноаморфного титаната диспрозия (химико-диффузионный механизм).

Изучение спектров комбинационного рассеяния (рис. 7) также подтверждает образование в основном рентгеноаморфной фазы титаната диспрозия. Широкая полоса поглощения $170-250 \text{ см}^{-1}$ и широкий пик поглощения с максимумом при v ~ 280 см⁻¹ характерны для деформационных коле-



Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение частицы порошка Dy_2TiO_5

 $\tau_{MXO} = 30$ ÷60 мин



Рис. 7. Спектры комбинационного рассеяния титаната диспрозия, полученного в результате механохимического синтеза

баний О—Ті—О-связей, а высокочастотные полосы с пиком поглощения в области $v = 600 \div 800$ см⁻¹ соответствуют валентным колебаниям [14].

Сравнение со спектрами TiO_2 и Dy_2O_3 не обнаруживает совпадающих линий, что говорит об отсутствии отдельных фаз оксидов в заметном количестве.

Анализ полученных данных позволяет сделать вывод, что практически полная аморфизация титаната диспрозия происходит в течение 30 мин МХО, что соответствует данным РФА.

Микроструктуры частиц, полученных механосинтезом (рис. 8), на основании данных ПЭМ представляют собой рентгеноаморфные агломераты размером до 10 мкм.

Результаты энергодисперсионного анализа по элементному составу частиц показывают, что они содержат диспрозий, титан и кислород практически в стехиометрическом соотношении. Незначительная доля кремния появляется, по-видимому, за счет натирания шаров (рис. 9, табл. 2).

На рис. 10 показаны микроструктуры образцов титаната диспрозия, полученных механохимиче-



Рис. 8. Электронно-микроскопическое изображение агломерата рентгеноаморфных частиц Dy₂TiO₅

Таблица 2. Элементный состав Dy₂TiO₅ (спектр *1*, см. рис. 8)

Элемент	Тип линии	<i>k</i> -фактор	Содержание	
			мас.%	ат.%
0	K	1,455	12,04	51,08
Si	K	1,000	2,92	7,06
Ti	K	1,090	6,35	9,00
Dy	L	2,262	78,69	32,87
			Σ 100,00	Σ 100,00

Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия • 1 • 2017



Рис. 9. Энергодисперсионный рентгеновский анализ Dy₂TiO₅, полученного механосинтезом



Рис. 10. Микроструктуры порошка Dy_2TiO_5 , полученного механохимическим способом (*a*) и методом индукционного плавления (*б*)

ским способом и заводским методом индукционного плавления. В первом порошке наблюдается кольцевое строение, что свидетельствует о его аморфном строении (см. рис. 10, *a*). Второй порошок (см. рис. 10, δ) имеет правильную кубическую кристаллическую решетку с параметром решетки 3,4 Å [15—17].

Выводы

1. В результате проведенных исследований установлена возможность получения нанодисперсного порошка титаната диспрозия механохимической обработкой оксидов титана и диспрозия.

2. Методами РФА, ПЭМ, растровой электронной спектроскопии, Раман-спектроскопии изучены структура и свойства полученного порошка титаната диспрозия.

3. Проведен сравнительный структурный анализ порошков Dy₂TiO₅, полученных механохимическим способом и методом высокочастотного индукционного плавления. Показано, что в процессе

МХО образуются аморфные порошки титаната диспрозия, что способствует повышению уплотняемости заготовок при прессовании. В случае применения метода высокочастотного индукционного плавления получены кристаллические порошки с параметром решетки 3,4 Å.

Работа выполнена по гранту РФФИ № 15-08-00231.

Литература

- Sickafus K.E., Grimes R.W., Valdez J.A., Cleave A., Ming Tang, Ishimaru Manabu, Corish Siobhan M., Stanek Ch.R., Uberuaga B.P. Radiation-induced amorphization resistance and radiation tolerance in structurally related oxides // Nature Mater. 2007. No. 6. P. 217–223.
- Рисованный В.Д., Варлашова Е.Е., Фридман С.Р., Пономаренко В.Б., Щеглов А.В. Сравнительные характеристики поглощающих кластерных сборок ВВЭР-1000 и PWR // Атом. энергия. 1998. Т. 84. Вып. 6. С. 508—513.
- Белаш Н.Н., Куштым А.В., Татаринов В.Р., Чернов И.А. Анализ разработок конструкций и материалов ПЭЛов ПС СУЗ повышенной работоспособности //

Ядер. и радиац. технологии. 2007. Т. 7. No. 3-4. С. 18-28.

- Рисованный В.Д., Захаров А.В., Муралева Е.М. Новые перспективные поглощающие материалы для ядерных реакторов на тепловых нейтронах. // Вопр. атом. науки и техники. Сер. Физика радиац. повреждений и радиац. материаловедение. 2005. No. 3 (86). С. 87—93.
- Risovanny V.D., Zakharov A.V., Muraleva E.M., Kosenkov V.M., Latypov R.N. Dysprozium hafnate as absorbing material for control rods // J. Nucl. Mater. 2006. Vol. 355. P. 163–170.
- Fridman S.R., Risovanny V.D., Zakharov A.V., Toporova V.G. Radiation stability of WWER-1000 CPS AR absorber element with boron carbide // Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser. Physics of radiation damages and radiation science of materials. 2001. No. 2. P. 84—90.
- Перова Е.Б., Спиридонов Л.Н., Комисарова Л.Н. Фазовые равновесия в системе HfO₂—Dy₂O₃ // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. 1982. Т. 8. No. 10. С. 1878—1882.
- Махмудов Ф.А., Шаймарданов Э.Н., Кабгов Х.Б. Получение и свойства наноструктурированных оксидов диспрозия // Докл. АН Респ. Таджикистан. 2013. Т. 56. Вып. 2. С. 130—134.
- Sinha A, Sharma B.P. Development of dysprosium titanate based ceramics // J. Amer. Ceram. Soc. 2005. No. 2. P. 238–241.
- Халамейда С.В. Некоторые новые подходы при механохимическом синтезе нанодисперсного титаната бария // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології (Украина). 2009. Т. 7. No. 3. С. 911—918.
- Xue J., Wang J., Wan D. Nanosized barium titanate powder by mechanical activation // J. Amer. Ceram. Soc. 2000. Vol. 83. No. 1. P. 232–234.
- Lyashenko L.P., Shcherbakova L.G., Kolbanev I.V., Knerel'man E.I., Davydova G.I. Mechanism of structure formationin samarium and holmium titanates prepared from mechanically activated oxides // Inorg. Mater. 2007. Vol. 43. No. 1. P. 46–54.
- Szafraniak-Wiza I., Hilczer B., Talik E., Pietraszko A., Malic B. Ferroelectric perovskite nanopowders obtained by mechanochemical synthesis // Process. Appl. Ceram. 2010. Vol. 4. No. 3. P. 99–106.
- Анохин А.С., Лянгузов Н.В. Рошаль С.Б., Юзюк Ю.И., Wen Wang. Спектры комбинационного рассеяния поликристаллических нанотрубок титаната висмута // Физика тв. тела. 2011. Т. 53. Вып. 9. С. 1968—1772.
- 15. Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. М.: Техносфера, 2004.

- Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М.: Техносфера, 2004.
- Сидорова О.В., Алешина Л.А., Калинкин А.М. Влияние механоактивации на структурное состояние титаната стронция // Фундаментальные исследования. 2014. No. 12—2. С. 280—288. URL: http://www. fundamental-research.ru/ru/article/view?id=36218 (дата обращения: 17.05.2016).

References

- Sickafus K.E., Grimes R.W., Valdez J.A., Cleave A., Ming Tang, Ishimaru Manabu, Corish Siobhan M., Stanek Ch.R., Uberuaga B.P. Radiation-induced amorphization resistance and radiation tolerance in structurally related oxides. Nature Mater. 2007. No. 6. P. 217–223.
- Risovanny V.D., Varlashova E.E., Fridman S.R., Ponomarenko V.B., Shcheglov A.V. Sravnitelnye kharakteristiki pogloshchayushchikh klasternykh sborok VVER-1000 i PWR [Comparative characteristics of absorbing cluster assemblies of VVER-1000 and PWR]. Atomnaya energiya. 1998. Vol. 84. No. 6. P. 508–513.
- Belash N.N., Kushtym A.V., Tatarinov V.R., Chernov I.A. Analiz razrabotok konstruktsyi i materialov PELov PS SUZ povyshennoi rabotosposobnosti [Analysis of the development of structures and materials absorbing elements CPS increased efficiency]. Yadernye i radiatsionnye tekhnologii. 2007. Vol. 7. No. 3–4. P. 18–28.
- Risovanny V.D., Zakharov A.V., Muraleva E.M. Novye perspektivnye pogloshchayushchie materialy dlya yadernykh reaktorov na teplovykh neitronakh [New advanced absorbent materials for nuclear reactors on thermal neutrons]. Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Seriya: Fizika radiatsionnykh povrezhdenii i radiatsionnoe materialovedenie. 2005. No. 3. P. 87–93.
- Risovanny V.D., Zakharov A.V., Muraleva E.M., Kosenkov V.M., Latypov R.N. Dysprozium hafnate as absorbing material for control rods. J. Nucl. Mater. 2006. Vol. 355. P. 163–170.
- Fridman S.R., Risovanny V.D., Zakharov A.V., Toporova V.G. Radiation stability of WWER-1000 CPS AR absorber element with boron carbide. Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser. Physics of radiation damages and radiation science of materials. 2001. No. 2. P. 84–90.
- Perova E.B., Spiridonov L.N., Komisarova L.N. Fazovye ravnovesiya v sisteme HfO₂—Dy₂O₃ [Phase equilibria in HfO₂—Dy₂O₃ system]. *Izvestiya AN SSSR. Neorganicheskie materialy.* 1982. Vol. 8. No. 10. P. 1878–1882.
- 8. *Makhmudov F.A., Shaimardanov E.N., Kabgov Kh.B.* Poluchenie i svoistva nanostrukturirovannykh oksidov

disproziya [Preparation and properties of nanostructured oxides of dysprosium]. *Doklady AN Respubliki Tadzhikistan*. 2013. Vol. 56. Iss. 2. P. 130–134.

- Sinha A., Sharma B.P. Development of dysprosium titanate based ceramics. J. Amer. Ceram. Soc. 2005. No. 2. P. 238–241.
- Khalameida S.V. Nekotorye novye podkhody pri mekhanokhimicheskom sinteze nanodispersnogo titanata bariya [Some new approaches to mechanochemical synthesis nanodispersnogo barium titanate]. Nanosistemy, nanomaterialy, nanotechnologii (Ukraine). 2009. Vol. 7. No. 3. P. 911–918.
- Xue J., Wang J., Wan D. Nanosized barium titanate powder by mechanical activation. J. Amer. Ceram. Soc. 2000. Vol. 83. No. 1. P. 232–234.
- Lyashenko L.P., Shcherbakova L.G., Kolbanev I.V., Knerel'man E.I., Davydova G.I. Mechanism of structure formationin samarium and holmium titanates prepared from mechanically activated oxides. *Inorg. Mater.* 2007. Vol. 43. No. 1. P. 46–54.
- 13. Szafraniak-Wiza I., Hilczer B., Talik E., Pietraszko A., Malic B. Ferroelectric perovskite nanopowders obtained by

mechanochemical synthesis. *Process. Appl. Ceram.* 2010. Vol. 4. No. 3. P. 99–106.

- Anokhin A.S., Lyanguzov N.V., Roshal' S.B., Yuzyuk Yu.I., Wen Wang. Spektry kombinatsionnogo rasseyaniya polikristallicheskikh nanotrubok titanata vismuta [Raman spectra of polycrystalline bismuth titanate nanotubes]. Fizika tvyordogo tela. 2011. Vol. 53. Iss. 9. P. 1968–1772.
- Sindo D., Oikava T. Analiticheskaya prosvechivayushchaya elektronnaya mikroskopiya [Analytical transmission electron microscopy]. Moscow: Tekhnosfera, 2004.
- Brandon D., Kaplan U. Mikrostruktura materialov. Metody issledovaniya i kontrolya [Microstructure of materials. Methods of a research and control]. Moscow: Tekhnosfera, 2004.
- Sidorova O.V., Aleshina L.A., Kalinkin A.M. Vliyanie mekhanoaktivatsii na strukturnoe sostoyanie titanata strontsiya [Effect of mechanical activation on the structural condition of strontium titanate]. Fundamental'nye issledovaniya. 2014. No. 12–2. P. 280–288. URL: http://www. fundamental-research.ru/ru/article/view?id=36218 (accessed: 05.17. 2016).