



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 199 616** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) МПК⁷ **C 30 B 28/06, 29/22, A 61 B 17/32**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

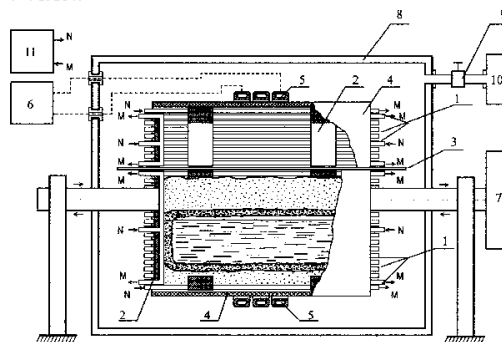
(21), (22) Заявка: 99125820/12, 15.12.1999
(24) Дата начала действия патента: 15.12.1999
(46) Дата публикации: 27.02.2003
(56) Ссылки: RU 97112489 A1, 10.08.1999. RU 2134314 C1, 10.08.1999. US 4153469 A1, 08.05.1979.
(98) Адрес для переписки:
690000, г.Владивосток, ул. Семеновская, 30,
кв.51, В.И.Пуздаеву

(71) Заявитель:
Пуздаев Владимир Иванович,
Ермолин Владимир Валентинович,
Кочергин Сергей Леонидович,
Мигунов Александр Семенович
(73) Патентообладатель:
Пуздаев Владимир Иванович,
Ермолин Владимир Валентинович,
Кочергин Сергей Леонидович,
Мигунов Александр Семенович

(54) **ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ, СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ, ИЗДЕЛИЕ ИЗ ЭТОГО МАТЕРИАЛА**

(57)
Изобретение относится к области новых высокопрочных материалов на основе диоксида циркония, которые могут быть использованы для производства изделий, работающих при повышенных нагрузках, а также как износостойкие режущие инструменты в медицинской технике. Сущность изобретения: материал состоит из кристаллитов тетрагональной модификации диоксида циркония игольчатой или пластинчатой формы размером не более 0,05 мм с соотношением длины и максимального поперечного сечения не менее 2:1, ориентированных параллельно своим длинным осям и образующих прямоугольную решетку. Материал получают методом плавления в холодном контейнере при горизонтальном перемещении его относительно индуктора. Изобретение позволяет повысить стойкость материала к началу растрескивания за счет изменения структуры материала. Высокие

физико-механические показатели материала позволяют изготавливать из него высокоострые скальпели, которые обеспечивают ресурс работы лезвия до 60 операций на плотных тканях, при этом допускают до 10 перезаточек без изменения профиля лезвия. 4 с. и 9 з.п. ф-лы, 11 ил., 1 табл.



Фиг. 2

RU 2 199 616 C2

RU 2 199 616 C2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 199 616** ⁽¹³⁾ **C2**
 (51) Int. Cl.⁷ **C 30 B 28/06, 29/22, A 61 B 17/32**

RUSSIAN AGENCY
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 99125820/12, 15.12.1999
 (24) Effective date for property rights: 15.12.1999
 (46) Date of publication: 27.02.2003
 (98) Mail address:
 690000, g.Vladivostok, ul. Semenovskaja, 30,
 kv.51, V.I.Puzdaevu

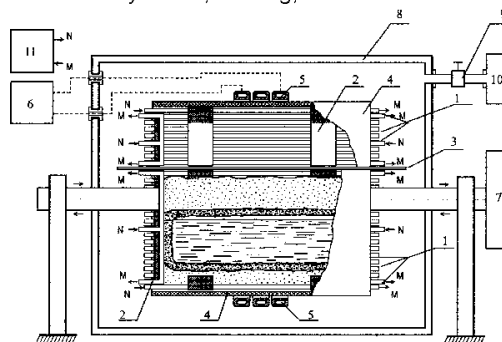
(71) Applicant:
 Puzdaev Vladimir Ivanovich,
 Ermolin Vladimir Valentinovich,
 Kochergin Sergej Leonidovich,
 Migunov Aleksandr Semenovich
 (73) Proprietor:
 Puzdaev Vladimir Ivanovich,
 Ermolin Vladimir Valentinovich,
 Kochergin Sergej Leonidovich,
 Migunov Aleksandr Semenovich

(54) POLYCRYSTALLINE MATERIAL, METHOD AND DEVICE FOR PRODUCTION OF SUCH MATERIAL AND ARTICLE MADE FROM SUCH MATERIAL

(57) Abstract:

FIELD: production of new high-strength materials on base of zirconium dioxide which may be used for manufacture of articles working at high loads, such as wear-resistance cutting instruments for medicine engineering. SUBSTANCE: material includes tetragonal crystallites of zirconium dioxide of needle or plate form not exceeding 0.05 mm in size at ratio of length to maximum cross section no less than 2:1; they are oriented in parallel relative to their longer axes, thus forming rectangular lattice. Material is obtained by melting in cold container at horizontal motion of container relative to inductor. Invention enhances stability of material to beginning of cracking due to change of structure of material. High physico-mechanical parameters of material

make it possible to manufacture high-sharp scalpels from it increasing service life of knives to 60 operations and allowing 10 resharpening cycles with no change in scalpel profile. EFFECT: enhanced efficiency and reliability. 13 cl, 11 dwg, 1 tbl



Фиг. 2

RU 2 199 616 C2

RU 2 199 616 C2

Изобретение относится к области новых высокопрочных материалов, а именно к монофазному поликристаллическому материалу на основе диоксида циркония, который может использоваться для производства изделий, работающих при повышенных нагрузках, а также в качестве обрабатываемых, износостойких изделий и режущих инструментов в медицинской технике.

Материалы на основе диоксида циркония обладают уникальными физико-механическими характеристиками: высокой твердостью, износостойкостью и одновременно повышенной вязкостью и пластичностью. Известно, что помимо химической природы свойства этих материалов определяются их макро- и микроструктурой, которая в свою очередь формируется как в результате топомеханических процессов в исходных материалах (дегидратация, рекристаллизация в градиентном температурном поле и т.д.), так и в зависимости от способа получения материала (спекание, прессование или плавление), а также вследствие изменений технологических параметров примененного способа. Так, например, для получения циркониевой керамики применяют методы спекания и изостатического сжатия, а для получения высокопрочного циркониевого поликристаллического материала используют различные модификации высокотемпературного плавления.

Выбор метода получения материала и аппаратное оформление метода определяются свойствами исходных соединений и получаемого материала, а также требованиями, предъявляемыми к конечному продукту, такими, например, как чистота, дефектность, структура, размер и т.д. Как правило, для более экономичного использования материала стремятся получить его больших размеров и удобной формы, так как при разделке кристаллического материала потери на резание, шлифовку и полировку могут составить до 80% исходного материала.

Известен материал на основе диоксида циркония (гафния), стабилизированного 10-30% оксида иттрия (п. США 4153469, опубл. 08.05.79). Материал представляет собой монокристалл кубической модификации диоксида циркония (гафния) и является оптически прозрачным. Монокристаллическая структура материала обеспечивает его высокую микротвердость (1300-1500 кг/мм²), однако ведет к повышенной хрупкости и низкой ударной вязкости и прочности, что сдерживает его широкое применение в промышленности.

Для получения вышеназванного монокристаллического материала по п. США 4153469 применяют метод прямого высокочастотного (ВЧ) плавления в холодном контейнере. Для этого исходную шихту, состоящую из диоксида циркония или гафния и стабилизирующего оксида иттрия в заданном соотношении, помещают в реакционный контейнер, расплавляют ее с использованием электрического поля высокой частоты и выращивают монокристалл из полученного бесцветного расплава путем поднятия контейнера с расплавом из зоны нагрева со скоростью 2-30 мм/ч. При

удалении контейнера из зоны нагрева начинается рост монокристаллов в виде их конгломерата (блока), который затем легко разделяют на отдельные монокристаллы.

Способ позволяет получить материал, представляющий собой кубические монокристаллы стабилизированных циркония или гафния величиной до 8 см и площадью поперечного сечения от 0,5 до 4,0 см².

Для получения окрашенного материала в шихту дополнительно вводят до 8 мол. % окрашивающего оксида, выбранного из группы оксидов переходных и редкоземельных элементов.

Известен керамический материал, содержащий, мол. %: 96-98 ZrO₂ и 2-4 Y₂O₃ или 6-13 CeO₂. Основу материала (до 90%) составляет диоксид циркония тетрагональной модификации (в.з. JP 62-30660, опубл. 09.02.87). Материал представляет собой спеченную керамику и состоит из зерен неправильной формы размером не более 0,1 мкм. Данная керамика обладает высокой твердостью, прочностью на изгиб и вязкостью, но за счет присутствия моноклинной фазы диоксида циркония и наличия субмикропор на границе зерен наблюдается выкрашиваемость зерен, что увеличивает хрупкость материала и снижает его износостойкость.

Для получения керамики составляющие ее порошки оксидов измельчают до образования мелкодисперсных частиц размером 0,1 мкм, размалывают в воде, добавляют поливинилстирол, тщательно перемешивают и получают шликер, из которого распылительной сушкой изготавливают пресс-порошок и формируют его при давлении 3 т/см². После выжигания связки заготовку спекают 1 ч при 1480° С, затем уплотняют методом горячего изостатического прессования при 1400° и 1500 атм (в.з. JP 62-30660, опубл. 09.02.87).

Полученная керамика имеет твердость по Виккерсу 1600 кг/мм² и прочность на изгиб 600-900 МПа при 20°С.

Описанная технология получения керамики не дает возможности получить материал с высокой плотностью, а значит, достаточной механической прочностью керамического материала. Проблемой является и получение исходного порошка с равномерным гранулометрическим составом по всему объему и равномерным распределением стабилизирующего оксида в диоксиде циркония. Кроме того, за счет тетрагонально-моноклинного превращения, происходящего при спекании и особенно изостатическом сжатии, возникает поверхностный слой с напряжением сжатия, что приводит к присутствию в материале примеси моноклинной фазы диоксида циркония, а также выкрашиванию поверхности за счет вырывания керамических зерен при использовании материала, что снижает его износостойкость.

Известен материал на основе ZrO₂, частично стабилизированного 3,5 мол. % - оксида иттрия (Martinez-Fernandez J., Jimenez Melendo. M., Domingues-Rodriguez A., Heuer A.H." Microindentation-induced transformation in 3,5 mol. %-yttria-partially-stabilized zirconia single crystal" J.Am.Ceram.Soc. 1991,

р.491). Представленный материал является монокристаллом тетрагональной модификации частично стабилизированного диоксида циркония, обладает высокой твердостью и вязкостью, но имеет небольшие размеры 10 x 5 x 3 мм. Монокристаллы были получены методом выращивания из расплава в гарнисаже как включения в кубическую модификацию диоксида циркония и использовались для изучения твердости монокристалла тетрагональной модификации диоксида циркония в различных направлениях.

Наиболее близким к заявляемому является материал на основе ZrO_2 частично стабилизированного 2,5-3,5 мол. % оксида иттрия (з. РФ 97112489, опублик. 10.08.99). Материал получают методом плавления в гарнисаже. Шихту, состоящую из ZrO_2 и Y_2O_3 , загружают в контейнер с охлаждаемыми стенками, проводят плавление шихты с образованием расплава в гарнисаже и последующую направленную кристаллизацию расплава ведут путем вертикального перемещения контейнера относительно индуктора, затем контейнер охлаждают сначала до 1200-1400°C, постепенно снижая мощность индуктора, а затем до комнатной температуры при выключенном индукторе, отжиг полученного материала осуществляют на воздухе при 800-1400°C в течение 1-10 ч или в разреженной атмосфере при 10^{-4} - 10^{-1} мм рт.ст. и 1100 -2100°C в течение 1-20 ч.

Известный способ приводит к получению материала, микроструктура которого представляет собой хаотично расположенные домены, имеющие неправильную форму и размеры 100-200 нм (0,0001-0,0002 мм).

За счет уменьшения зернистости структуры увеличивается износостойкость материала, но такая ультрадисперсная структура приводит к возникновению напряженного поверхностного слоя с повышенным напряжением сжатия, что снижает сопротивляемость материала в отношении точки начала растрескивания и служит благоприятным фактором при возможном превращении тетрагональной фазы в моноклинную. Известно, что о повышенной тенденции материала к развитию поверхностных трещин свидетельствует более высокое значение величины стойкости на излом, определенной при комнатной температуре по методу шевронного надреза, по сравнению с той же величиной, определенной по методу вдавливания шарика (Фишер Г. Zirconia: Ceramic Engineering's toughness challeng. Am. Cer.Soc., Bull. 1986, 65, 10, 1355-1360), что и наблюдается для известного материала, для которого эти значения равны соответственно 17 МПа/м² и 11 МПа/м².

Для осуществления высокотемпературного способа синтеза материалов на основе стабилизированного диоксида циркония применяют, как правило, плавление в ВЧ-поле в контейнере с охлаждаемыми стенками. Известны несколько вариантов контейнеров такого типа.

Например, известен многоэлементный холодный контейнер для периодического плавления и кристаллизации тугоплавких неметаллических материалов, состоящий из

трубчатых водоохлаждаемых элементов, которые образуют стенки и дно контейнера и которые укреплены на кольце из диэлектрического материала. Вся описанная конструкция помещена в изолирующий кварцевый сосуд, вокруг которого располагают индуктор ВЧ-генератора (Александров В.И., Осико В.В., Прохоров А.М., Татаринцев В.М. "Получение высокотемпературных материалов методом прямого высокочастотного плавления в холодном контейнере". Успехи химии, т. XL VII, в.3, 1978, с.385-425).

Известен многоэлементный холодный контейнер для периодического плавления и кристаллизации тугоплавких неметаллических материалов. Для подвода энергии к шихте не только с боковой поверхности расплава, но и снизу дно и стенки контейнера выполнены из изогнутых по форме контейнера медных трубок, а индуктор располагают как вокруг стенок, так и вокруг дна контейнера. (Там же, с.394).

Известен также контейнер для непрерывного плавления и кристаллизации тугоплавких неметаллических материалов, в котором контейнер имеет коническую форму и выполнен разъемным. Шихта подается сверху, а блок закристаллизованного материала снимается снизу. (Там же, с.395).

Наиболее близким к заявляемому является устройство для проведения кристаллизации, описанное в заявке РФ 97112489 опублик. 10.08.99 г. Устройство содержит контейнер, состоящий из набора боковых и донных медных водоохлаждаемых трубок и/или секций с воздушным зазором между ними 1-2 мм, непроводящее основание, выполненное, например, из политетрафторэтилена; контейнер помещен в кварцевую оболочку, вокруг которой размещен индуктор, соединенный с высокочастотным генератором. Контейнер установлен с возможностью вертикального перемещения относительно индуктора. Подачу охлаждающей воды в трубки осуществляют противотоком.

Однако для всех известных холодных контейнеров с вертикальным ростом кристаллического вещества затруднена тепловая конвекция, что приводит к частичному захвату капель расплава и примесей, которые скапливаются в межкристаллитных зернах и снижают прочность и износостойкость материала. Кроме того, вертикальный контейнер не позволяет получать поликристаллический материал достаточно больших размеров.

Технической задачей изобретения является повышение сопротивляемости материала в отношении начала растрескивания за счет изменения микроструктуры материала, приводящее к увеличению прочности на изгиб и износостойкости материала при использовании его в производстве режущих кромок и высокопрочных изделий.

Поставленная задача решается материалом, состоящим из кристаллитов частично стабилизированного диоксида циркония игольчатой или пластинчатой формы длиной не более 0,05 мм с соотношением длины и максимального поперечного сечения не менее 2:1, расположенных параллельно своим длинным

осям и образующих прямоугольную решетку.

Структура заявляемого материала приведена на фотографии, представленной на фиг.1. Фотография сделана с петрографического поляризационного микроскопа при 1000-кратном увеличении.

По данным рентгенофазового анализа кристаллиты представляют собой монокристаллы частично стабилизированного диоксида циркония тетрагональной модификации, что подтверждают приведенные в таблице величины межплоскостных расстояний, вычисленные по данным рентгенофазового анализа, выполненного на дифрактометре Дрон-1 в Си-излучении с графитовым монохроматором. Образец растерт в порошок и насеян.

Установлено, что структура заявляемого материала является однородной, монофазной, без поверхностных трещин. Многочисленные срезы материала, произведенные во всех направлениях, дают под микроскопом изображение прямоугольной решетки как на фиг.1. Такая структура материала обеспечивает возникновение сопротивления поверхности напряжению при сжатии, обуславливает сопротивление развитию и распространению разрушающих трещин. В конечном результате это приводит к повышению сопротивляемости материала в отношении начала растрескивания и увеличивает его износостойкость. Сделанный вывод подтверждается практически одинаковыми значениями величин стойкости на излом, определенными по методу надреза (17 МПа/м^2) и по методу вдавливания шарика (16 МПа/м^2).

Экспериментально установлено, что если размеры кристаллитов, составляющих материал, превышают заявляемые, то не удастся добиться необходимой однородности материала по составу и строению из-за присутствия в нем примеси моноклинной фазы и образования поверхностных трещин различных направлений, а это в свою очередь ведет к снижению износостойкости.

В качестве стабилизирующего оксида заявляемый материал содержит оксид металла, выбранный из группы оксидов иттрия, церия, магния, кальция. Количество оксида металла определяется необходимостью получения застабилизированной тетрагональной модификации и для всех оксидов различно. Например, для оксида иттрия это количество составляет 2-4 мол.%, а для оксида церия - 6-13 мол. %.

Окраску материала обеспечивает присутствие в нем хромовых катионов, таких как катионы редкоземельных металлов или многовалентные катионы переходных металлов, выбранные из ряда: кобальт, титан, хром, алюминий, ванадий, марганец, железо, никель, ниодим, лантан, празеодим, церий, самарий, европий, гадолиний, эрбий, тулий, иттербий и лютеций. Количество хромовых добавок в виде оксидов соответствующих металлов-хромовых в материале не превышает 5 мол. %.

Материал имеет черный цвет, если его подвергнуть термообработке при $1650-1750 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение не менее 3 ч.

Поставленная задача решается также предложенным способом получения материала заявляемого строения,

включающим загрузку шихты из диоксида циркония и стабилизирующего оксида в охлаждаемый контейнер, ее плавление с образованием расплава, последующую кристаллизацию образца путем перемещение контейнера относительно индуктора со скоростью $0,1-30 \text{ мм/ч}$, охлаждение контейнера до $1300-1400 \text{ }^\circ\text{C}$ посредством снижения мощности индуктора, при этом расплав выдерживают до начала кристаллизации не менее 3 ч, кристаллизацию и охлаждение контейнера до $1300-1400 \text{ }^\circ\text{C}$ ведут при пониженном до $200-300 \text{ мм рт.ст.}$ давлении, дальнейшее охлаждение до комнатной температуры осуществляют путем постепенного повышения давления в течение не менее 24 ч и весь процесс проводят путем горизонтального перемещения контейнера относительно индуктора.

Для повышения однородности и упорядоченности структуры заявляемого материала после охлаждения до $1300-1400 \text{ }^\circ\text{C}$ осуществляют повторное плавление со скоростью прохождения не более 100 мм/ч .

Для приготовления шихты диоксид циркония может быть использован как в виде порошка, так и в виде кристаллов и отходов монокристаллического производства.

В качестве стабилизирующего оксида в шихту вводят оксид металла, выбранного из группы оксидов иттрия, церия, магния, кальция.

Для получения окрашенного материала исходную шихту вводят до 5 мол.% окрашивающего хромового катиона металла, выбранного из группы переходных и редкоземельных элементов (кобальт, титан, хром, алюминий, ванадий, марганец, железо, никель, ниодим, лантан, празеодим, церий, самарий, европий, гадолиний, эрбий, тулий, иттербий и лютеций).

Для снижения внутренних напряжений в материале возможен его отжиг при $600-1400 \text{ }^\circ\text{C}$ при атмосферном давлении или при $1100-2000 \text{ }^\circ\text{C}$ при пониженном до $10^{-4}-10^{-1} \text{ мм рт.ст.}$ давлении в течение времени 1-20 ч.

Заявляемый способ обеспечивает высокую однородность получаемого материала, стабильность его фазового состава и обеспечивает образование заявляемой структуры материала. Кроме того, способ обеспечивает заявляемую форму отдельного кристаллита и повышение прочности кристаллита за счет снижения его дефектности, что увеличивает его режущую способность и позволяет изготовить из него высокоострые, износостойкие изделия.

Экспериментально установлено, что при осуществлении способа в отличных от заявляемых условиях не удастся добиться заявляемой однородности и структуры материала, его монофазности и отсутствия в нем трещин.

Поставленная задача решается также устройством для кристаллизации, в котором контейнер, состоящий из набора охлаждаемых трубок и/или секций, закрепленных на непроводящей основе и помещенных в кварцевую оболочку, вокруг которой установлен индуктор высокочастотного генератора, выполнен

разъемным и состоит из двух горизонтально расположенных полуцилиндров, нижний из которых снабжен по периметру вертикальными стенками высотой 0,5-1,0 диаметра цилиндра, при этом контейнер установлен с возможностью горизонтального перемещения относительно индуктора, а полуцилиндры сдвигаются относительно друг друга в направлении оси цилиндра.

Схема устройства приведена на фиг.2.

Устройство для осуществления способа состоит из контейнера, образованного двумя полуцилиндрами: нижнего - основания контейнера и верхнего - крышки контейнера, каждая из которых выполнена из набора охлаждаемых трубок и/или секций (1), укрепленных на непроводящей основе (2). Основание контейнера снабжено вертикальными боковыми стенками высотой 0,5-1,0 диаметра цилиндра и выполненными также из охлаждаемых трубок (1). Полуцилиндры имеют направляющие (3) для перемещения относительно друг друга вдоль оси цилиндров. Контейнер помещен в кварцевую оболочку (4), вокруг которой установлен индуктор (5) высокочастотного генератора (6). Контейнер соединен с механизмом (7), обеспечивающим горизонтальное перемещение контейнера относительно индуктора (5). Контейнер с индуктором (5) размещены в герметичном корпусе (8), выполненном разъемным, который через регулирующий клапан (9) подключен к вакуумному насосу (10). Охлаждение осуществляют из системы (11) в направлениях: N - подача, M - вывод.

Выполнение устройства с возможностью горизонтального перемещения контейнера относительно индуктора, а также обеспечение охлаждения контейнера со всех сторон позволяет выращивать поликристаллический материал заявляемой структуры и объемом до 1500 см³.

Способ осуществляют следующим образом. В основание контейнера помещают шихту, состоящую из ZrO₂, стабилизирующего оксида, металла, входящего в стабилизирующий оксид или металлический цирконий для обеспечения стартового плавления и соответствующий оксид металла для обеспечения необходимого мольного соотношения диоксида циркония и стабилизирующего оксида. Утрамбовывают шихту и при необходимости вносят добавочное количество шихты до полного заполнения основания контейнера. Контейнер закрывают крышкой и расплавляют шихту в ВЧ-поле, создаваемом с помощью индуктора (5) ВЧ-генератора (6) частотой 5,28 МГц и колебательной мощностью 60 кВт. Расплавление шихты проводят при скорости перемещения контейнера относительно индуктора (5) не более 100 мм/ч.

В результате происходит полное обезгаживание расплава и удаление летучих соединений, что обеспечивает дополнительную очистку от многих примесей, летучих при температуре расплава (около 3000°C), которые при обычном способе частично удерживаются в межкристаллитных порах. Гомогенизируют расплав, выдерживая его в расплавленном состоянии не менее 3 ч, затем в корпусе (8) создают разрежение не более 200-300 мм рт.ст. и начинают кристаллизацию вещества, перемещая

контейнер в обратном направлении со скоростью 0,1-30,0 мм/ч, обеспечивающей однородность и монофазность образовавшегося материала. Как правило, она находится в интервале 0,1-10 мм/ч, как и в прототипе. После этого при сохранении внешнего охлаждения снижают мощность ВЧ-поля, обеспечивая снижение температуры со скоростью не более 50°C/ч до 1300-1400 °С, ниже которой энергия ВЧ поля не поглощается кристаллами. Дальнейшее охлаждение до комнатной температуры происходит при постепенном поднятии давления в контейнере до атмосферного в течение не менее 24 ч, после чего контейнер открывают, сдвигая крышку по направляющим (3). На поверхности основания контейнера вырастает поликристаллическая пластина толщиной не менее 50 мм и с поверхностью, составляющей 50-70% от площади расплава в контейнере.

Способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Для осуществления способа используют устройство, схема которого приведена на фиг.2. В основание контейнера, имеющего длину 250 мм, высоту вертикальных стенок 90 мм и диаметр полуцилиндра 150 мм, загружают и тщательно утрамбовывают шихту, состоящую из 32,062 кг ZrO₂ (97 мол.%) и 1,938 кг(3 мол. %) Y₂O₃. Помещают в шихту 30 г металлического циркония и для сохранения мольного соотношения вводят дополнительно 2 г Y₂O₃, закрывают контейнер крышкой и включают ВЧ-генератор (6), производят стартовое плавление, а затем постепенно расплавляют всю шихту, перемещая контейнер в горизонтальном направлении относительно индуктора со скоростью 100 мм/ч. После расплавления шихты выдерживают расплав в течение 8 ч. Затем через регулирующий клапан (9) подключают вакуумный насос (10), создают разрежение 300 мм рт.ст и начинают перемещение контейнера в противоположном направлении со скоростью 1 мм/ч. Происходит кристаллизация вещества. Снижая затем мощность индуктора, производят охлаждение контейнера до 1300°C при скорости 50°C/ч. Выключают генератор ВЧ (6) и начинают постепенное поднятие давления в течение 24 ч до комнатной температуры. После этого контейнер открывают. На горизонтальной поверхности основания цилиндра образуется кристаллическая пластина толщиной 55 мм и площадью поверхности 260 см² (1430 см³).

Пластина представляет собой поликристаллический материал, состоящий из тетрагональных кристаллитов диоксида циркония. Срез под микроскопом при 1000-кратном увеличении подтверждает монофазность и бездефектность полученного материала (фиг.1). Стойкость на излом, определенная по методу шевронного надреза, составляет 17 МПа/м², а по методу вдавливания шарика - 16 МПа/м².

Пример 2.

Для синтеза используют шихту, содержащую 29,64 кг(96,5 мол.%) ZrO₂ и 0,36 кг(3,5 мол.%) MgO. Для стартового плавления вводят 30 г металлического циркония и для компенсации образовавшегося при окислении оксида

металла дополнительно 5 г MgO. Процесс плавления и кристаллизации осуществляют, как описано в примере 1, за исключением того, что после охлаждения расплава до 1400 °С проводят повторное плавление и кристаллизацию со скоростью 0,5 мм/ч.

Образуется пластина частично стабилизированного поликристаллического монофазного бездефектного диоксида циркония, обладающая стойкостью на излом, определенную по методу шевронного надреза и методу вдавливания шарика соответственно 13 МПа/мм² и 12 МПа/мм².

Физико-механические свойства заявляемого материала позволяют изготавливать из него режущие кромки различных инструментов, например медицинских скальпелей необходимых размеров, для проведения хирургических операций, а также изделия, эксплуатирующиеся в условиях повышенных нагрузок.

Известны лезвия бритвы, изготовленные из керамического материала, содержащего не менее 90% тетрагонального диоксида циркония и 2-4 мол.% оксида иттрия (в.з. JP 62-30660). Однако неоднородная структура материала, содержащего примесь моноклинной фазы диоксида циркония, не обеспечивает высокой износостойкости и прочности лезвий.

Известны лезвия, изготовленные из монокристалла алмаза, сапфира или алмазоподобных веществ (п. США 5317938). Однако они дороги, хрупки и могут быть изготовлены только небольших размеров (не более 10,0 мм).

Наиболее близкими к заявляемым являются лезвия, изготовленные из материала доменной структуры (з. РФ 97112489 опубл. 10.08.99). Однако структура материала не обеспечивает их достаточную износостойкость.

Лезвия, изготовленные из заявляемого материала, обладают повышенной износостойкостью и обеспечивают ресурс работы лезвия до 60 операций на плотных тканях, таких как кожа, апаневроз, рубцовая ткань. Повышенная стойкость заявляемого материала к началу растрескивания позволяет производить перезаточку режущей кромки лезвий до 10 раз без изменения профиля лезвия.

На фиг.3-5 приведены образцы медицинских скальпелей, лезвия которых изготовлены из заявляемого материала, а на фиг.6, 7 приведены два типа заточки лезвий.

Для изготовления лезвий материал разрезается на пластины толщиной от 0,5-0,8 мм алмазным отрезным кругом толщиной от 0,2-0,3 мм. Затем пластины шлифуют с двух сторон в несколько этапов алмазными шлифовальными кругами с зерном абразива 20,0 мкм на начальном этапе и 1,0-2,0 мкм - на конечном. Возможно шаржирование шлифовальных кругов алмазными пастами абразивностью 0,5-1,0 мкм для получения поверхности лезвий более высокой чистоты.

Далее из отшлифованной пластины произвольной формы с помощью лазерной установки по стандартным шаблонам вырезают заготовки для лезвий различных профилей. Затем следует операция формирования профиля режущей кромки лезвия алмазным заточным инструментом в

зависимости от области применения лезвий (косячкового, бритвенного, сложного с двойным углом заточки и т.д.) Конечную доводку режущей кромки лезвий до нужной остроты осуществляют алмазным заточным инструментом с зерном от 0,6-1,0 мкм на прецизионном оборудовании. Контроль остроты режущей кромки лезвий на радиоэлектронном микроскопе показал, что диаметр округления режущей кромки лезвий не превышает величины 0,1 мкм, а у отдельных образцов она достигала 0,05 мкм.

Скальпель, изображенный на фиг.3-5, состоит из лезвия А с режущей кромкой В и держателя лезвия С. Лезвие А с режущей кромкой В скальпелей изготовлены из заявляемого материала, держатель лезвия С изготовлен из стали. Лезвие А прикреплено к держателю С методом склеивания. На фиг.6, 7 приведены два типа заточки лезвий, где: а - толщина лезвия, равная 0,4-0,5 мм; б - диаметр округления режущей кромки лезвия, равный 0,05-0,1 мкм; α - угол заточки, равный $(25\pm 1)^\circ$; β - угол заточки, равный $(40\pm 1)^\circ$.

На фиг. 8-11 приведены фотографии изделий - медицинские скальпеля различных профилей с лезвиями из заявляемого материала.

Изготовление лезвий из заявляемого материала позволяет значительно увеличить рабочий ресурс инструментов при их использовании.

Таким образом, использование предлагаемых технических решений позволяет путем заявляемого способа получить материал на основе тетрагональной модификации частично стабилизированного диоксида циркония, обладающий повышенным сопротивлением к началу растрескивания, повышенной износостойкостью и прочностью на излом, что обеспечивает изготовленным из него изделиям повышение долговечности и износостойкости.

Формула изобретения:

1. Поликристаллический материал, состоящий из кристаллитов частично стабилизированного диоксида циркония, отличающийся тем, что кристаллиты имеют игольчатую или пластинчатую форму длиной не более 0,05 мм с соотношением длины и максимального поперечного сечения не менее 2:1, расположены параллельно своим длинным осям и образуют прямоугольную решетку.

2. Поликристаллический материал по п.1, отличающийся тем, что в качестве стабилизирующего оксида он содержит оксид металла, выбранный из группы оксидов иттрия, церия, магния, кальция.

3. Материал по п.1, отличающийся тем, что он дополнительно содержит оксид металла-хромифора, выбранного из группы переходных и/или редкоземельных элементов.

4. Материал по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что количество оксида металла-хромифора составляет 5 мол.%.

5. Материал по любому из пп.1 и 2, отличающийся тем, что он имеет черную окраску, полученную в результате термообработки при 1650-1750 °С не менее 3-х ч.

6. Способ получения

поликристаллического материала, включающий загрузку шихты из диоксида циркония и стабилизирующего оксида в охлаждаемый контейнер, ее плавление с образованием расплава, последующую кристаллизацию путем перемещения контейнера относительно индуктора со скоростью 0,1-30 мм/ч, охлаждение контейнера до 1300-1400°C, отличающийся тем, что процесс проводят при горизонтальном перемещении контейнера относительно индуктора, расплав выдерживают до начала кристаллизации не менее 3 ч, кристаллизацию и охлаждение контейнера до 1300-1400°C осуществляют при пониженном до 200-300 мм рт.ст. давлении, а охлаждение ниже 1400°C проводят при постепенном повышении давления в течение не менее 24 ч.

7. Способ по п.6, отличающийся тем, что диоксид циркония добавляют в виде порошка и/или кристаллических отходов.

8. Способ по п.6, отличающийся тем, что в качестве стабилизирующего оксида в шихту добавляют оксид металла, выбранный из группы оксидов иттрия, церия, магния, кальция.

9. Способ по п.6, отличающийся тем, что в шихту вводят дополнительно до 5 мол.% оксида металла-хромофора, выбранного из группы переходных и/или редкоземельных элементов.

10. Способ по п.6, отличающийся тем, что после снижения температуры контейнера до 1300-1400°C проводят повторное плавление со скоростью прохождения не более 100 мм/ч.

11. Способ по п.6, отличающийся тем, что образовавшийся материал подвергают отжигу при 600-1400°C при атмосферном давлении или при 1100-2000°C и 10^{-4} - 10^{-1} мм рт.ст. в течение 1-20 ч.

12. Устройство для кристаллизации, состоящее из контейнера, выполненного из набора охлаждаемых трубок и/или секций, укрепленных на непроводящей основе и помещенных в кварцевую оболочку, охватываемую индуктором, соединенным с высокочастотным генератором, отличающееся тем, что контейнер выполнен разъемным и состоит из двух горизонтально расположенных полуцилиндров, нижний из которых снабжен по периметру вертикальными стенками высотой 0,5-1,0 диаметра цилиндра, при этом контейнер установлен с возможностью горизонтального перемещения относительно индуктора, а полуцилиндры - с возможностью сдвига относительно друг друга в направлении оси цилиндра.

13. Лезвие на основе частично стабилизированного диоксида циркония, отличающееся тем, что в качестве частично стабилизированного диоксида циркония используют материал со структурой по п.1.

30

35

40

45

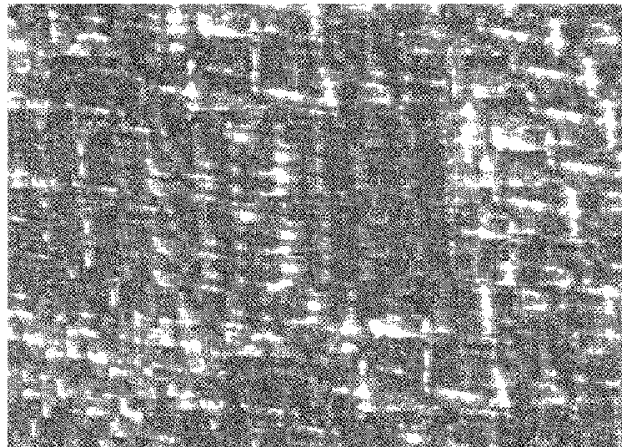
50

55

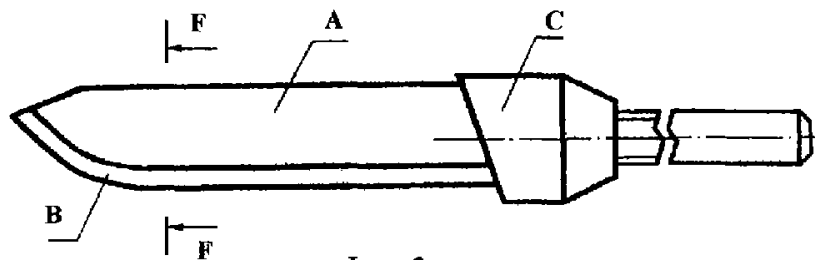
60

$$a = b = 5.10 \text{ \AA}, \quad c = 5.16 \text{ \AA}, \quad V = 134.2$$

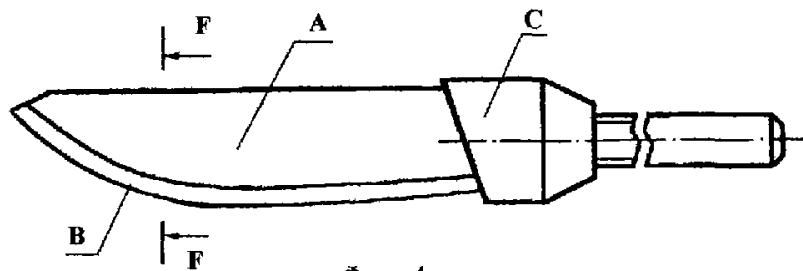
I/I_0	$d_{\text{экс.}}$	h	k	l
100	2,95	1	1	1
27	2,57	0	0	2
42	2,55	2	0	0
77	1,812	2	0	2
33	1,803	2	2	0
14	1,554	1	1	3
25	1,542	3	1	1
8	1,480	2	2	2
7	1,275	4	0	0
16	1,177	3	1	3



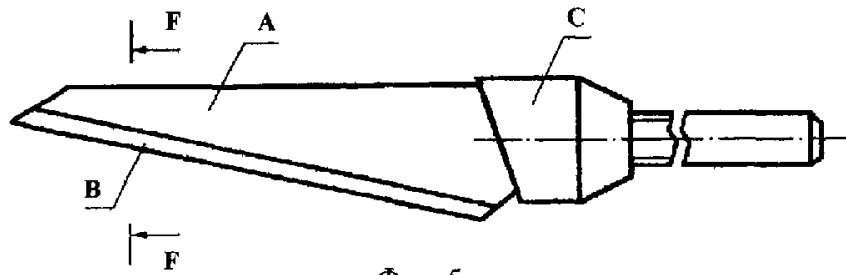
Фиг. 1



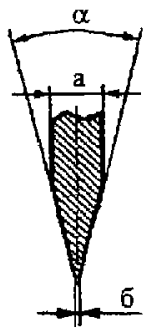
Фиг. 3



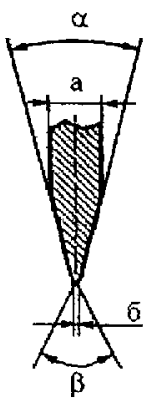
Фиг. 4



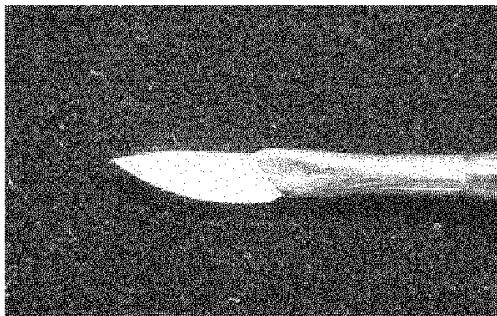
Фиг. 5
F-F



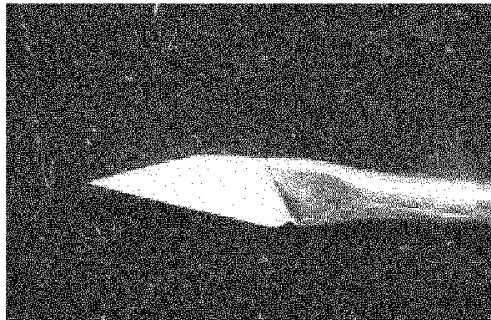
Фиг. 6
F-F



Фиг. 7



Фиг. 8

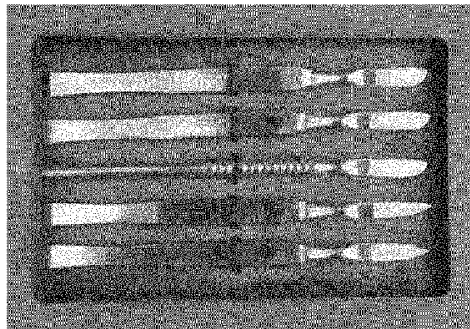


Фиг. 9

RU 2199616 C2



Фиг. 10



Фиг. 11

RU 2199616 C2