



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **156273** (13) **U**  
(51) МПК  
**C04B 35/10** (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ  
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ  
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<b>(21)</b> Номер заявки: <b>u 2023 06159</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и): <b>Нерубацький Володимир Павлович (UA), Геворкян Едвін Спартакович (UA)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки: <b>18.12.2023</b>	<b>(73)</b> Володілець (володільці): <b>УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАНСПОРТУ, майдан Фейєрбаха, 7, м. Харків, 61050 (UA)</b>
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: <b>30.05.2024</b>	<b>(74)</b> Представник: <b>Ректор - Панченко Сергій Володимирович</b>
<b>(46)</b> Публікація відомостей про державну реєстрацію: <b>29.05.2024, Бюл.№ 22</b>	

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ КОМПОЗИЦІЙНОГО КЕРАМІЧНОГО МАТЕРІАЛУ КОНСТРУКЦІЙНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ З ВИСОКИМИ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИМИ ВЛАСТИВОСТЯМИ**

**(57) Реферат:**

Спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу включає змішування порошкових компонентів. При цьому використовують компоненти матеріалу при співвідношенні: 60-40 мас. % корунду  $Al_2O_3$  з розміром зерен 0,3-0,5 мкм, 5-10 мас. % карбіду кремнію SiC з розміром зерен 30-50 нм, 10-15 мас. % оксиду титану  $TiO_2$  з розміром зерен 50-80 нм, решта - частково стабілізований оксидом ітрію тетрагональний  $ZrO_2$  - 5 мас. %  $Y_2O_3$  з розміром зерен 10-20 нм.

UA 156273 U

UA 156273 U

Корисна модель належить до композиційних керамічних матеріалів конструкційного призначення з дисперсно-зміцнювальною фазою, що можуть бути використані для виготовлення високоміцних виробів, наприклад ендопротезів суглобів в медичній галузі.

Оксидні монофазні кераміки та композити на основі корунду ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) і твердих розчинів тетрагональної модифікації діоксиду цирконію  $\text{T-ZrO}_2$  (TZP) належать до класу біоінертних матеріалів і знаходять застосування як імплантати при хірургічному лікуванні травм та захворювань хребта. Матеріали, що використовуються для виготовлення ендопротезів суглобів, повинні мати величину щільності нижче  $5 \text{ г/см}^3$ , високі параметри міцності, особливо високу стійкість до крихкого руйнування, тріщиностійкість, яка характеризується критичним коефіцієнтом інтенсивності напружень ( $K_{Ic}$ ) [1] Филиппенко В.А., Танькут А.В. Эволюция проблемы эндопротезирования суставов. Международный медицинский журнал. 2009. № 1 С. 70-74. 2) Chevalier J., Taddei P., Gremillard L., Deville S., Fantozzi G. et al. Reliability assessment in advanced nanocomposite materials for orthopaedic applications. J. of Mat.Behavior of Biomedical Mat. 2011. Vol. 4. P. 303-314. 3) De Aza A. H., Chevalier J., Fantozzi G., Schehl M., Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. Biomaterials. 2002. Vol. 23(3). P. 937-945].

Відомий матеріал на основі оксиду алюмінію та діоксиду цирконію, частково стабілізованого ітрієм [Савченко Н.Л. и др. Структура, фазовый состав и механические свойства композитов на основе  $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Перспективные материалы. 2009. Спец. вып. (7). С. 267-272]. У композиті, що має матрицю Y-TZP, шляхом низькотемпературного відпалу та подальшого спікання оксиду алюмінію, частково сформовано у вигляді волокон корунду, які забезпечують зміцнення матеріалу. Недоліком даного матеріалу є невисоке значення міцності (межа міцності при згині  $\sigma=600 \text{ МПа}$ ) і висока відносна щільність матеріалу, що не дає змогу застосовувати матеріал як ендопротези суглобів.

Відомий композиційний керамічний матеріал, що включає матрицю діоксиду цирконію, а як зміцнювач армуючі частинки, отримані плазмохімічним методом [Патент РФ № 2341494, опубл. 20.12.2008]. Матеріал має високі властивості міцності (міцність при згині  $\sigma=1100 \text{ МПа}$  і тріщиностійкість  $K_{Ic}=10 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ ) при максимальному вмісті  $\text{Al}_2\text{O}_3$  20 об. %. Недоліком даного матеріалу є нестабільний хімічний склад, високий вміст неконтрольованих домішок, що привносяться в результаті отримання плазмохімічним методом армуючих частинок, що не дає змогу застосовувати матеріал у медичних цілях.

Відомий матеріал, представлений у публікації [Biomaterials Applications for Nanomedicine / Editor by Prof R. Pignatello // 2011. P. 458, G. Maccauro, P. Rossi. L. Raffaelli and P.F. Manicone, Alumina and Zirconia Ceramic for Orthopaedic and Dental Devices P. 299-308]. Відомий матеріал (ZPTA) отримано на основі комерційних порошоків оксиду алюмінію та тетрагонального діоксиду цирконію (Y-TZP) і має матрицею оксиду алюмінію, в якій присутня дисперсно-зміцнююча фаза у вигляді кристалів голкової форми, що відповідають з'єднанню  $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ . Матеріал має міцність при вигині  $\sigma=1150 \text{ МПа}$  та модуль пружності  $E=350 \text{ ГПа}$ . Недоліком даного відомого матеріалу є невисока для подібного типу матеріалів тріщиностійкість: коефіцієнт  $K_{Ic}=8,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ .

Відомий патент РФ [RU № 2 569 113, опубл. 20.11.2015, бюл. № 32]. Композиційний керамічний матеріал на основі синтезованих нанопорошків містить корунд, тетрагональний діоксид цирконію і гексаалюмінат кальцію-церію  $[\text{CeCa}]\text{Al}_{12}\text{O}_{19}$  при такому співвідношенні компонентів, об. %: 63-66  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (корунд); 6-8  $[\text{CeCa}]\text{Al}_{12}\text{O}_{19}$  (гексаалюмінат кальцію-церію); решта - тетрагональний  $\text{ZrO}_2$  (Ce-TZP). Спосіб його отримання включає одночасне зворотне осадження із суміші одномолярних розчинів оксихлориду цирконію, нітратів церію, алюмінію та кальцію розчином аміаку в присутності ізобутанолу прекурсорів нанопорошків, що мають хімічний склад (мол. %)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 61-65 %,  $\text{ZrO}_2$  - 28-34 %,  $\text{CeO}_2$  - 4-5 %,  $\text{CaO}$  - 1-2 %, термообробку за температури 1050-1100 °С, деагломерацію, компактування зразків і спікання при кінцевій температурі 1600-1630 °С, у процесі якого in situ формується дисперсно-зміцнююча фаза гексаалюмінату кальцію-церію ( $[\text{CeCa}]\text{Al}_{12}\text{O}_{19}$ ) у вигляді довгопризматичних зерен. Властивості матеріалу: щільність 4,58-4,62  $\text{г/см}^3$ , міцність при статичному вигині  $\sigma=900\text{-}1000 \text{ МПа}$ , тріщиностійкість  $K_{Ic}=10,5\text{-}11,5 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ , мікротвердість  $H=12\text{-}12,5 \text{ ГПа}$  та модуль пружності  $E=322\text{-}324 \text{ ГПа}$ . Недоліком даного методу є нестабільність осаджених з суміші одномолярних розчинів оксихлориду цирконію, нітратів церію, алюмінію і кальцію розчином аміаку в присутності ізобутанолу прекурсорів нанопорошків, внаслідок цього неоднорідність властивостей матеріалу, а також відносно невисокий модуль пружності і недостатньо висока міцність при статичному згині.

Задачею корисної моделі є отримання нового композиційного керамічного матеріалу з високою стійкістю до крихкого руйнування та можливістю використання його для виготовлення високоміцних виробів.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб отримання високоміцного композиційного керамічного матеріалу конструкційного призначення з високою стійкістю до крихкого руйнування заснований на змішуванні порошкових компонентів, що містять 60-40 мас. % корунду  $Al_2O_3$  з розміром зерен 0,3-0,5 мкм; 5-10 мас. % карбіду кремнію  $SiC$  з розміром зерен 30-50 нм; 10-15 мас. % оксиду титану  $TiO_2$  з розміром зерен 50-80 нм; решта - частково стабілізований оксидом ітрію тетрагональний  $ZrO_2$ -5 мас. %  $Y_2O_3$  з розміром зерен 10-20 нм.

Спосіб отримання матеріалу включає змішування порошкових компонентів в полівінілому спирті протягом 8 годин у планетарному млині, термообробку за температури 900-1000 °С для деагломерації порошоків, компактування зразків і гаряче пресування у вакуумі при кінцевій температурі 1500-1600 °С і часу витримки 2-3 хв., у процесі якого формується дисперсна структура.

У результаті отриманий композиційний матеріал характеризується високими фізико-механічними властивостями:

- щільність - 4,2-4,5 г/см<sup>3</sup>;
- міцність при статичному згині - 1200-1400 МПа;
- тріщиностійкість - 13-15 МПа·м<sup>1/2</sup>;
- мікротвердість - 18-20 ГПа;
- модуль пружності - 420-480 ГПа.

Технічним результатом корисної моделі є спосіб отримання нового високоміцного композиційного керамічного матеріалу конструкційного призначення з високою стійкістю до крихкого руйнування з можливістю використання для виготовлення високоміцних виробів, наприклад, ендопротезів суглобів в медичній галузі.

#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб отримання композиційного керамічного матеріалу, що включає змішування порошкових компонентів, який **відрізняється** тим, що використовують компоненти матеріалу при співвідношенні: 60-40 мас. % корунду  $Al_2O_3$  з розміром зерен 0,3-0,5 мкм, 5-10 мас. % карбіду кремнію  $SiC$  з розміром зерен 30-50 нм, 10-15 мас. % оксиду титану  $TiO_2$  з розміром зерен 50-80 нм, решта - частково стабілізований оксидом ітрію тетрагональний  $ZrO_2$  - 5 мас. %  $Y_2O_3$  з розміром зерен 10-20 нм.