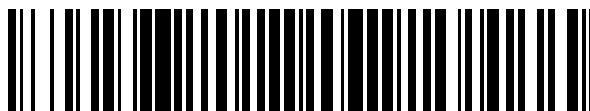


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 553 128**

51 Int. Cl.:

C04B 35/117 (2006.01)

C04B 35/50 (2006.01)

C04B 35/505 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.07.2002 E 02255118 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.09.2015 EP 1279650**

54 Título: **Cerámica de alúmina sinterizada, método para producir la misma, y herramienta de corte**

30 Prioridad:

23.07.2001 JP 2001221961

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.12.2015

73 Titular/es:

**NGK SPARK PLUG COMPANY LIMITED (100.0%)
14-18, TAKATSUJI-CHO MIZUHO-KU
NAGOYA, AICHI, JP**

72 Inventor/es:

**YAMAMOTO, HIROSHI;
MITSUOKA, TAKESHI y
URASHIMA, KAZUHIRO**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 553 128 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Cerámica de alúmina sinterizada, método para producir la misma, y herramienta de corte

5 La presente invención se refiere a una cerámica de alúmina sinterizada, a un método para producir la misma, y a una herramienta de corte; con más detalle, se refiere a una a cerámica de alúmina sinterizada que tiene una excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente, así como a una temperatura tan alta como 1.000° C o superior, a un método para producir la misma, y a una herramienta de corte que tiene capacidad de corte a gran velocidad y resistencia contra el astillado.

10 Puesto que las cerámicas de alúmina son altas en dureza, pero tienen baja afinidad por el hierro, en comparación con la cerámica a base de nitruro de silicio, y presentan una gran estabilidad química, las cerámicas de alúmina muestran una excelente resistencia a la abrasión. Por lo tanto, las herramientas de corte hechas de cerámica de alúmina han sido ampliamente utilizadas hasta ahora para el acabado de alta velocidad del acero y hierro fundido. Por otro lado, debido a su relativamente baja resistencia y dureza, las cerámicas de alúmina sufren de problemas de astillado cuando se utilizan como herramientas de corte.

15 Como una cerámica de alúmina sinterizada que ha superado los problemas anteriores, se conoce, por ejemplo, un material a base de alúmina-TiC donde la resistencia y dureza de la cerámica sinterizada se mejoran mediante la dispersión de partículas de TiC en la cerámica de alúmina sinterizada. En el caso de tal material a base de alúmina-TiC, la resistencia contra el astillado cuando se utiliza como una herramienta de corte se mejora considerablemente mediante la adición de TiC. Sin embargo, puesto que TiC es inferior a la alúmina en resistencia a la oxidación y estabilidad química con respecto al hierro, todavía hay un problema de características de abrasión inferiores. Además, se propone un método que comprende la adición de MgO, es decir, un inhibidor de crecimiento de grano, a la alúmina pura, de manera que se pueda obtener una textura fina y un aumento de la resistencia (por ejemplo, en "Powder y Powder Metallurgy" 40(8), 805-808 (1993)).

25 Recientemente, sin embargo, se requiere una mayor velocidad en el corte, y puesto que la temperatura del frente de la hoja aumenta en estas condiciones de corte libre, se requiere una mejora adicional en la dureza a altas temperaturas y resistencia a altas temperaturas. Puesto que las herramientas a base de alúmina propuestas hasta ahora son insuficientes en cuanto a su dureza y resistencia a altas temperaturas, generan abrasión o descamación en el corte de alta velocidad (a una velocidad de corte en un intervalo de 600 a 1000 m/min), y sufren problemas de vida corta de la herramienta. Por consiguiente, se ha deseado desarrollar una cerámica de alúmina sinterizada que tenga excelente resistencia y dureza, tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura, así como una herramienta basada en alúmina que tenga tanto la capacidad de corte de alta velocidad como la resistencia contra el astillado.

35 La presente invención se ha realizado a la luz de las circunstancias anteriormente mencionadas, y un objeto de la misma es proporcionar una cerámica de alúmina sinterizada que tenga una excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente, así como a una temperatura tan alta como 1000° C o superior, un método para producir la misma, y una herramienta de corte que tenga capacidad de corte de alta velocidad y resistencia contra el astillado.

40 Los presentes inventores han estudiado extensivamente la relación entre las cerámicas de alúmina sinterizada y sus propiedades, y como resultado, se ha encontrado que, por medio del control del tamaño de partícula de las partículas de alúmina y el contenido de SiO₂ y otros componentes contenidos en la cerámica sinterizada en un intervalo predeterminado, y controlando la relación de la intensidad de los picos como se miden por el método de difracción de rayos X del compuesto de alúmina especificado y el óxido metálico del grupo 3A en relación a la alúmina contenida en la cerámica sinterizada, se puede conseguir tanto gran dureza como gran resistencia a temperatura ambiente y a temperaturas altas; y que, cuando se usa como una herramienta de corte, puede proporcionar una herramienta de corte que tiene la habilidad de corte a alta velocidad y la resistencia frente al astillado.

45 El documento de patente de Estados Unidos US-A-4331627 describe un proceso para producir un producto de alúmina sinterizada en donde la mezcla inicial de alúmina contiene aproximadamente de 0,01 a 0,55% en peso de MgO y de 0,5 a 5,5% en peso de Y₂O₃. El proceso proporciona un producto sinterizado que tiene una porosidad en el orden de menos de 0,1% en volumen y un promedio de tamaño de grano de cristal de aproximadamente 2 micras o menos y es particularmente adecuado para uso en el corte de microacabado de alta velocidad.

50 El documento de patente europea EP-A-1053983 describe una cerámica de alúmina sinterizada según la parte de precaracterización de la reivindicación 1.

Según la presente invención se proporciona una cerámica de alúmina sinterizada como se define en la reivindicación 1.

La invención también proporciona una herramienta de corte construida de la cerámica de alúmina sinterizada de la presente invención.

55 El método para producir una cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención es un método de producción de la cerámica de alúmina sinterizada de la presente invención anterior, y se caracteriza porque

comprende preparar una mezcla de polvo de materia prima que contiene alúmina y un óxido de metal del Grupo 3A o un compuesto de metal del Grupo 3A que proporciona un óxido de metal del Grupo 3A por calentamiento, o mezcla de polvo de materia prima que comprende un compuesto de alúmina y un óxido de metal del Grupo 3A; se produce una cerámica sinterizada que tiene una densidad relativa de 94,5 a 99,0% en relación a la densidad teórica por la cocción del moldeo de la mezcla de materia prima obtenida; y se somete el producto resultante a presión isostática en caliente (a lo que se refiere de aquí en adelante como "tratamiento HIP" de tal manera que su densidad relativa sea de 99,05 o mayor en relación a la densidad teórica. El óxido metálico del grupo 3A es el óxido de Itrio o el óxido de Yterbio y se añade en una cantidad de 0,2 a 2,0 moles en relación a 100 moles de alúmina.

La cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención posee excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente y a altas temperaturas de 1000° C o mayores. Además, el método para producir una cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención fácilmente hace posible el obtener una cerámica de alúmina sinterizada con las excelentes características anteriores. Además, puesto que se emplea una alúmina sinterizada que tiene excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente y a altas temperaturas de 1000° C o mayores, la herramienta de corte según la presente invención está equipada tanto con la habilidad de cortar a alta velocidad como con la resistencia al astillado, tiene una vida de herramienta larga, y puede usarse favorablemente para corte de alta velocidad.

Se describirán ahora formas de realización de la invención solo como ejemplos, en relación a las figuras adjuntas en las que:

La Figura 1 es un patrón de XRD (difracción de rayos x) de cerámica de alúmina sinterizada de la muestra N° 5.

En la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, el promedio de tamaño de partícula de las "partículas de alúmina" es de 3,0 micras o menos, y de más de 1,0 μm . El efecto de la adición de óxidos de metales del grupo 3A es que muestra una resistencia y dureza excelentes a temperaturas elevadas y se mejora la realización del corte cuando la temperatura de la hoja es elevada, por ejemplo en el corte de materiales duros, corte libre, etc.

Los mencionados anteriormente ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ contenidos en la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención son compuestos de alúmina con un óxido metálico del grupo 3A (Re) del sistema periódico. Como óxidos metálicos del grupo 3A se usan Y o Yb en una cantidad de 0,2 a 2,0 moles en relación a 100 moles de alúmina. Además, en la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención se incorporan tanto uno como ambos de ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$. Además, la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, puede incorporar otros compuestos de alúmina y un óxido metálico del grupo 3A, tales como $\text{Re}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ y similares además de los ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ anteriores.

En la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, la previamente mencionada "intensidad del pico total para los principales picos de ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ con relación a la intensidad del pico principal de alúmina" se obtiene por medición de la cantidad de alúmina, de ReAlO_3 y de $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (Re: metal del Grupo 3A del sistema periódico) por el método de difracción de rayos x, en el que se hacen los cálculos según la siguiente ecuación usando las intensidades de los picos así obtenidas:

A: Intensidad del pico (112) pico de difracción de ReAlO_3 ,

B: Intensidad del pico (420) pico de difracción de $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, y

C: intensidad del pico (113) pico de difracción de alúmina.

En la cerámica de alúmina sinterizada de la presente invención, la relación así calculada según la ecuación anterior está en un intervalo de 1 a 75%, preferiblemente de 1 a 60%, más preferiblemente de 5 a 40%, y particularmente preferiblemente, de 10 a 30%. Cuando la relación es inferior a 1%, la cantidad del compuesto producido de alúmina y óxido metálico del Grupo 3A es demasiado pequeña, y no se prefiere porque no se espera ninguna mejora en la resistencia al desconchado. Cuando la relación excede 75%, puede generarse deposición segregada excesiva del compuesto de alúmina y óxido metálico del Grupo 3A, óxido metálico del Grupo 3A, o ambos, y esto conduce a la alteración de la resistencia y la dureza a temperatura ambiente y a temperaturas más altas. Esto no se prefiere, ya que la vida de la herramienta disminuye como resultado de la descamación atribuida a la menor resistencia, aumento de la cantidad de abrasión debido a la dureza rebajada, etc. Cuando la cantidad total de óxidos metálicos del grupo 3A que forman ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ contenida en la cerámica de alúmina es de 0,2 a 2% en moles y cuando la relación de la intensidad del pico de difracción de rayos X expresada por $(A + B) \times 100 / C$ es de 1 - 75%, preferiblemente de 5 - 40%, el rendimiento de la herramienta de corte está optimizado permitiendo un corte de muy alta velocidad de más de 600 m/minuto sin astillado (o descamación).

La intensidad del pico se mide basándose en el método de difracción de rayos X (JIS K0131, (1996).

Como componentes de la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, otros componentes pueden ser incluidos siempre que no inhiban el objeto de la presente invención. Como tales otros componentes pueden

mencionarse un óxido de metal alcalino, un óxido de metal alcalinotérreo, SiO₂, TiO₂, etc. Sin embargo, aunque no hay ninguna limitación particular en cuanto al contenido de tales otros componentes en la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, la cantidad total que se convierte en óxidos de metales alcalinos, metales alcalinotérreos, Si, y Ti es, de 0,1 moles o menos, preferiblemente 0,05 moles o menos, y más preferiblemente de 0,03 moles o menos, con respecto a 100 moles de alúmina contenidos en la cerámica sinterizada. No se prefiere que la cantidad total anterior exceda 0,1 moles, debido a que la resistencia y la dureza a altas temperaturas disminuyen de manera que se hace imposible obtener la cerámica y herramientas sinterizadas objetivo.

La densidad de la cerámica de alúmina según la presente invención es preferiblemente de 3,98 g/cm³, y más preferiblemente, de 3,99 g/cm³ o superior (el límite superior es la densidad teórica de la cerámica de alúmina resultante sinterizada). Se prefiere ajustar la densidad en el intervalo anterior, debido a que la cerámica sinterizada puede ser suficientemente densificada para mejorar la resistencia y dureza, mientras que también mejora la resistencia a la abrasión. La densidad relativa de las cerámicas de alúmina según la presente invención con respecto a la densidad teórica es preferiblemente de 99,0% o superior, más preferiblemente 99,6% o superior, aún más preferiblemente 99,7% o superior, y particularmente preferiblemente, 99,8% o superior. Se prefiere el ajuste de la densidad en el intervalo anterior, debido a que los poros residuales en la cerámica sinterizada pueden ser expulsados con facilidad y extinguidos para dar como resultado la extinción completa de poros residuales en la cerámica sinterizada, realizando con ello una herramienta de corte de cerámica de alúmina de gran densidad que tiene excelente resistencia a alta temperatura y dureza a alta temperatura, adecuada para el procesamiento de corte de gran velocidad.

Al proporcionar la constitución anterior, la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención exhibe una excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente y a altas temperaturas. Más específicamente, la cerámica de alúmina sinterizada presenta una dureza de Vicker a temperatura ambiente de 1800 o superior, preferiblemente 1900 o superior, y más preferiblemente, 1950 o superior, mientras que presenta una dureza de Vicker a 1000° C de 800 o superior, preferiblemente 820 o superior, y más preferiblemente, 850 o superior. Además, la cerámica de alúmina sinterizada produce una resistencia a la flexión a temperatura ambiente de 700 MPa o superior, preferiblemente 750 MPa o superior, y más preferiblemente, 780 MPa o superior, mientras que presenta una resistencia a la flexión a 1000° C de 500 MPa o superior, preferiblemente 510 MPa o superior, y más preferiblemente, 520 MPa o superior, y presenta una resistencia a la flexión a 1200° C de 400 MPa o superior, preferiblemente 450 MPa o superior, y más preferiblemente, 480 MPa o superior.

No hay ninguna limitación particular sobre el método para la obtención de la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, y en general, se puede obtener mediante la preparación de una mezcla de materia prima que contiene alúmina y un óxido metálico del Grupo 3A, seguido por la configuración y cocimiento de la mezcla de materia prima. Además, en lugar de los óxidos metálicos del Grupo 3A anteriores, puede ser utilizado un compuesto de metal del Grupo 3A que proporcione un óxido de metal del Grupo 3A al calentarlo. Como tales compuestos de metales del Grupo 3A pueden mencionarse, por ejemplo, compuestos organometálicos tales como los alcóxidos de metales, etc., así como nitratos, carbonatos, sulfatos, hidróxidos, etc. Estos pueden estar en forma de un polvo o un líquido. Además de lo anterior, se pueden preparar por adelantado un compuesto de alúmina y un óxido de metal del Grupo 3A, y se pueden dispersar en alúmina de tal manera que se consiga el intervalo de intensidad máxima que se ha descrito anteriormente. Además, como la materia prima para dar forma al moldeo anterior, se usa en general, un polvo de medio quemado obtenido quemando el polvo en un intervalo de temperatura de aproximadamente 700 a 1100° C, preferiblemente de aproximadamente 800 a 1000° C. Sin embargo, esto no es limitativo, y puede usarse como polvo de materia prima de partida uno que no se someta a cocción. Cuando se lleva a cabo la cocción, cada uno de los materiales de partida pueden ser cocidos, o después de mezclarlos, la mezcla puede ser totalmente cocida y sometida al control de tamaño de partícula.

En el caso de preparar una mezcla de materia prima que contiene alúmina y óxidos metálicos del grupo 3A para la obtención de la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, no hay ninguna limitación particular sobre la cantidad de adición de los óxidos de metales del Grupo 3A anteriores, siempre que un compuesto de alúmina y óxido de metal del Grupo 3A se pueda precipitar en la alúmina. Sin embargo, la cantidad con respecto a 100 moles de alúmina está, en general, en un intervalo de 0,1 a 2,0 moles, preferiblemente de 0,2 a 1,0 moles, y más preferiblemente, de 0,5 a 1,0 moles. Al establecer la cantidad de adición del óxido de metal del Grupo 3A en el intervalo anterior, la cantidad del compuesto de alúmina y óxido de metal del Grupo 3A pueden ser controladas a fin de producir la cantidad de precipitación adecuada descrita anteriormente. Además, en el caso de usar un compuesto de metal del Grupo 3A que proporciona un óxido de metal del Grupo 3A por calefacción, la cantidad de adición del mismo se establece como tal que la cantidad de los compuestos de metales del Grupo 3A convertidos en óxidos de metales del Grupo 3A caiga en el intervalo anterior.

La herramienta de corte según la presente invención sigue la constitución anterior, y debido a que está constituida por una cerámica de alúmina sinterizada que tiene una excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente y a altas temperaturas, exhibe tanto la capacidad de corte de alta velocidad como la resistencia al astillado, con el fin de evitar la abrasión o descamación que se producen en el corte de alta velocidad. Por lo tanto, se puede utilizar favorablemente como herramientas de corte para uso particularmente en el corte de alta velocidad.

Como la alúmina para su uso como la principal materia prima en el método de producción de la cerámica de alúmina

sinterizada según la presente invención, en general, se puede usar un polvo de alúmina conocido para materiales estructurales, y, en particular, se prefiere usar uno que tenga una pureza del 99,99% o superior. Además, con el fin de obtener una cerámica sinterizada que no sólo muestre una excelente resistencia y dureza tanto a temperatura ambiente como a temperaturas altas, sino que también tenga una mejor realización en la conformación de herramienta de corte, se emplea un polvo de alúmina con un diámetro de partícula de 1 μm o más pequeño, preferiblemente uno que tenga un diámetro de partícula en el intervalo de 0,8 a 0,1 μm , y más preferiblemente, de 0,6 a 0,1 μm . En el caso de usar un polvo que tiene granularidad más gruesa, se reduce el tamaño del polvo antes de su uso.

Como "óxido de metal del Grupo 3A" anterior para uso en el método de producción de la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención se usa Y o Yb, en una cantidad de 0,2 a 2,0 moles en relación a 100 moles de alúmina.

Además, como el "compuesto de metal del Grupo 3A que proporciona un óxido de metal del Grupo 3A por calentamiento" anterior se pueden mencionar, por ejemplo, compuestos organometálicos tales como alcóxidos de metales, etc., así como nitratos, carbonatos, sulfatos, hidróxidos, etc. Además, como materia prima para la conformación del moldeo anterior, en general, se utiliza un polvo de medio quemado obtenido quemando el polvo en un intervalo de temperatura de aproximadamente 700 a 1100° C, preferiblemente de aproximadamente 800 a 1000° C, sin embargo, esto no es limitativo, y puede utilizarse un polvo de materia prima que no se someta a cocción. Cuando se lleva a cabo la cocción, cada uno de los materiales de partida pueden ser cocidos, o después de mezclarlos, la mezcla puede ser totalmente cocida y sometida al control de tamaño de partícula.

En el método de producción de cerámica de alúmina según la presente invención, la "alúmina" y los "óxidos de metales del Grupo 3A o un compuesto de metal del Grupo 3A que proporciona un óxido de metal del Grupo 3A por calentamiento" anteriores se juntan y se mezclan para preparar la mezcla de materias primas y, a continuación, la mezcla se conforma en una forma deseada mediante el uso de un método de conformación conocido, por ejemplo, presionando en un molde, moldeo por extrusión, moldeo por inyección, prensado isostático en frío (CIP), etc. No hay ninguna limitación particular sobre el procedimiento para la preparación de la mezcla de materias primas, y además de los métodos que utilizan un molino de vibración, molino de rotación, molino de barril, etc., puede emplearse el mezclado en húmedo usando bolas de alúmina. A fin de evitar la incorporación de impurezas que se produzcan en este caso, se prefiere el uso de bolas de alúmina con una pureza de 99,9% o superior. Si impurezas tales como óxidos de metales alcalinos, óxidos de metales alcalinotérreos, SiO_2 , TiO_2 , etc., se incorporaran, se deteriorarían, en particular, la resistencia y dureza a alta temperatura tanto como para hacer la cerámica sinterizada y herramienta deseadas inviables. En consecuencia, es más preferido utilizar bolas de alúmina que contengan menos de 0,1% en total de óxidos de metales alcalinos, óxidos de metales alcalinotérreos, SiO_2 , y TiO_2 .

En el método de producción de cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, la cocción se lleva a cabo de tal manera que la densidad relativa con respecto a la densidad teórica antes del tratamiento HIP debería estar en un intervalo de 94,5 a 99,0%, preferiblemente 95,0 a 98,5%, y más preferiblemente, 96,0 a 98,0%. Al rebajar la densidad relativa en el cocimiento antes del tratamiento HIP en un intervalo bajo, pero aún suficiente para aplicar el tratamiento HIP en el paso posterior, se puede producir una cerámica sinterizada cuyo crecimiento de grano se suprime y cuyos poros residuales se minimizan y se distribuyen solamente en los límites del grano. Cuando la densidad relativa excede el 99,0%, se produce crecimiento del grano de alúmina, y los poros emigran al interior de los granos. Como resultado, los poros no pueden ser expulsados con el tratamiento HIP más tarde, y desfavorablemente hace que la cerámica de alúmina sinterizada con capacidad de corte de alta velocidad y resistencia al desconchado sea inviable. Por otro lado, no se prefiere una densidad relativa inferior al 94,5%, debido a que no se puede lograr la densificación en el tratamiento HIP más tarde.

En el cocimiento realizado antes del tratamiento HIP anterior, no hay limitaciones particulares sobre las condiciones tales como la temperatura de cocción, la duración del tiempo, atmósfera, etc. Por ejemplo, la temperatura de cocción se encuentra generalmente en un intervalo de 1200 hasta 1400° C y, preferiblemente, de 1250 a 1350° C. Al establecer la temperatura de cocción en un intervalo de temperatura tan baja, la densidad relativa de la cerámica sinterizada se puede rebajar hasta un intervalo bajo en el que todavía se puede aplicar el tratamiento HIP en el paso posterior, de manera que se produzca una cerámica sinterizada que tiene crecimiento del grano de cerámica suprimido y sin embargo tiene poros residuales minimizados que se distribuyen solamente en los límites del grano. Además, la cocción puede llevarse a cabo bajo una atmósfera oxidante tal como aire, etc., y el tiempo de mantenimiento de la temperatura de cocción es de 0,5 a 5 horas, en particular, de 1 a 3 horas.

A partir de entonces, la cerámica de alúmina sinterizada sometida a cocción se somete a un tratamiento HIP de modo que la densidad relativa con respecto a la densidad teórica se convierte en 99,0% o superior, preferiblemente 99,6% o más alta, más preferiblemente 99,7% o más alta, y particularmente preferiblemente, 99,8% o más alta. De esta manera, los poros residuales en la cerámica sinterizada pueden ser expulsados con facilidad y extinguidos para dar lugar a la extinción completa de poros residuales en la cerámica sinterizada, y así se produce una herramienta de corte de cerámica de alúmina de alta densidad. No se prefiere una densidad relativa inferior al 99,0%, debido a que la cerámica de alúmina sinterizada resultante muestra resistencia y dureza deterioradas a temperatura ambiente, así como a altas temperaturas. Además, no hay limitaciones particulares relativas a las condiciones del tratamiento HIP anterior siempre que la cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención sea factible.

Por ejemplo, la temperatura del tratamiento HIP es generalmente de 1320 a 1550° C, y preferiblemente, de 1350 a 1500° C. La presión para el tratamiento HIP está generalmente en el intervalo de 500 a 2000 kg/cm², y preferiblemente, de 1000 a 2000 kg/cm². Cuando se realiza el tratamiento HIP a una temperatura inferior a 1320° C y/o bajo una presión inferior a 500 kg/cm², la cerámica sinterizada no puede ser suficientemente densificada, y da como resultado una cerámica de alúmina sinterizada con una resistencia, dureza, etc. inferiores. Por otra parte, cuando la temperatura de tratamiento es superior a 1550° C y/o la presión supera 2000 kg/cm² hay además crecimiento del grano en la cerámica sinterizada secundaria, o ocurre crecimiento anormal del grano, lo que da lugar a una cerámica de alúmina sinterizada que tiene una resistencia más baja y similares. Además, el tratamiento HIP anterior puede llevarse a cabo bajo una atmósfera inerte tal como de nitrógeno, argón, etc., y el tiempo de retención de la temperatura de tratamiento y presión puede estar en un intervalo de 0,5 a 3 horas, y en particular, aproximadamente en un intervalo de 1 a 2 horas.

Ejemplos

La presente invención se describe con más detalle haciendo referencia a los ejemplos a continuación.

(1) Preparación de cerámica de alúmina sinterizada

Se utilizó como polvo de materia prima, polvo de alúmina (de 99,99% o mayor pureza y con un diámetro medio de partícula de 0,2 µm) junto con aditivos de, polvos de óxido de metal del Grupo 3A, es decir, óxido de iterbio (Yb₂O₃) y óxido de itrio (Y₂O₃), polvo de óxido de magnesio, polvo de óxido de titanio, y polvo de óxido de silicio. Los aditivos anteriores se mezclaron con 100 moles de polvo de alúmina en relaciones molares como se muestra en la Tabla 1 (en la muestra N° 11 no se añadieron aditivos). Cada una de las mezclas se sometió a una mezcla húmeda utilizando bolas de alúmina de alta pureza (99,9% de pureza) y agua como disolvente, y después de la adición de un aglutinante (acrílico) si fue necesario, se obtuvo cada una de las mezclas mediante secado por pulverización. A continuación, las mezclas resultantes se moldearon cada una en cada forma predeterminada, y se sometieron a cocción y tratamiento HIP bajo las condiciones mostradas en la Tabla 1 para obtener la cerámica de alúmina sinterizada para las muestras N° 1 a 16. En el proceso anterior, todas las muestras se cocieron al aire, y el tiempo de retención en la temperatura de cocción se ajustó a 2 horas. El tratamiento HIP se realizó en atmósfera de argón, y el tiempo de retención se ajustó a 1 hora.

La densidad de sinterización de las cerámicas de alúmina sinterizadas números 1 a 16 se midió por el método de Arquímedes según JIS R1634 (1998) (los valores se redondearon a dos dígitos por debajo del punto decimal de acuerdo con JIS Z8401 (1999)). La densidad relativa se obtuvo tomando la densidad de sinterización de la cerámica sinterizada completamente densificada después del tratamiento HIP como 100%. Los resultados se dan en la Tabla 1 a continuación.

En las tablas siguientes 1 y 2 los números de las muestras que están fuera del alcance de la invención según se define en la reivindicación 1 están indicados con un asterisco

Tabla 1

N° de muestra	Aditivo	Cantidad (relación molar)	Temp. de cocción	Densidad primaria (g/cm ³)	Densidad relativa (%)	Temp HIP (°C)	Presión HIP (Kg/cm ²)	Densidad después de HIP (g/cm ³)	Densidad relativa (%)
*1	Yb ₂ O ₃	0,20	1320	3,83	95,8	1400	1000	4,00	100,0
*2	Yb ₂ O ₃	0,50	1340	3,92	97,3	1400	1000	4,03	100,0
3	Yb ₂ O ₃	0,50	1340	3,92	97,3	1450	1000	4,03	100,0
*4	Yb ₂ O ₃	1,00	1340	3,88	95,3	1350	1000	4,07	100,0
*5	Yb ₂ O ₃	1,00	1340	3,88	95,3	1400	1000	4,07	100,0
6	Yb ₂ O ₃	1,00	1350	3,95	97,0	1450	1000	4,07	100,0
7	Y ₂ O ₃	1,00	1340	3,89	97,0	1450	1000	4,01	100,0
8	Yb ₂ O ₃	2,00	1355	4,06	97,6	1500	1000	4,16	100,0
9	Yb ₂ O ₃	0,50	1400	3,98	98,7	1450	1000	4,01	99,5
*10	Yb ₂ O ₃	1,00	1350	3,95	97,0	1600	1000	4,07	100,0

*11	ninguno		1250	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*12	MgO	0,10	1240	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*13	TiO ₂	0,10	1240	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*14	SiO ₂	0,15	1360	3,92	97,3	1450	1000	4,03	100,0
	Yb ₂ O ₃	0,50							
*15	Yb ₂ O ₃	3,00	1370	4,13	97,5	1550	1000	4,24	100,0
*16	Yb ₂ O ₃	0,50	1250	3,75	93,1	1450	1000	3,79	94,0

(2) Evaluación de la realización de cerámica de alúmina sinterizada

5 Se realizaron mediciones para cada una de las cerámicas de alúmina sinterizadas números 1 a 16 del diámetro medio de partícula de las partículas de alúmina, relación de intensidad de los picos, resistencia a la flexión a temperatura ambiente, resistencia a la flexión a 1000° C y 1200° C, dureza a temperatura ambiente, y dureza a 1000° C. Los resultados se dan en la Tabla 2 a continuación. El patrón de XRD para la muestra N° 5 se muestra en la figura 1.

<1> Diámetro medio de partícula de las partículas de alúmina (µm)

10 Las cerámicas de alúmina sinterizada números 1 a 16 fueron cada una pulimentadas como un espejo, y después de aplicar el grabado térmico, se observaron por SEM (microscopio electrónico de barrido). El diámetro de partícula se calculó a partir de las fotografías SEM según el método de interceptación.

<2> Relación de la intensidad de los picos (%)

15 Las cerámicas de alúmina sinterizada números 1 a 16 fueron sometidas cada una a medición de XRD, y la relación de intensidad de los picos se obtuvo a partir de las intensidades de los picos obtenidos de este modo según la ecuación descrita anteriormente.

<3> Resistencia a la flexión a temperatura ambiente, y resistencia a la flexión a 1000° C y 1200° C (MPa)

20 La resistencia a la flexión a temperatura ambiente para cada una de las cerámicas de alúmina sinterizadas números 1 a 16 se obtuvo por el método de medición de resistencia a la flexión en tres puntos según JIS R1601 (1995), y la resistencia a la flexión a 1000° C y 1200° C se obtuvo por el método de medición de la resistencia a la flexión en tres puntos según JIS R1604 (1995).

<4> Dureza a temperatura ambiente y dureza a 1000° C (HV1)

25 La dureza a temperatura ambiente para cada una de las cerámicas de alúmina sinterizada números 1 a 16 se obtuvo por el método de medición de la dureza de Vicker según JIS R1601 (1991) bajo una carga de 9,807 N. La dureza a alta temperatura para cada una de las cerámicas de alúmina sinterizadas números 1 a 16 se obtuvo por el método de medición de la dureza de Vicker según JIS R1623 (1995) bajo una carga de 9,807 N a vacío.

(3) Preparación de la herramienta de corte y evaluación de la realización

30 Cada una de las cerámicas de alúmina sinterizada números 1 a 16 anteriores fue trabajada en una forma SNGN432, y una prueba de rendimiento de corte se llevó a cabo en hierro de fundición según el método descrito a continuación. Los resultados se dan en la Tabla 2. No se llevó a cabo ninguna evaluación de la realización en la muestra número 16 debido a que su densidad era demasiado baja.

<1> Prueba de la realización de corte a alta velocidad

Se llevó a cabo un corte a alta velocidad tres veces para cada una de las muestras bajo las condiciones que se describen a continuación, y se obtuvo el valor medio de la distancia del corte a la descamación.

35 Condiciones de corte: Trabajo; Cilindro de hierro fundido (100 mm de diámetro), Velocidad del corte V = 1.000 m/min; alimentación f = 0,30 mm/revolución; corte d=2,0 mm; seco.

<2> Prueba de resistencia al astillado

Una prueba de corte intermitente se llevó a cabo 5 veces en cada una de las muestras bajo las siguientes condiciones a continuación, y se obtuvo el valor medio para el número de hebras pasadas y cortadas por la muestra antes de que ocurriera la descamación.

ES 2 553 128 T3

Condiciones de corte: Trabajo; Cilindro de hierro fundido (200 mm de diámetro) con roscas (10 mm espaciadas), velocidad de corte V = 500 m/min; alimentación f = 0,35 mm/ revolución; corte d=1,5 mm; seco.

Tabla 2

Nº de muestra	Diámetro de partícula (µm)	Diámetro de partícula de la fase dispersada (µm)	Relación de intensidad del pico(%)	Resistencia a la flexión en 3 puntos (MPa)			Dureza (HV1)		Realización de cortado a alta velocidad (m)	Resistencia al astillado (hebras)
				Ta	1000° C	1200° C	Ta	1000° C		
*1	1,0	–	4	800	570	520	2000	940	905	2,6
*2	0,7	–	15	820	580	530	2040	940	1530	2,5
3	1,3	0,4	15	780	520	480	1990	820	850	7,3
*4	0,5	–	26	850	590	530	2080	990	1540	2,5
*5	1,0	–	26	800	580	520	2010	950	910	4,6
6	1,3	0,4	26	780	530	480	2010	850	880	7,3
7	1,3	–	24	750	510	450	1950	810	820	7,0
8	1,3	–	54	740	500	430	1900	800	800	6,8
9	1,4	–	15	700	480	390	1900	780	350	1,8
*10	4,8	–	26	500	380	340	1600	650	240	4,8
*11	0,5	–	0	870	580	230	2140	750	345	1,2
*12	0,5	–	0	860	580	240	2120	770	233	1,1
*13	0,5	–	0	840	590	230	2120	770	246	1,1
*14	1,0	–	15	800	550	220	1990	740	210	1,0
*15	1,3	–	80	650	400	350	1850	740	280	1,5
*16	–	–	12	–	–	–	–	–	–	–

5 La Tabla 2 muestra que las muestras números 1a 9 proporcionar una resistencia a la flexión a temperatura ambiente en el intervalo de 700 a 850 MPa, a 1000° C en el intervalo de 480 a 590 MPa, y a 1200° C en el intervalo de 390 a 530 MPa; se obtiene una dureza de Vicker a temperatura ambiente en el intervalo de 1900 a 2080, y a 1000° C en el intervalo de 780 a 990. A partir de estos resultados, se puede entender que las muestras números 1 a 9 son de una

cerámica de alúmina sinterizada que tiene una excelente resistencia y dureza a temperatura ambiente y a altas temperaturas. En particular, se puede entender a partir de la Tabla 1 que, en comparación con la muestra número 9 que tiene una densidad relativa baja de 99,5% con respecto a la densidad teórica de la cerámica sinterizada, las muestras números 1 a 8 que tienen una densidad relativa tan alta como 100% proporcionan valores superiores para la resistencia a la flexión a temperatura ambiente en el intervalo de 740 a 850 MPa, a 1000° C en el intervalo de 500 a 590 MPa, y a 1200° C en el intervalo de 430 a 530 MPa; y de dureza de Vicker a temperatura ambiente en el intervalo de 1900 a 2080, y a 1000° C en el intervalo de 800-990.

Además, según la Tabla 2, las muestras números 1 a 7 que tiene una relación de intensidad del pico del 50% o más baja proporcionan valores más altos para la resistencia a la flexión en los tres puntos y dureza en comparación con los valores para la muestra número 8. Comparando la muestra número 1 con la número 5, se puede ver que la muestra número 5 que proporciona la intensidad de pico más alta de 26% en comparación con la de la muestra número 1 (4%) exhibe una resistencia y dureza superiores, tanto para temperatura ambiente como para altas temperaturas. Además, cuando se comparan las muestras números 4 al 6 que difieren en el diámetro de partícula de alúmina en la cerámica sinterizada, se puede ver que la muestra número 4 que tiene un diámetro de partícula de 0,5 micras y la muestra número 5 que tiene un diámetro de partícula de 1,0 micras muestran resistencia y dureza superiores tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura en comparación con la muestra número 6 que tiene un diámetro de partícula de 1,3 micras, y que los valores son más altos para la muestra número 4. Por lo tanto, se puede entender que se puede obtener una cerámica de alúmina sinterizada que tiene particularmente superior resistencia y dureza, tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas mediante la limitación del diámetro de partícula de la alúmina en el intervalo descrito anteriormente.

En contraste con lo anterior, la Tabla 2 muestra que la muestra número 15 que tiene una alta relación de intensidad de pico del 80% proporciona resistencia y dureza menores, tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas en comparación con las muestras números 1 a 9. Del mismo modo, puede verse que la muestra número 10 que tiene un diámetro de partícula grande de 4,8 µm para las partículas de alúmina también produce extremada baja resistencia y dureza tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas en comparación con las muestras números 1 a 9. Además, en las muestras números 11 a 13 donde no se utilizan óxido de metales del Grupo 3A, la fuerza, tanto a temperatura ambiente como para 1000° C y la dureza a temperatura ambiente son aproximadamente las mismas que las de las muestras números 1 a 9. Sin embargo, la resistencia a la flexión a 1200° C y la dureza a 1000° C son inferiores a las de las muestras números 1 a 9. Por lo tanto, se puede entender que estas muestras son inferiores en resistencia y dureza en la región de alta temperatura. Además, la muestra número 14 que contiene SiO₂ en una cantidad mayor con respecto a la alúmina similarmente produce valores más bajos para la resistencia a la flexión a 1200° C y dureza a 1000° C en comparación con los de las muestras números 1 a 9, y se puede entender que la muestra es inferior en resistencia y dureza en la región de alta temperatura.

Además, como se muestra en la Tabla 2, se evaluó el rendimiento de corte para las muestras de cerámica de alúmina sinterizada números 1 a 9. En la prueba de rendimiento de corte a alta velocidad, el promedio del valor de la distancia de corte a la descamación se encontró que producía valores altos en el rango de 350 hasta 1540 m, y en el ensayo de resistencia al astillado, el valor medio de hebras pasadas antes de la descamación se encontró que producía grandes valores en el intervalo de 1,8 a 7,3. A partir de estos resultados, se puede entender que las muestras de cerámica de alúmina sinterizada números 1 a 9 son útiles como materiales para herramientas de corte que tienen capacidad de corte de alta velocidad y resistencia al astillado. En particular, en comparación con la muestra número 9, las muestras números 1 a 8 proporcionan grandes valores medios de distancia de corte a astillado en el intervalo de 800 a 1540 m en la prueba de rendimiento de corte de alta velocidad y grandes valores medios de hebras pasadas antes de la formación de escamas en el rango de 2,5 a 7,3. Por lo tanto, se puede entender que son útiles como materiales para herramientas de corte más adecuadas para el corte de alta velocidad.

En contraste con lo anteriormente expuesto, aunque la muestra número 10 proporciona un promedio del valor de hebras a formación de escamas tan alto como 4,8 y exhibe la resistencia al astillado, el promedio del valor de la distancia de corte a la descamación en el rendimiento de corte de alta velocidad es extremadamente bajo tanto como para dar 240 m debido a la baja resistencia y dureza, tanto a temperatura ambiente como para altas temperaturas. Por lo tanto, se puede entender que la muestra número 10 no es adecuada para el corte de alta velocidad. Además, en las muestras números 11 a 15, los valores promedio de la distancia de corte a la aparición de descamación y los valores promedio de hebras a descamación son bajos, y por lo tanto, se puede entender que estas muestras no son adecuadas para el corte de alta velocidad.

La presente invención no se limita sólo a los ejemplos mostrados específicamente como ejemplos anteriormente, y se puede aplicar a una variedad de ejemplos que se cambian dependiendo del objeto y usos. Por ejemplo, en el método para la producción de cerámica de alúmina sinterizada según la presente invención, además de alúmina, se pueden añadir un óxido de metal del Grupo 3A, un compuesto de metal del Grupo 3A que produce un óxido de metal del Grupo 3A, o un compuesto de alúmina y óxido de metal del Grupo 3A, y se puede añadir un componente distinto de los enumerados anteriormente.

REIVINDICACIONES

1. Una cerámica de alúmina sinterizada que consiste sustancialmente en alúmina, ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ en donde:

las partículas de alúmina contenidas en la cerámica sinterizada tienen un promedio de tamaño de partícula de $3,0 \mu\text{m}$ o más pequeño;

5 el contenido total de elementos de metal alcalino, de elementos de metal alcalinotérreo, Si y Ti, en forma de óxidos, representan 0,1 mol o menos por 100 moles de alúmina contenidos en la cerámica sinterizada;

donde Re es un metal del grupo 3A de la Tabla Periódica y es uno seleccionado del grupo que consiste en Y o Yb y la cantidad del óxido de metal del grupo 3A con respecto a 100 moles de alúmina está en el intervalo de 0,2 a 2,0 moles, y la intensidad total del pico para los principales picos de ReAlO_3 y $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, con respecto a la intensidad del pico principal de alúmina medida por difracción de rayos X y calculada según la ecuación que sigue está dentro del intervalo de 1 a 75%:

$$(A+B) \times 100/C$$

donde: A es la intensidad del pico de difracción (112) de ReAlO_3 , B es la intensidad del pico de difracción (420) de $\text{Re}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, y C es la intensidad del pico de difracción (113) de la alúmina,

15 caracterizada porque las partículas de alúmina contenidas en la cerámica sinterizada tienen un tamaño de partícula promedio de más de $1,0 \mu\text{m}$.

2. Una cerámica de alúmina sinterizada según la reivindicación 1, en donde las partículas de alúmina contenidas en la cerámica sinterizada tienen un tamaño de partícula promedio de $1,3 \mu\text{m}$ a $3,0 \mu\text{m}$.

3. Una cerámica de alúmina sinterizada según la reivindicación 1, en donde las partículas de alúmina contenidas en la cerámica sinterizada tienen un tamaño de partícula promedio de $1,4 \mu\text{m}$ a $3,0 \mu\text{m}$.

4. Una cerámica de alúmina sinterizada según la reivindicación 1, 2 o 3, que se obtiene por: preparación de una mezcla de la materia prima de alúmina y un óxido o un compuesto de metal del grupo 3A de la tabla periódica cuyo compuesto proporciona un óxido de metal del grupo 3A en la calefacción, o una mezcla de la materia prima que abarca un compuesto de alúmina y de un óxido de metal del grupo 3A; y después cocinando dicha mezcla de materia prima.

25 5. Una cerámica de alúmina sinterizada según la reivindicación 1, 2, 3 o 4, que tiene una dureza de Vicker de 1800 o mayor a temperatura ambiente y tiene una dureza de Vicker de 800 o mayor a 1000°C .

6. Una cerámica de alúmina sinterizada según las reivindicaciones 1 a 5, que tiene una resistencia de flexión de 700 MPa o mayor a la temperatura ambiente, una resistencia de flexión de 500 MPa o mayor a 1000°C , y una resistencia de flexión de 400 MPa o mayor a 1200°C .

30 7. Una herramienta de corte construida de cerámica de alúmina sinterizada como se reivindica en una de las reivindicaciones de 1 a 6, en donde la densidad relativa de la cerámica de alúmina sinterizada es de 99,0% o mayor con respecto a la densidad teórica.

8. Un método para producir la cerámica de alúmina sinterizada como se reivindica en la reivindicación 1, que comprende:

35 preparar una mezcla de la materia prima de alúmina y un óxido de metal del grupo 3A o un compuesto del grupo 3A que proporciona un óxido de metal del grupo 3A por calefacción, o una mezcla de la materia prima que comprende un compuesto de alúmina y un óxido de metal del grupo 3A;

producir una cerámica sinterizada que tiene una densidad relativa de 94,5 a 99,0% con respecto a la densidad teórica mediante la cocción de un moldeado de la mezcla preparada de la materia prima; y

40 someter el producto resultante a presionado caliente isostático de tal manera que la densidad relativa de la misma se convierte en 99,0% o mayor con respecto a la densidad teórica.

9. Un método según la reivindicación 8, para producir la cerámica de alúmina sinterizada, en donde la mezcla de la materia prima anteriormente descrita se prepara por mezcla húmeda usando bolas de alúmina que tienen una pureza de 99,9% o mayor.

45 10. Un método como se reivindica en la reivindicación 8 o 9, para producir cerámica de alúmina sinterizada, en donde la mezcla de la materia prima anteriormente descrita se prepara por mezcla húmeda usando bolas de alúmina que contienen menos de 0,1% en total de un óxido de metal alcalino, un óxido alcalinotérreo, SiO_2 , y TiO_2 .

11. Una herramienta de corte construida de cerámica de alúmina sinterizada como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

Fig. 1

