



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C04B 35/486 (2006.01); C04B 35/64 (2006.01); C04B 2235/3244 (2006.01); C04B 2235/3255 (2006.01);
C04B 2235/5454 (2006.01); C04B 2235/668 (2006.01); C04B 2235/96 (2006.01); B82Y 40/00 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017139279, 13.11.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.11.2017

Дата регистрации:
04.09.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.11.2017

(45) Опубликовано: 04.09.2018 Бюл. № 25

Адрес для переписки:

119334, Москва, Ленинский пр-кт, 49,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт металлургии и
материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

(72) Автор(ы):

Смирнов Валерий Вячеславович (RU),
Смирнов Сергей Валерьевич (RU),
Оболкина Татьяна Олеговна (RU),
Антонова Ольга Станиславовна (RU),
Кочанов Герман Петрович (RU),
Баринов Сергей Миронович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2572101 C1, 27.12.2015. SU
1612515 A1, 10.02.2006. EA 11907 B1,
30.06.2009. US 2012/0036895 A1, 16.02.2012. US
7247588 B2, 24.07.2007. US 6946417 B2,
20.09.2005.

(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. Технический результат изобретения - увеличение прочности материалов, спекающихся до плотного состояния при низкой температуре 1300-1350°C. Керамический материал содержит добавку ниобата лития в количестве 2-5 мас.%, образующую низкотемпературный расплав. Полученный

материал характеризуется нанокристаллической структурой и высокими механическими характеристиками: прочностью при изгибе не менее 500 МПа. Разработанные материалы могут быть использованы для получения износостойких изделий, режущего инструмента, керамических подшипников, медицинских нерезорбируемых имплантатов. 1 пр., 1 табл.

RU 2 665 734 C1

RU 2 665 734 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

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

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C04B 35/486 (2006.01); *C04B 35/64* (2006.01); *C04B 2235/3244* (2006.01); *C04B 2235/3255* (2006.01);
C04B 2235/5454 (2006.01); *C04B 2235/668* (2006.01); *C04B 2235/96* (2006.01); *B82Y 40/00* (2006.01)

(21)(22) Application: **2017139279**, 13.11.2017(24) Effective date for property rights:
13.11.2017Registration date:
04.09.2018

Priority:

(22) Date of filing: 13.11.2017

(45) Date of publication: 04.09.2018 Bull. № 25

Mail address:

119334, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, Federalnoe
gosudarstvennoe byudzhetnoe uchrezhdenie nauki
Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A.
Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN)

(72) Inventor(s):

Smirnov Valerij Vyacheslavovich (RU),
Smirnov Sergej Valerevich (RU),
Obolkina Tatyana Olegovna (RU),
Antonova Olga Stanislavovna (RU),
Kochanov German Petrovich (RU),
Barinov Sergej Mironovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i
materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj
akademii nauk (IMET RAN) (RU)

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

(57) Abstract:

FIELD: ceramics.

SUBSTANCE: invention relates to the production of high-density ceramics based on tetragonal Zirconium dioxide. Ceramic material contains an additive of lithium niobate in an amount of 2–5 % by weight, forming a low-temperature melt. Obtained material is characterized by a nanocrystalline structure and high mechanical characteristics: bending strength not less

than 500 MPa. Developed materials can be used for the production of wear-resistant products, cutting tools, ceramic bearings, medical non-resorbable implants.

EFFECT: increasing the strength of materials sintered to a dense state at a low temperature of 1,300–1,350 °C.

1 cl, 1 ex, 1 tbl

C 1
4
7
3
4
6
5
2
R UR U
2
6
6
5
7
3
4
C 1

Изобретения относятся 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.

Основным недостатком технологии керамики на основе диоксида циркония является высокая температура спекания 1700-1750°C [Андрианов, Н.Т., Балкевич, В.Л., Беляков, А.В., Власов, А.С., Гузман, И.Я., Лукин, Е.С., ... & Скидан, Б.С. Химическая технология керамики: учеб. пособие для вузов / Под ред. ИЯ Гузмана // М.: ООО Риф «Стройматериалы», 2012. - 496 с. - 2012].

Низкотемпературные керамические материалы с температурой спекания ниже 1400°C получают при использовании специальных дорогостоящих методов спекания (горячего и изостатического прессования) или за счет использования высокоактивных к спеканию ультрадисперсных порошков с высокой площадью удельной поверхностью и спекающих добавок, образующих расплав.

Так известен 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 м³/г. Недостатком данного материала является использование дорогостоящего оборудования для изостатического уплотнения при прессовании образцов, а также относительно низкая плотность материала, что приводит к снижению прочности.

Наиболее близким по техническому решению и достигаемому эффекту является керамический материал тетрагональной модификации [патент №2572101 «Керамический материал с низкой температурой спекания на основе диоксида циркония тетрагональной модификации»] с температурой спекания около 1150°C. Низкая температура спекания, достижение относительной плотности (открытая пористость не более 0,01%) и прочности 350 МПа при изгибе достигается за счет использования ультрадисперсных порошков 150 м²/г и применения добавки - силиката натрия в количестве 2-5 масс. %. Недостатком данного материала является низкая прочность материала. Это является следствием содержания в материале аморфной стеклофазы низкой прочности.

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 1300-1350°C, и характеризующийся высокими механическими характеристиками: прочностью при изгибе не менее 500 МПа.

Технический результат достигается тем, что керамический материал с низкой температурой спекания на основе тетрагонального диоксида циркония, содержит добавку ниобат лития, способствующую спеканию при температуре 1300-1350°C при следующих соотношениях компоненты в материале, масс. %:

тетрагональный диоксид циркония (содержание оксида иттрия 3-9 мол. %) - 95-98 масс. %, и добавка ниобат лития в количестве 2-5 масс. %, полученный материал характеризуется прочностью при изгибе не менее 500 МПа, равномерной однородной структурой с размером кристаллов около 50-100 нм и открытой пористостью не более

0,01%.

Керамический материал указанного состава неизвестен. При спекании добавка (ниобат лития, температура плавления около 1250-1260°C) образует низкотемпературный расплав, что способствует спеканию материала по жидкофазному механизму. В результате спекание до плотного состояния (открытая пористость не более 0,01%) становится возможным при низких температурах 1300°C, что позволяет получить высокие механические свойства (прочность при изгибе не менее 500 МПа). При температурах спекания более 1450°C происходит рост кристаллов, что приводит к снижению прочности. При температурах ниже 1150°C падение прочности происходит в следствии увеличения пористости. При использовании добавки менее 1 масс. % материал имеет высокую открытую пористость, что приводит к снижению прочности материала. При использовании добавки более 10 масс. % в материале в качестве второй фазы остается непрочные соединения ниобатов лития, содержание которых приводит к снижению прочности керамики. При содержании оксида иттрия менее 3 мол. % образуется моноклинная модификация, а при более 9 мол. % кубическая модификация, содержание которых также снижает прочность материала.

Пример. Керамику получали из нанодисперсных порошков диоксида циркония, содержащего 9 мол. % оксида иттрия, с удельной поверхностью 90 м²/г. В порошки вводили ниобат лития в количестве 5 масс. % в виде порошка. Смешение проводили на планетарной мельнице в течение 30 минут до получения порошка с равномерным распределением добавки. Для получения образцов, порошок прессовали в виде балочек размером 30*3*3 мм. Полученные образцы спекали при температуре 1300°C. В результате получали керамический материал, состоящий из 100% тетрагональной фазы. Материал характеризовался однородной мелкокристаллической структурой с размером кристаллов 80-100 нм, открытой пористостью не более 0,01%, прочностью при изгибе 500 МПа.

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

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 при изгибе, МПа	Открытая пористость, %	Примечание
1	9	5	1300	80-100	Тетрагональная	500	Не более 0,01	
2	3	2	1350	Около 100	Тетрагональная	540	Не более 0,01	
3 (прототип)	3	5	1150	80-100	Тетрагональная	350	Не более 0,01	
4	1	10	1350	50-80	Моноклинная	10	Около 10-15	Образование трещин
5	12	1	1400	100-300	Кубическая, тетрагональная	50	8-10	

(57) Формула изобретения

Керамический материал с низкой температурой спекания на основе диоксида циркония тетрагональной модификации, отличающийся тем, что содержит добавку ниобат лития, при следующих соотношениях компонентов в материале, мас. %:

тетрагональный диоксид циркония (содержание оксида иттрия 3-9 мол. %) - 95-98 и добавка ниобат лития в количестве 2-5, полученный материал, спекается при температуре 1300-1350°C, характеризуется прочностью при изгибе не менее 500 МПа, равномерной однородной структурой со средним размером кристаллов 80-100 нм и открытой

пористостью не более 0,01%.

5

10

15

20

25

30

35

40

45