



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014153390/03, 29.12.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.12.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.12.2014

(45) Опубликовано: 27.12.2015 Бюл. № 36

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: TRUNEC M. et al "Compaction and Pressureless Sintering of Zirconia Nanoparticles", Journal of American Ceramic Society, 2007, vol.90, N9, p.2735-2740. RU 2134670 C1, 20.08.2009. RU 2494077 C1, 27.09.2013. RU 2536593 C1, 27.12.2014. US 5958311 A, 28.09.1999. EP 2244829 B1, 28.11.2012.

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский пр., 49, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

(72) Автор(ы):

Баринов Сергей Миронович (RU),
Антонова Ольга Станиславовна (RU),
Смирнов Валерий Вячеславович (RU),
Смирнов Сергей Валерьевич (RU),
Крылов Андрей Игоревич (RU),
Арсентьева Мария Петровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)

(54) КЕРАМИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С НИЗКОЙ ТЕМПЕРАТУРОЙ СПЕКАНИЯ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ ТЕТРАГОНАЛЬНОЙ МОДИФИКАЦИИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения высокоплотной керамики на основе тетрагонального диоксида циркония. Разработанные материалы могут быть использованы для получения износостойких изделий, режущего инструмента, керамических подшипников, медицинских нерезорбируемых имплантатов. Керамический материал на основе диоксида циркония, стабилизированного 3 мол.%

оксида иттрия, содержит добавку силиката натрия в количестве 2-5 мас.%. Технический результат изобретения - увеличение прочности материала, спекающегося до плотного состояния при низкой температуре 1130-1150°C. Полученный материал характеризуется нанокристаллической структурой, пористостью менее 0,01% и высокими механическими характеристиками: прочностью при изгибе не менее 350 МПа. 1 пр., 1 табл.

RU 2 572 101 C1

RU 2 572 101 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 572 101** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
C04B 35/486 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014153390/03, 29.12.2014

(24) Effective date for property rights:
29.12.2014

Priority:

(22) Date of filing: 29.12.2014

(45) Date of publication: 27.12.2015 Bull. № 36

Mail address:

119991, Moskva, Leninskij pr., 49, Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedenija im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN)

(72) Inventor(s):

**Barinov Sergej Mironovich (RU),
Antonova Ol'ga Stanislavovna (RU),
Smirnov Valerij Vjacheslavovich (RU),
Smirnov Sergej Valer'evich (RU),
Krylov Andrej Igorevich (RU),
Arsent'eva Marija Petrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedenija im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)

(54) **CERAMIC MATERIAL WITH LOW SINTERING TEMPERATURE BASED ON ZIRCONIUM DIOXIDE OF TETRAGONAL MODIFICATION**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: ceramic material based on zirconium dioxide, stabilised with 3 mol % of yttrium oxide, contains additive of sodium silicate in quantity 2-5 wt %. Technical result of invention consists in increased strength of material, sintered to dense condition at low

temperature 1130-1150°C.

EFFECT: material is characterised by nanocrystalline structure, low porosity and high mechanical characteristics.

1 ex, 1 tbl

R U 2 5 7 2 1 0 1 C 1

R U 2 5 7 2 1 0 1 C 1

Изобретение относится к области получения высокоплотной керамики на основе диоксида циркония. Плотные прочные керамические материалы на основе диоксида циркония тетрагональной модификации обладают высокой стойкостью к воздействию химических и биологической сред, высокими механическими свойствами, что позволяет их использовать в качестве износостойких изделий, различного режущего инструмента, в том числе, медицинских скальпелей, керамических подшипников, а также имплантатов для замещения костных дефектов.

Известен порошковый материал на основе тетрагонального диоксида циркония, стабилизированный 3 мол.% оксида иттрия [A. Ghosh; S. Sabharwal; A.K. Suri; B.T. Rao; Rama T.R. Mohan Synthesis and characterisation of nanocrystalline sinteractive 3Y-TZP powder Advances in Applied Ceramics V. 107, №3 (2008), pp. 170-175], который спекается на низкую температуру 1145 С с относительной плотностью около 95%. Низкая температура достигается благодаря использованию нанодисперсного порошка с высокой площадью удельной поверхности 90-95 м²/г. Недостатком данного материала является низкая плотность материала.

Наиболее близким по техническому решению и достигаемому эффекту является керамический материал тетрагональной модификации [M. Trunec and K. Maca Compaction and Pressureless Sintering of Zirconia Nanoparticles // J.Am. Ceram. Soc, 90 [9] 2735-2740 (2007)] с температурой спекания около 1100°C и относительной плотностью 99,1%. Низкая температура спекания и достижение относительной плотности 99,1% является следствием использования нанодисперсных порошков с высокой с площадью удельной поверхности 123 м²/г. Недостатком данного материала является использование дорогостоящего оборудования для изостатического уплотнения при прессовании образцов и относительно низкая плотность материала.

Технический результат изобретения заключается в создании материала на основе тетрагональной модификации диоксида циркония, спекающегося до плотного состояния (открытая пористость не более 0,01%) при низкой температуре 1130-1150°C и характеризующегося высокими механическими характеристиками: прочностью при изгибе не менее 350 МПа.

Технический результат достигается тем, что керамический материал с низкой температурой спекания на основе тетрагонального диоксида циркония содержит добавку, способствующую спеканию при следующих соотношениях компонентов в материале, масс. %:

тетрагональный диоксид циркония (содержание оксида иттрия 3 мол. %) - 95-98 масс. %, и добавка силиката натрия в количестве 2-5 масс. %, полученный материал характеризуется прочностью при изгибе не менее 350 МПа, равномерной однородной структурой с размером кристаллов около 100 нм и открытой пористостью не более 0,01%.

Керамический материал указанного состава неизвестен. При спекании добавка (силикат натрия, температура плавления около 1070-1120°C) образует низкотемпературный расплав, что способствует спеканию композиционного материала по жидкофазному механизму. В результате спекание до плотного состояния (открытая пористость не более 0,01%) становится возможным при низких температурах 1130-1150°C, что позволяет получить высокие механические свойства (прочность при изгибе не менее 350 МПа). При температурах спекания более 1150°C происходит рост кристаллов, что приводит к снижению прочности. При температурах ниже 1130°C падение прочности происходит вследствие увеличения пористости. При использовании добавки менее 2 масс.% материал имеет высокую открытую пористость, что приводит

к снижению прочности материала. При использовании добавки более 5 масс. % в материале при спекании образуется большое количество жидкой фазы, которая после охлаждения застывает в виде аморфной непрочной стеклофазы, что приводит к снижению механических свойств керамики.

5 Пример. Керамику получали из нанодисперсных порошков с удельной поверхностью более 150 м²/г. Высокодисперсные порошки синтезировали методом осаждения водного раствора оксихлорида циркония в водный раствор аммиака с добавлением органического растворимого полимера. Стабилизирующую добавку вводили в виде растворимой соли хлорида иттрия из расчета получения 3 мол. % оксида иттрия по
10 отношению к синтезируемому диоксиду циркония. Прокаливали порошки при температуре 600°C до полного удаления побочных продуктов синтеза. Затем в порошки вводили силикат натрия в количестве 5 масс. %. После прессования порошков, полученные образцы спекали при температуре 1130°C. В результате получали керамический материал, состоящий из 100% тетрагональной фазы. Материал
15 характеризовался однородной мелкокристаллической структурой с размером кристаллов 80-120 нм, открытой пористостью не более 0,01%, прочностью при изгибе 370 МПа.

Были изготовлены образцы керамики, имеющие составы в пределах заявленных, и определены их свойства в сравнении с прототипом.

Полученные результаты сведены в таблицу.

20

Образец	Содержание Y ₂ O ₃ по отношению к ZrO ₂ , мол. %	Содержание добавки, масс. %	Температура спекания, °C	Размер кристаллов, нм	Фазовый состав, спеченной керамики	Прочность	Открытая пористость, %	Примечания
1	3	5	1130	80-100	Тетрагональная	370	Не более 0,01	
2	3	2	1150	Около 100	Тетрагональная	350	Не более 0,01	
3 (прототип)	3	-	1150	Около 85	Тетрагональная	-	Относительная плотность 99,1	
4	15	0	1050	60-80	Кубическая	30	Около 20	
5	0	10	1300	100-300	Моноклинная	10	-	Растрескивание образца

25

30 Формула изобретения

Керамический материал с низкой температурой спекания на основе диоксида циркония тетрагональной модификации, отличающийся тем, что содержит добавку силиката натрия при следующих соотношениях компонентов в материале, мас. %: тетрагональный диоксид циркония с содержанием оксида иттрия 3 мол. % - 95-98 и добавка силиката
35 натрия в количестве 2-5, полученный материал характеризуется прочностью при изгибе не менее 350 МПа, равномерной однородной структурой со средним размером кристаллов 80-100 нм и открытой пористостью не более 0,01%.

40

45