

УДК 666.3-13:546.831.4

## ВЛИЯНИЕ МАЛЫХ ДОБАВОК $Al_2O_3$ НА СВОЙСТВА КЕРАМИКИ СИСТЕМЫ $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ - $CeO_2$

© 2015 С.Е. Порозова, В.Б. Кульметьева, Е.Н. Макарова

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

Поступила в редакцию 26.03.2015

На порошках состава  $ZrO_2$ - $2Y_2O_3$ - $4CeO_2$ , полученных методом химического осаждения из неорганических прекурсоров с применением золь-гель технологии, методами дифференциально-термического анализа и спектроскопии комбинационного рассеяния света изучено влияние введения добавок оксида алюминия на тепловые эффекты и фазовый состав при нагреве. Исследовано влияние температуры спекания и содержания оксида алюминия на микроструктуру и средний размер зерна керамики. Определены химическая растворимость и устойчивость к ускоренному «старению» полученного керамического материала.

Ключевые слова: диоксид циркония, оксид алюминия, стабилизирующие добавки, биокерамика, ускоренное старение, микроструктура, спекание

Керамические материалы на основе  $ZrO_2$ , стабилизированного оксидами магния, иттрия, церия и др., обладают высокой прочностью и вязкостью разрушения благодаря эффекту трансформационного упрочнения, а также низким коэффициентом трения, химической стойкостью, биоинертностью. Они находят применение в различных областях техники в качестве конструкционных и функциональных материалов [1, 2]. Отсутствие реакций с живым организмом позволяет применять биоинертную керамику на основе  $ZrO_2$  в качестве замены пар трения тазобедренных суставов и цельнокерамических конструкций в ортопедической стоматологии. Для этих целей в основном применяется диоксид циркония, стабилизированный 3 мол. %  $Y_2O_3$  (3Y-TZP) [3, 4]. Однако для данного состава характерен эффект «старения» в присутствии воды при низких температурах (low temperature degradation), который заключается в нежелательном фазовом переходе метастабильного тетрагонального  $ZrO_2$  в моноклинную модификацию с увеличением объема на поверхности керамики, что приводит к ухудшению механических свойств и сокращению срока эксплуатации изделия [5].

*Порозова Светлана Евгеньевна, доктор технических наук, профессор кафедры «Материалы, технологии и конструирование машин». E-mail: keramik@pm.pstu.ac.ru.*

*Кульметьева Валентина Борисовна, кандидат технических наук, доцент кафедры «Материалы, технологии и конструирование машин». E-mail: keramik@pm.pstu.ac.ru.*

*Макарова Екатерина Николаевна, аспирантка*

Важнейшее свойство биоинертной керамики – сохранение характеристик в течение всего срока пребывания в организме. Поэтому, несмотря на высокую химическую стойкость и инертность, срок эксплуатации изделий из  $ZrO_2$  обусловлен их устойчивостью к медленному росту трещин и эффекту «старения» во влажной атмосфере. Повысить стойкость керамики на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, возможно путем уменьшения размера зерна, либо за счет замены стабилизирующей добавки или увеличения концентрации стабилизирующего агента [6].

**Цель работы:** изучение влияния малых добавок оксида алюминия на фазовый состав, процессы уплотнения при спекании и свойства керамического материала системы  $ZrO_2$ - $2Y_2O_3$ - $4CeO_2$ .

Интерес к изучению материалов в системе  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ - $CeO_2$  обусловлен тем, что комплексная стабилизация  $ZrO_2$  оксидами иттрия и церия может привести к повышению трещиностойкости керамики и одновременно снизить негативное воздействие влажной среды на его прочностные свойства [1, 7]. Разработка композиционных материалов на основе циркониевой керамики показала, что добавка оксида алюминия приводит к снижению зерна  $ZrO_2$  [8, 9]. Однако введение большого количества  $Al_2O_3$  негативно сказывается на уплотнении при спекании и для получения плотного материала необходимы высокие температуры [10].

**Методики эксперимента.** Синтез порошков осуществляли методом обратного осаждения, используя в качестве исходных реагентов оксихлорид циркония (VI)  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ , нитрат

иттрия  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ , нитрат церия  $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ , нитрат алюминия  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  и 25% водный раствор аммиака  $NH_3 \cdot H_2O$ . Все реактивы квалификации «х.ч.». Для растворов на основе солей иттрия и церия в качестве растворителя использовали этиловый спирт.

Свежеприготовленные 0,5 М растворы солей гомогенизировали на магнитной мешалке при комнатной температуре и фильтровали. Синтез проводили при комнатной температуре, добавляя в водный раствор аммиака капельным путем растворы солей при быстром перемешивании. Полученные гелеобразные осадки отмывали от маточного раствора дистиллированной водой. Для отделения осадка использовали вакуумную фильтрацию. После каждого цикла промывки порошок подвергали обработке ультразвуком для разрыва цепей агломератов порошка в суспензии. В конце хорошо промытый порошок обрабатывали этиловым спиртом и сушили в потоке теплого воздуха. После сушки и отжига порошки подвергали измельчению в мельнице планетарного типа «Санд» в течение 1 ч при скорости вращения 160 об/мин в среде этилового спирта. Соотношение масс порошка, мелющих тел и этилового спирта составляло 1:2:1. Высушенные порошки отжигали на воздухе при температуре 500°C с изотермической выдержкой 2 ч. Содержание оксида алюминия в шихте варьировали от 0 до 3 мас. %.

Прессование образцов осуществляли на гидравлическом прессе методом холодного одноосного прессования при удельном давлении прессования 200 МПа. В качестве временной технологической связки использовали 4% водный раствор поливинилового спирта марки ПВС 7/2 ГОСТ 10779-69 в количестве 10% от массы порошка. Спекание образцов проводили в интервале температур 1350-1500°C в течение 3 ч на воздухе. Кажущуюся плотность прессовок определяли по измерениям массы и геометрических размеров, спеченных образцов гидростатическим методом по методике [11]. Пористость (%) вычисляли по формуле:

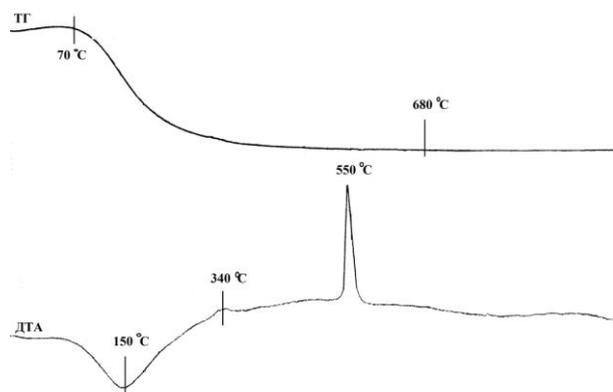
$$P = \left( 1 - \frac{\rho_{\text{экс}}}{\rho_{\text{теор}}} \right) \cdot 100,$$

где  $\rho_{\text{экс}}$  – плотность образца, г/см<sup>3</sup>;  $\rho_{\text{теор}}$  – теоретическая плотность, величина которой рассчитывалась из плотности и содержания оксидов циркония, иттрия, церия и алюминия.

Фазовый состав изучали методом спектроскопии комбинационного рассеяния света на многофункциональном спектрометре комбинационного рассеяния света «SENTERRA» (Bruker). Спектры получали при длине волны излучающего лазера 532 нм. Соотношение интенсивностей определяли по соотношению

абсолютных интенсивностей пиков на КР-спектрах. Дифференциально-термический анализ проводили на дериватографе Q-1500D системы Paulic-Paulic-Erdey до температуры 1000°C со скоростью нагревания 5°C/мин. Морфологию частиц и микроструктуру образцов после спекания на предварительно протравленных шлифах изучали на аналитическом автоэмиссионном растровом электронном микроскопе ULTRA 55 (Carl Zeiss, Германия) с применением энергодисперсионного спектрометра Inca Energy 450+ (Oxford Instruments Co) и многофункциональном сканирующем зондовом микроскопе «ФемтоСкан».

Испытания на химическую стойкость проводили по ISO 6872-2008 «Dentistry – Ceramic materials» в 4%-м растворе уксусной кислоты, которую оценивали по изменению массы образцов после выдержки в растворе при температуре 80°C в течение 16 часов. Испытания керамики на устойчивость к «старению» проводили по ISO 13356-2008 «Implants for surgery – Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)», подвергая образцы воздействию пара при температуре  $134 \pm 2^\circ\text{C}$  и давлении 0,2 МПа в течение 5 часов в автоклаве.



**Рис. 1.** Дериватограмма нанопорошка системы  $ZrO_2-2Y_2O_3-4CeO_2 + 3 \text{ мас. \% } Al_2O_3$ : ТГ – кривая потери массы, ДТА – кривая дифференциально-термического анализа, Т – температура

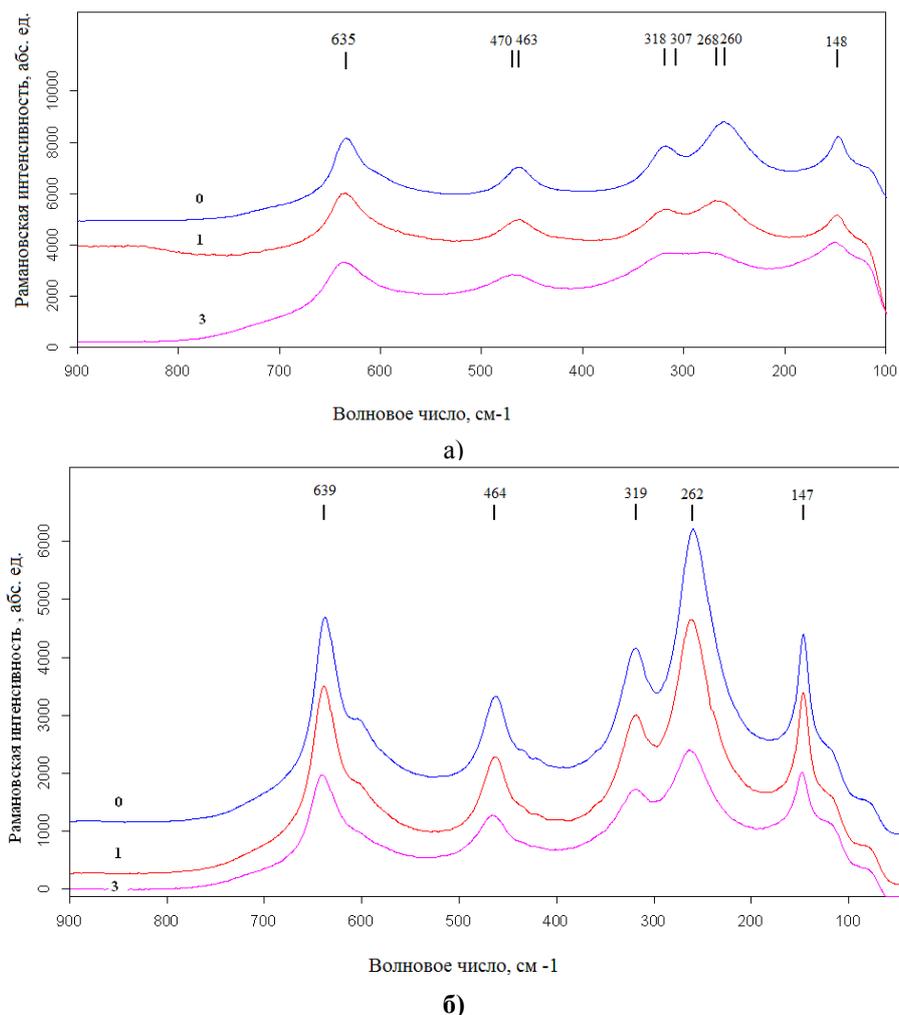
**Результаты и их обсуждение.** По данным дифференциального термического анализа вне зависимости от содержания оксида алюминия для полученных порошков характерно наличие на кривой ДТА одного эндотермического эффекта с максимумом при температуре 130-150°C, связанного с удалением адсорбированной и структурно-связанной воды, при этом происходит резкое сокращение массы (рис. 1). При дальнейшем нагреве наблюдается два экзотермических эффекта, обусловленных кристаллизацией диоксида циркония  $ZrO_2$  из гидроксида  $ZrO(OH)_2$ . Первый экзоэффект небольшой с максимумом при температуре 335-340°C, второй пик узкий большей интенсивности. По-видимому,

процесс кристаллизации идет в 2 этапа: сначала образуется несовершенная кристаллическая структура  $ZrO_2$ , затем с увеличением температуры отжига степень кристалличности растет. Установлено, что введение оксида алюминия приводит к смещению максимума второго экзотермического эффекта в область высоких температур с  $440^\circ C$  для порошка без  $Al_2O_3$  до  $550^\circ C$  для порошка с 3%  $Al_2O_3$ . Общая потеря веса составляет от 22 до 30% в зависимости содержания  $Al_2O_3$ .

По данным спектроскопии комбинационного рассеяния света порошков, прокаленных при температуре 500 и  $800^\circ C$  в течение 1 ч., следует, что все пики КР-спектров соответствуют тетрагональной модификации оксида циркония [12]. Введение добавки оксида алюминия не изменяет набор пиков (рис. 2). Исходя из полученных данных, можно отметить, что после отжига при температуре  $500^\circ C$  максимумы рамановских спектров менее выражены, чем после отжига при  $800^\circ C$ , что, по-видимому, связано с несовершенством кристаллической структуры порошков.

Дальнейшее повышение температуры отжига вызывает увеличение соотношения интенсивностей пиков  $I_2/I_3$  для всех порошков. Зафиксирован дрейф пиков №№ 2 и 4 и снижение соотношения интенсивностей пиков при увеличении содержания добавки оксида алюминия (табл. 1).

После синтеза полученные порошки состояли преимущественно из агломератов. На рис. 3а показано внутреннее строение агломерата порошка без добавления оксида алюминия после отжига при  $800^\circ C$ . Агломерат имеет пористую рыхлую структуру, состоящую из небольших агрегатов сферических частиц, размер которых не превышает 40 нм. Введение оксида алюминия приводит к формированию более плотной структуры агломератов, в которой агрегаты состоят из большего числа частиц и более сильно связаны между собой. С повышением температуры отжига происходит дальнейшее уплотнение структуры агломерата, при разрушении которого поверхность имеет характер скола (рис. 3в).

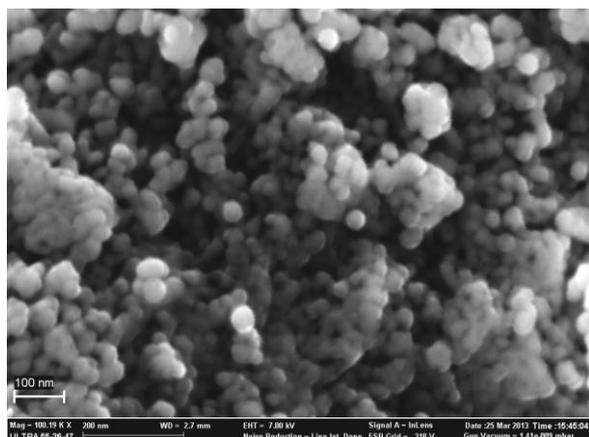


**Рис. 2.** КР-спектры порошков системы  $ZrO_2-2Y_2O_3-4CeO_2$  с разным содержанием  $Al_2O_3$  после отжига при температуре: а)  $500^\circ C$ ; б)  $800^\circ C$ , 0 – без оксида алюминия; 1 – 1 масс.%  $Al_2O_3$ ; 3 – 3 масс.%  $Al_2O_3$

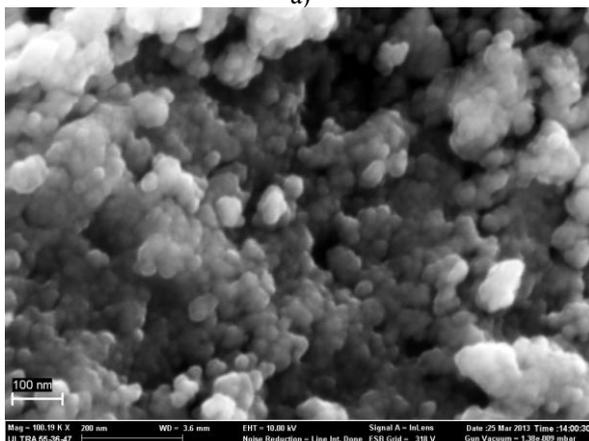
Таблица 1. Рамановские характеристики порошков после отжига

Содержание $\text{Al}_2\text{O}_3$ , мас. %	Т от- жига, $^\circ\text{C}$	Положение пиков, $\text{см}^{-1}$					Соотношение интенсивностей, $I_2/I_3$
		1	2	3	4	5	
без добавки	500	147	260	318	464	634	1,17
	800	147	260	319	462	638	1,63
1	500	147	269	319	462	635	1,15
	800	147	262	319	463	639	1,55
3	500	150	268	307*	470	636	0,99*
	800	148	264	318	466	640	1,34

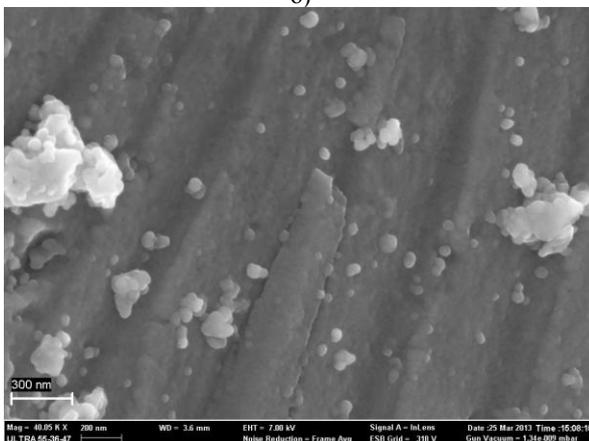
Примечание: \* - положение пика смещено



а)



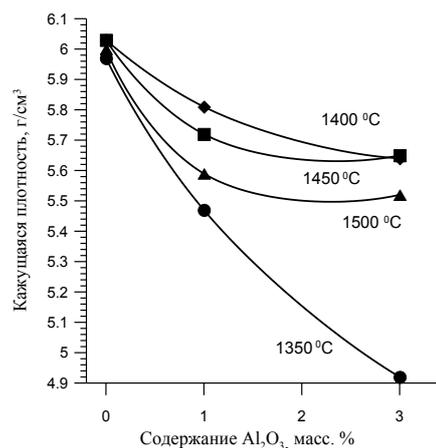
б)



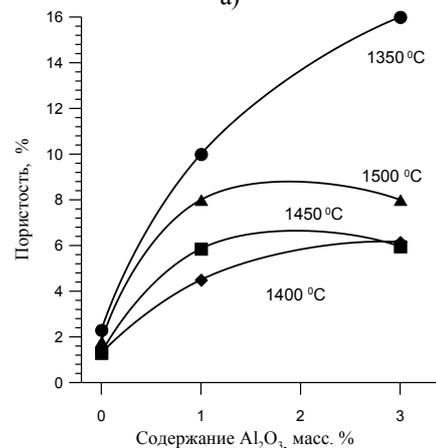
в)

Рис. 3. СЭМ-изображение порошка системы  $\text{ZrO}_2\text{-}2\text{Y}_2\text{O}_3\text{-}4\text{CeO}_2$  с разным содержанием  $\text{Al}_2\text{O}_3$  после отжига: а) 0%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; б), в) – 3%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; а), в) 800 $^\circ\text{C}$ , б) 500 $^\circ\text{C}$

После прессования при давлении 200 МПа пористость образцов всех составов составляла 56-59%. Проведена оптимизация режима спекания керамики на основе синтезированных порошков. Спекание образцов проводили в интервале температур 1350 и 1500 $^\circ\text{C}$ . На рис. 4 приведены зависимости кажущейся плотности и пористости образцов  $\text{ZrO}_2\text{-}2\text{Y}_2\text{O}_3\text{-}4\text{CeO}_2$  с различным содержанием оксида алюминия от температуры спекания. Изотермическая выдержка составляла 3 ч.



а)



б)

Рис. 4. Влияние температуры спекания на кажущуюся плотность а) и пористость б) образцов  $\text{ZrO}_2\text{-}2\text{Y}_2\text{O}_3\text{-}4\text{CeO}_2$  с различным содержанием  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Изотермическая выдержка 3 ч.

Можно отметить, что при всех температурах спекания образцы без добавки оксида алюминия имели наибольшую плотность. Минимальная остаточная пористость керамики около 1% получена после спекания при температуре 1400°C. Введение оксида алюминия приводит к увеличению пористости керамики, особенно это заметно после спекания при температуре 1350°C. Причиной такого снижения уплотняемости при спекании керамики с добавлением Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> является внутреннее строение агломератов, имеющее довольно прочную агрегатную структуру, которая не разрушается при прессовании. При дальнейшем повышении температуры спекания до 1500°C с целью повышения

плотности керамики, содержащей оксид алюминия, наблюдается рост пористости.

По данным спектроскопии комбинационного рассеяния света фазовый состав всех образцов вне зависимости от температуры спекания состоит в основном из диоксида циркония тетрагональной модификации. Положение пиков находится между положениями пиков, относящихся к ZrO<sub>2</sub>, стабилизированному Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и ZrO<sub>2</sub>, стабилизированному CeO<sub>2</sub> (табл. 2). В керамике, содержащей оксид алюминия, отмечено наличие слабого пика при волновом числе 419 см<sup>-1</sup>, который относится к α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и является максимальным по интенсивности.

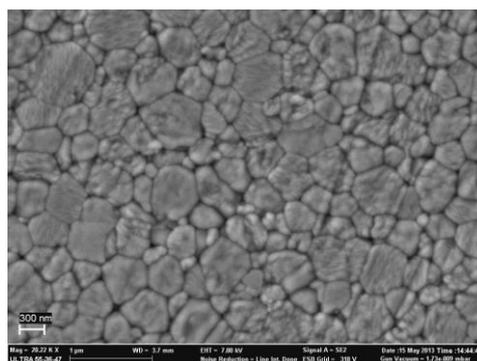
**Таблица 2.** Рамановские характеристики керамики на основе ZrO<sub>2</sub> с различными стабилизаторами

Состав керамики	Т спекания, °С	Положение пиков, см <sup>-1</sup>						Источник
		1	2	3	4	5	6	
t-3Y-TZP		146	260	325	473	613	641	[13]
ZrO <sub>2</sub> -2Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -4CeO <sub>2</sub>	1350	146	259	319	461	605	638	
	1400	144	257	316	459	603	636	
	1450	146	256	318	459	606	639	
t-Ce <sub>0,16</sub> Zr <sub>0,84</sub> O <sub>2</sub>		140	252	312	458	595	625	[14]

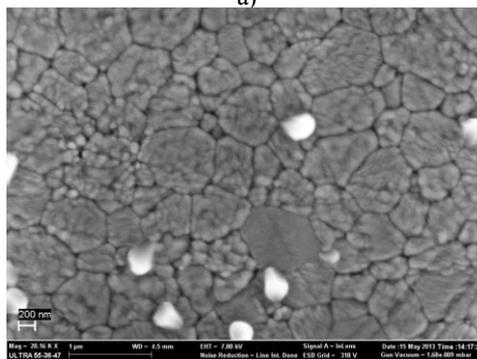
Микроструктурный анализ, проведенный с помощью автоэмиссионного растрового электронного микроскопа ULTRA 55, показал, что структура керамики после спекания наследует агломератное строение порошка (рис. 5). Установлено, что оксид алюминия оказывает влияние на фазообразование керамики системы ZrO<sub>2</sub>-2Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4CeO<sub>2</sub>. Если после спекания при 1400°C структура керамики состоит из зерен ZrO<sub>2</sub> (рис. 5а), то дальнейшее повышение температуры спекания приводит к образованию в структуре равномерно распределенных единичных включений, имеющих огранку. Определенный энергодисперсионным анализом химический состав включений содержит кислород, цирконий и церий. При этом содержание кислорода практически не меняется (32,0-32,7%), а содержание циркония изменяется от 58,7 до 60,7% и церия – от 6,6 до 9,3%. Известно [15], что ионы Ce<sup>4+</sup> имеет тенденцию к восстановлению до Ce<sup>3+</sup> при высоких температурах, обычно более чем 1400°C в воздушной атмосфере, что может привести к образованию метастабильных твердых растворов Zr<sub>1-x</sub>Ce<sub>x</sub>O<sub>2</sub>. Введение оксида алюминия снижает температуру восстановления Ce<sup>4+</sup>, что приводит к образованию более крупных выделений фаз, обогащенных церием (рис. 5в).

Проведенные по DIN EN ISO 6872-2008 испытания на химическую стойкость в 4%-м растворе уксусной кислоты показали, что все образцы химически стойкие, их химическая растворимость составляет менее 100 мкг·см<sup>-2</sup>.

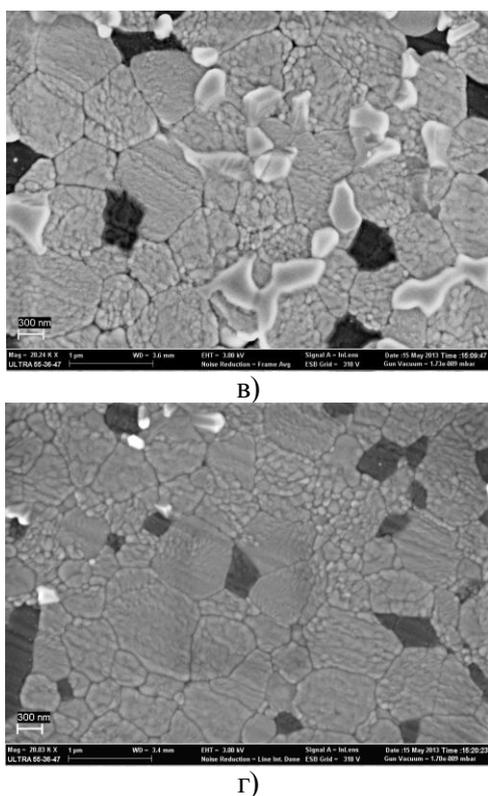
Методом сканирующей зондовой микроскопии изучено влияние химической обработки в растворе уксусной кислоты на полированную поверхность образцов керамики. После выдержки в течение 16 ч в растворе уксусной кислоты не обнаружено значительной коррозии поверхности, существенных нарушений и дефектов поверхности не выявлено.



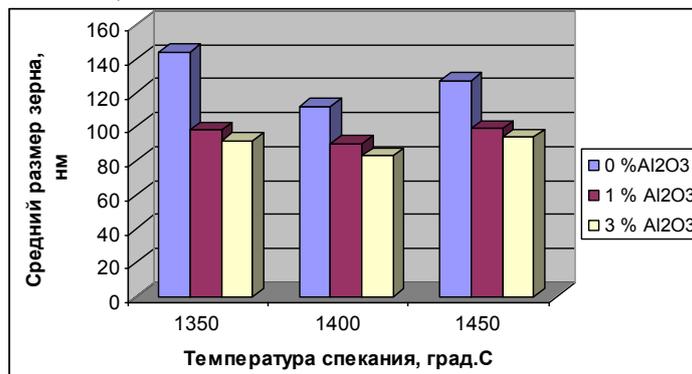
а)



б)



**Рис. 5.** СЭМ-изображение микроструктуры керамики состава  $ZrO_2-2Y_2O_3-4CeO_2$  после спекания: а), в), г)  $1400^\circ C$ , б)  $1450^\circ C$ ; а), б) без оксида алюминия; в) 1%  $Al_2O_3$ ; г) 3%  $Al_2O_3$



**Рис. 6.** Влияние температуры спекания и оксида алюминия на средний размер зерна керамики состава  $ZrO_2-2Y_2O_3-4CeO_2$

**Выводы:** методом химического осаждения из неорганических прекурсоров с применением золь-гель технологии получены наноразмерные порошки на основе диоксида циркония, стабилизированного 2 мол.%  $Y_2O_3$  и 4 мол.%  $CeO_2$ . Установлено, что введение небольших количеств  $Al_2O_3$  оказывает влияние на фазовые превращения, протекающие при нагреве порошков, сдвигая их в область высоких температур. Максимальные значения плотности керамики получены после спекания при  $1400^\circ C$  вне зависимости от содержания оксида алюминия. Остаточная пористость керамики без оксида алюминия составляет менее 2% и 4,0-6,0% с  $Al_2O_3$ . Введение оксида алюминия приводит к уменьшению среднего размера с  $112\pm 12$  нм до

По данным микроструктурного анализа, проведенного методом сканирующей зондовой микроскопии с помощью многофункционального микроскопа «ФемтоСкан», добавка оксида алюминия уменьшает средний размер зерна керамики, особенно при введении 3%  $Al_2O_3$  (рис. 6). Так, после спекания при  $1400^\circ C$  средний размер зерна керамики без оксида алюминия составил  $112\pm 12$  нм, а керамики с 3%  $Al_2O_3$  –  $83\pm 8$  нм.

Согласно требованиям ISO 13356, устойчивость тетрагональной фазы диоксида циркония после ускоренного старения определяется содержанием моноклинной фазы до и после обработки в автоклаве. По данным спектроскопии комбинационного рассеяния света моноклинная модификация на поверхности всех исследованных образцов после искусственного старения отсутствует. Абсолютная интенсивность пиков на спектрах после обработки в автоклаве ниже, чем у спеченных образцов аналогичного состава. По-видимому, в процессе ускоренного «старения» происходит частичная гидратация поверхности, вызывающая сглаживание пиков диоксида циркония.

90±8 нм для керамики с 1% и до 83±8 нм для керамики с 3%  $Al_2O_3$ . Проведенные испытания согласно ISO 6872 и ISO 13356 показали, что все материалы имеют высокую химическую стойкость и устойчивы к ускоренному «старению» вне зависимости от содержания оксида алюминия.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Шевченко, А.В. Выходит технологическая керамика на основе диоксида циркония / А.В. Шевченко, А.К. Рубан, Е.В. Дудник // Огнеупоры и техническая керамика. 2000. №9. С. 2-8.
2. Гаршин, А.П. Керамика для машиностроения / А.П. Гаршин, В.М. Гропянов, Г.П. Зайцев и др. – М.: ООО Изд-во «Научтехлитиздат», 2003. 384 с.

3. Дубок, В.А. Биокерамика – вчера, сегодня, завтра // Порошковая металлургия. 2000. № 7/8. С. 69-88.
4. Филиппенко, В.А. Различные пары трения эндопротезов тазобедренного сустава // Ортопедия, травматология и протезирование. 2013. № 3. С. 66-69.
5. Chevalier, J. What future for zirconia as a biomaterial? // Biomaterials. 2006. V. 27. P. 535-543.
6. Lughì, V. Low temperature degradation – aging of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry / V. Lughì, V. Sergo // Dental materials. 2010. V. 26. P. 807-820.
7. Lin, J.-D. Correlation of mechanical properties and composition in tetragonal CeO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> ceramic system / J.-D. Lin, J.-G. Duh // Materials Chemistry and Physics. 2002. V. 78. P. 246-252.
8. Zhang, Y. Pressureless-sintering behavior of nanocrystalline ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system / Y. Zhang, J. Chen, L. Hu, W. Liu // Materials Letters. 2006. V. 60. P. 2302-2305.
9. Шевченко, А.В. Технология изготовления и физико-химические свойства керамики на основе нанокристаллического порошка композита диоксида циркония / А.В. Шевченко, В.В. Лапина, Е.В. Дудник и др. // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии. 2014. Т. 12, № 2. С. 333-345.
10. Porozova, S.E. Influence of Matrix Replacement on Consolidation Processes of Composite Ceramic Materials of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> System / S.E. Porozova, V.B. Kulmetyeva // Inorganic Materials: Applied Research. 2014. Vol. 5, No. 4. P. 420-426.
11. ГОСТ 2409 – 95 (ИСО 5017-88) Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения
12. Torres, D.I. Infrared photoluminescence and Raman spectra in the Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> system / D.I. Torres, J. Llopis // Superlattices and Microstructures. 2009. V. 45. P. 482-488.
13. Ghosh, A. Nanocrystalline zirconia-yttria system—a Raman study / A. Ghosh, A.K. Suri, M. Pandey et al. // Materials Letters. 2006. V. 60. P. 1170-1173.
14. Mišta, W. Synthesis and characterization of metastable CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> solid solution obtained by polymerized complex method / W. Mišta, T. Rayment, J. Hanuza, L. Macalik // Materials Science-Poland. 2004. Vol. 22, № 2. P. 153-170.
15. Sanjuán, M.L. The role of Ce reduction in the segregation of metastable phases in the ZrO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub> system / M.L. Sanjuán, P.B. Oliete, A. Várez, J. Sanz / Journal of the European Ceramic Society. 2012 (32). P. 689-696.

## EFFECT OF SMALL ADDITIVES Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ON PROPERTIES OF CERAMICS SYSTEM ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CeO<sub>2</sub>

© 2015 S.E. Porozova, V.B. Kulmetyeva, E.N. Makarova

Perm National Research Polytechnic University

On the powders of structure ZrO<sub>2</sub>-2Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4CeO<sub>2</sub> produced by a method of chemical precipitation from inorganic precursor with application sol-gel technology, using methods of the differential thermal analysis and Raman spectroscopy was investigated influence of introduction of additives alumina on thermal effects and phase structure at heating. Influence of temperature of sintering and the contents alumina on a microstructure and the average size of a grain of ceramics is investigated. Chemical solubility and stability to accelerated "aging" the received ceramic material are determined.

Key words: zirconia, alumina, stabilizing additives, bioceramics, accelerated aging, microstructure, sintering

---

Svetlana Porozova, Doctor of Technical Sciences, Professor at the Department "Materials, Technologies and Machines Design". E-mail: [keramik@pm.pstu.ac.ru](mailto:keramik@pm.pstu.ac.ru).

Valentina Kulmetyeva, Candidate of Technical Sciences, Associate Professor at the Department "Materials, Technologies and Machines Design". E-mail: [keramik@pm.pstu.ac.ru](mailto:keramik@pm.pstu.ac.ru).

Ekaterina Makarova, Post-graduate Student