



УКРАЇНА

(19) UA (11) 35304 (13) U
(51) МПК (2006)
C04B 35/18МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ КЕРАМІЧНОГО ПОРОШКУ

1

(21) u200804824

(22) 14.04.2008

(24) 10.09.2008

(46) 10.09.2008, Бюл.№ 17, 2008 р.

(72) ШУБА ІРИНА ВОЛОДИМИРІВНА, UA, СКО-
РОДУМОВА ОЛЬГА БОРИСІВНА, UA(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", UA

2

(57) Спосіб одержання керамічного порошку, що включає гідроліз алкоксисилану в присутності кислотного катализатора, змішування золю з носіями іонів металів Zr^{4+} та Al^{3+} і термообробку гідролізату, який **відрізняється** тим, що спочатку проводять змішування гідролізованого алкоксисилану з пудрою алюмінію та наступне додавання розчину оксинітрату цирконію.

Корисна модель відноситься до галузі хімічних технологій, зокрема до одержання керамічних порошків та матеріалів на їх основі.

Існує спосіб [1] одержання композиційного мулітоцирконієвого матеріалу із гелю, який включає змішування хлориду цирконію, ізопропоксиду алюмінію, тетраетоксиду кремнію, одержання гелю та наступну термообробку гелю при температурі вище $1300^{\circ}C$.

Недоліком зазначеного способу є висока температура випалу ($1300^{\circ}C$), яка необхідна для одержання фази.

Спосіб [2] одержання ультрадисперсних порошків у системі $Al_2O_3-SiO_2-ZrO_2$, що включає змішування неорганічних солей алюмінію і цирконію та тетраетоксисилану, синтез розчинів-золів складових частин системи $ZrO_2(Y_2O_3)-3Al_2O_3-2SiO_2$ та наступне переведення їх в гідрогелі дегідратацією при висушуванні до стану коєрогеля і термообробку при $1000^{\circ}C$. Y_2O_3 виступає в ролі стабілізатора.

Недоліком способу є те, що для отримання матеріалу з заданим фазовим складом муліт - ZrO_2 виникає потреба введення стабілізатору у вигляді Y_2O_3 для запобігання модифікаційних переходів та одержання після термообробки ZrO_2 в тетрагональній модифікації, тому що у вказаному матеріалі діоксид цирконію кристалізується у кубічній та моноклінних модифікаціях.

Найбільш близький за технічною сутністю і сукупністю суттєвих ознак до технічного рішення, що заявляється, є спосіб [3] одержання порошку у системі $Al_2O_3-SiO_2-ZrO_2$, що включає змішування оксинітрату цирконію з пудрою алюмінію і гідролізованим етилсилікатом-32 та наступну термообробку при температурі $1000^{\circ}C$.

Даний спосіб одержання керамічних порошків у системі $Al_2O_3-SiO_2-ZrO_2$ найбільш близький по технічному рішенню.

Недоліком способу є утворення значної кількості склофази, яка зв'язує частинки порошку у агломерати, тим самим ускладнюючи процес подрібнення для одержання керамічного порошку заданої дисперсності.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки способу одержання керамічного порошку заданої дисперсності та скорочення тривалості подрібнення шляхом змішування гідролізованого етилсилікату-32 з пудрою алюмінію та розчином оксинітрату цирконію, який після термообробки при $1000^{\circ}C$ представляє собою пустотілі сфери, які складаються з рентгеноаморфної матриці з розподіленим по об'єму діоксидом цирконію у тетрагональній модифікації.

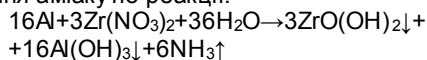
Поставлена задача розробки способу одержання керамічного порошку досягається тим, що включає гідроліз алкоксисилану в присутності кислотного катализатора, змішування золю з носіями іонів металів Zr^{4+} та Al^{3+} і термообробку гідролізату, згідно корисної моделі, спочатку проводять змішування гідролізованого алкоксисилану з пудрою алюмінію та наступне додавання розчину оксинітрату цирконію.

Потім одержані гелі термообробляють при температурі $1000^{\circ}C$ та після короткотривалого подрібнення одержують керамічний порошок з фазовим складом: рентгеноаморфна матриця та ZrO_2 в тетрагональній модифікації.

Технічний результат досягається тим, що при перемішуванні золю гідролізованого етилсилікату з пудрою алюмінію відбуваються активація пудри алюмінію та збільшення в'язкості етилсилікатного золю тим самим при подальшому введенні розчи-

UA (19) 35304 (11) 35304 (13) U

ну оксинітрату цирконію утворення гідроксидів алюмінію та цирконію відбувається у золі, який стрімко підвищує в'язкість та перешкоджає видалення аміаку по реакції:



Мицели гідроксидів алюмінію та цирконію вбудовуються у пористі просторової сітки гелю SiO_2 , за рахунок чого досягається високий ступінь гомогенності золь-гель композиції. При старінні гелю відбуваються процеси комплексного міцелутворення та гелеутворення, які супроводжуються реакціями оляції та оксоляції, що призводить до утворення оксо-груп $\equiv\text{Zr}-\text{O}-\text{Zr}\equiv$ та $>\text{Al}-\text{O}-\text{Al}<$, здатних реагувати з поверхневими силанольними групами кремнієвої кислоти та утворювати у достатній мірі однорідний гель, що характеризується вмістом колоїдних частинок декількох фаз приблизно одного розміру, форми та орієнтації один відносно одного. Включення аміаку при термообробці обумовлює розтріскування гелю та утворення пористих сферичних частинок.

Використання даних прийомів дозволяє:

- досягти рівномірного розподілу реагентів по об'єму гідролізату;
- одержувати керамічні порошки шляхом короткотривалого подрібнення пористих частинок;
- керувати процесами поліконденсації та полімеризації для попередження утворення фаз домішок, які впливають на властивості порошку;
- проводити синтез керамічних порошків у системі $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ при значно нижчих температурах;
- отримати керамічний порошок високого ступеню чистоти;

- зменшити енерговитрати.

Приклад.

Для виготовлення порошків за запропонованим способом використовували розчин солі оксинітрату цирконію (густина розчину $1,05\text{г/см}^3$) та пудру алюмінію, етилсилікат марки-32, каталізатор азотну кислоту та дистильовану воду. На відміну від прототипу порошок синтезували наступним чином. Готували золь гідролізованого етилсилікату присутності кислотного каталізатору (азотної кислоти) та додавали пудру алюмінію безперервно перемішували протягом 150 хвилин. Потім додавали розчин оксинітрату цирконію. Одержаний золь залишали на 1-2 дні для гелеутворення, в процесі якого поступово відбувалося утворення жорсткої сітки гелю за рахунок видалення інтерміцелярної рідини та дії ван-дер-ваальсових сил на структурні одиниці гелю. Термообробку одержаних гелів проводили при температурі 1000°C зі швидкістю підйому температури 2°C/хв та витримкою при максимальній температурі протягом 2 годин, що забезпечило синтез композиційного матеріалу представленого рентгеноаморфною матрицею з розподіленням по об'єму ZrO_2 у тетрагональній модифікації. Синтезований матеріал являє собою пористілі сфери, які при короткочасному помелі (протягом 10 хвилин) руйнуються, утворюючи порошок заданої дисперсності.

Технологічні параметри способу одержання керамічного порошку у порівнянні з прототипом наведено у таблиці, а зовнішній вигляд матеріалу до подрібнення представлено на рисунку а - сріб, який заявляється; б - прототип.

Таблиця.

Об'єкт	Параметри, які порівнюють				
	Послідовність змішування компонентів	Тривалість перемішування золь-гель композиції, хв.	Швидкість підйому температури, $^\circ\text{C/хв}$.	Температура випалу, $^\circ\text{C}$	Помел, хв..
Прототип	Пудра Al – розчин $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$ - золь етилсилікату	300	10	1000	30
Спосіб, що заявляється	Золь етилсилікату - пудра Al - розчин $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2$	150	2	1000	10

Як виходить із таблиці та видно з малюнку, запропонований спосіб одержання керамічного порошку дозволяє:

- зменшити тривалість перемішування золь-гель композиції;
- зменшити тривалість подрібнення матеріалу для одержання наповнювача заданої дисперсності;
- зменшити енерговитрати за рахунок скорочення тривалості помелу; Запропонований спосіб одержання керамічного порошку невідомий із джерел вітчизняної та іноземної літератури, що свідчить про відповідність критерію новизни способу, який заявляється.

Порошки, які одержано способом, що заявляється, можна застосовувати у якості наповнювачів для полімерних матриць, зокрема стоматологічних пластмас, а т – ZrO_2 виступатиме у ролі рентгено-

відтіняючої складової, що у сукупності переважно забезпечить економічний та соціальний ефекти.

Література:

1. Low I.M., McPherson R. Crystallization of gel-derived mullite-zirconia composites // J. Mater. Sci.-1989. -24, №3.- P.951-958.
2. Чепик Л.Ф., Торицын А.Ю., Мащенко Т.С., Трошина Е.П. Получение ультрадисперсных порошков в системе $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ и изучение их свойств // Тезисы докладов научно-практической конференции "Проблемы ультрадисперсного состояния", Санкт-Петербург, 1999.
3. Патент України №27899, МПК⁷ C04B35/18 Спосіб одержання керамічного порошку / Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут». Заявка №U200703741, опубл. 26.11.2007 бюл. №19.

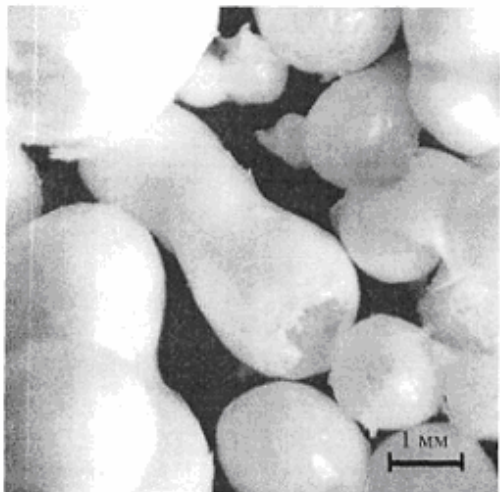


Рис. а)

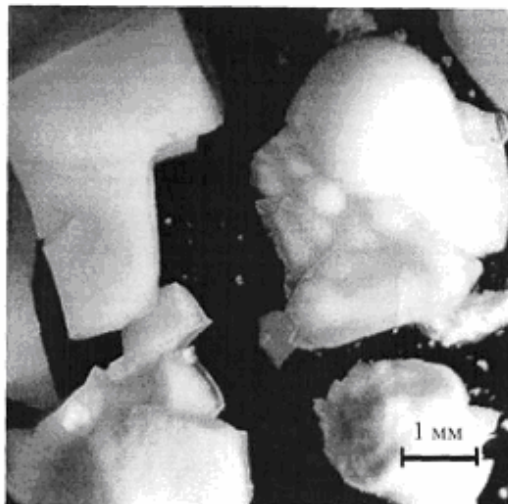


Рис. б)