



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 291 174**

51 Int. Cl.:
C04B 35/115 (2006.01)
H01J 5/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Número de solicitud europea: **00304268 .6**
86 Fecha de presentación : **19.05.2000**
87 Número de publicación de la solicitud: **1053983**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **22.11.2000**

54 Título: **Cerámica policristalina traslúcida y método para su fabricación.**

30 Prioridad: **19.05.1999 JP 11-138683**
28.12.1999 JP 11-374797
07.03.2000 JP 2000-62627

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2008

73 Titular/es: **NGK Spark Plug Company Limited**
14-18, Takatsuji-cho Mizuho-ku
Nagoya, Aichi, JP

72 Inventor/es: **Yamamoto, Hiroshi;**
Mitsuoka, Takashi y
Iio, Satoshi

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 291 174 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 policristalina traslúcida y método para su fabricación.

5 La presente invención se refiere a un material cerámico policristalino traslúcido y a un método para preparar dicho material y en particular, se refiere a un material cerámico de Al_2O_3 policristalino traslúcido y a un método para preparar dicho material.

10 Existen muchas aplicaciones para un material cerámico policristalino traslúcido. Por ejemplo, un tubo exterior para una lámpara de sodio o de haluros metálicos, un tubo de emisión de luz y una placa ventana para un horno de alta temperatura están hechos de material cerámico traslúcido, en el que no sólo se requiere resistencia eléctrica y/o resistencia a la corrosión química, sino también se requiere a menudo unas altas resistencia y dureza desde baja temperatura (ambiente) hasta temperaturas tan altas como 1000-1200°C. Esto se precisa en parte puesto que se puede disminuir el espesor del material cerámico de alúmina traslúcido para conseguir más transmitancia de luz a través del mismo.

15 Además de una alta transmisión de luz en línea recta, también denominada transmitancia de luz lineal (correspondiente a la transparencia), algunas aplicaciones necesitan una textura fina y una alta resistencia a la abrasión (a saber, no se han de desprender partículas de material cerámico de su superficie de manera que se mantiene una superficie lisa con menos rugosidad superficial). Dichas aplicaciones incluyen conectores ópticos, filtros ópticos, cabezas articulares médicas en usos médicos, herramientas de corte, rodamientos, y dieléctricos Q superiores para algunos componentes electrónicos.

20 Se sabe que algunos materiales cerámicos de alúmina (policristalinos) se pueden preparar traslúcidos o parcialmente transparentes, en otras palabras, la luz se puede transmitir a través de los mismos.

25 Sin embargo, no se ha publicado el material cerámico de alúmina traslúcido que satisfaga ambas propiedades de transparencia y alta resistencia mecánica. Por ejemplo, en la Patente Japonesa pendiente de trámite N° H03-285865/1991, se describe un material cerámico de alúmina traslúcido preparado usando granos de alúmina de alta pureza (99,99% de pureza) y una pequeña cantidad de MgO, sin embargo, su resistencia a la flexión es insuficientemente baja, tal como de aproximadamente 500 MPa. Por otra parte, en otras Patentes Japonesas N° 2729204 y 2663191, se describe el material cerámico de alúmina traslúcido que tiene altas resistencia y dureza preparado controlando el tamaño medio de partículas mediante HIP, sin embargo, la transmisión en línea recta de la luz que se propaga a través de un espesor de 1 mm de dicho material es insuficientemente más baja que 50%.

35 En MATERIALS TRANSACTIONS, JIM, JAPÓN, NOV. 32 NO. 11 (1991) páginas 1024 A 1029, de HAYASHI *et al.*, "TRANSMISSION OPTICAL PROPERTIES OF POLYCRYSTALLINE ALUMINA WITH SUBMICRON GRAINS" se describen materiales cerámicos luminosos traslúcidos con transmitancia óptica en línea extremadamente alta a la luz visible y con alta resistencia mecánica. Este documento forma la base para el preámbulo de las reivindicaciones independientes. Los materiales cerámicos tienen una densidad aparente superior a 3.985 kg/m³ y un tamaño medio de granos entre 0,82 y 1,43 μ m. Se usa polvo de α -alúmina de alta pureza (99,99%) con un tamaño medio del polvo de 0,24 μ m para formar una pieza compacta mediante moldeo por inyección. La pieza compacta se sinteriza a 1.279,85°C seguido por prensado isostático en caliente a 1.279,85°C. El documento US 3.905.845 (de Kobayashi *et al*) describe un método adicional para fabricar una alúmina policristalina traslúcida sinterizada con magnesia.

45 Además, se ha considerado convencionalmente que los tamaños de partículas grandes de los granos cristalinos de alúmina que constituyen el material cerámico de alúmina contribuyen a conseguir una elevada traslucidez o transparencia del material cerámico de alúmina debido a que resulta razonable que los cambios de dispersión de luz (reflexión y/o refracción que se produce en los bordes de grano por la luz) sean menores que en la alúmina que tiene granos mucho más pequeños en su interior.

50 En el material cerámico de alúmina traslúcido convencional, las partículas de alúmina que constituyen el material cerámico de alúmina policristalino son propensas a desprenderse de su superficie. En otras palabras, ha resultado difícil conseguir con precisión o con bastante proximidad una superficie pulida como un espejo del material cerámico de alúmina traslúcido. Cuando el material cerámico de alúmina traslúcido convencional se somete a una elevada tensión por contacto como es en su uso para rodamientos o herramientas de corte o incluso en un proceso de pulido superficial del mismo, la parte de dicho material en la que se concentran las tensiones tiende a romperse, probablemente debido a los cristales de gran tamaño que se forman, uniendo la magnesia (MgO) los cristales en el interior del material cerámico de alúmina traslúcido convencional.

60 Por lo tanto, es un objeto de la invención proporcionar un material cerámico policristalino traslúcido que tenga unas buenas resistencia y dureza, y que sea capaz de transmitir la luz a través de dicho material cerámico.

Otro objeto de la invención es proporcionar un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido que tenga unas excelentes resistencia y dureza o resistencia a la abrasión, capaz de transmitir luz y/o transmitir luz en línea recta a través del mismo y soportar una alta temperatura.

65 Todavía otro objeto de la invención es proporcionar un método para preparar un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido. Este método permite fabricar un excelente material cerámico de alúmina traslúcido que tiene unas

ES 2 291 174 T3

altas resistencia a la flexión y dureza a alta temperatura y/o resistencia a la abrasión, en el que las partículas/granos que constituyen dicho material cerámico son resistentes a desprenderse de su superficie y dicha superficie se puede moler y pulir para formar una superficie lisa con menos rugosidad superficial y puede sufrir menos daño mecánicamente, por ejemplo, cuando se aplica una alta tensión por contacto al material cerámico en su uso, manteniendo mientras su translucidez.

En un primer aspecto de la invención, se proporciona un material cerámico policristalino traslúcido capaz de transmitir la luz que penetra en dicho material cerámico, que comprende partículas cristalinas, en el que la longitud media de las caras de las partículas cristalinas no es mayor que una longitud de onda máxima de la luz que se trasmite a través del producto cerámico policristalino; definiéndose la longitud media de las caras como un valor medio de las longitudes de los lados que forman polígonos que aparecen en secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico.

Una propiedad característica del material cerámico policristalino traslúcido según la invención es que la longitud media de las caras, como se definió anteriormente, es más corta que una longitud de onda máxima de la luz que se trasmite a través del material cerámico policristalino traslúcido.

En un aspecto, en el caso de la luz visible que tiene una longitud de onda de aproximadamente 380-780 nm, si todas las longitudes de las caras (es decir, las longitudes de los lados de las caras de las partículas cristalinas de alúmina) son inferiores a 380 nm, se consigue con el material cerámico policristalino traslúcido la mayor translucidez de dicho material cerámico policristalino transmitiéndose la mayor parte de la luz visible. Incluso, cuando la longitud media de las caras (es decir, un valor medio de las longitudes de los lados de las caras de las partículas cristalinas) es inferior a 700 nm, el material cerámico policristalino traslúcido con un espesor de 1 mm puede transmitir más del 50% de la luz visible a través del mismo, como se describirá con detalle más adelante.

Cuando la longitud de las caras es corta, se consigue la mejor translucidez o transparencia, y esto contrasta con la tecnología convencional que requiere partículas o granos más grandes (dando lugar a longitudes de caras más largas) para conseguir una mejor translucidez a través del material cerámico.

En un aspecto preferido de la invención, se consigue la mejor translucidez cuando todas las longitudes de las caras son más cortas que todas las longitudes de onda de la luz que se va a transmitir a través del material cerámico. Se consigue una mejor translucidez de la luz tan alta como 70% con la longitud media de caras inferior a 500 nm y se consigue la mejor (más del 75%) con una longitud media inferior a 400 nm.

En otro aspecto preferido según la invención, el material cerámico policristalino ha de estar sustancialmente desprovisto de poros. En otras palabras, la densidad relativa del material cerámico sin cocer ha de ser de al menos 99,8% o sustancialmente 100% con una cantidad mínima de aglutinante que une las partículas (o granos) cristalinas transparentes formadas en el interior de dicho material cerámico traslúcido. Esto se debe a que los poros disminuyen la translucidez y/o transparencia del material cerámico policristalino, y además disminuyen la resistencia y dureza del mismo. En el caso de un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido, su densidad ha de ser de al menos 3,98 g/cm³ (sustancialmente 100% de densidad relativa).

Un material candidato para las partículas cristalinas es Al₂O₃, AlN, ZrO₂, espinela, etcétera, con la condición de que no se produzca con las partículas cristalinas una gran anisotropía óptica o anisotropía cristalina. En otras palabras, si la relación media entre dimensiones de las partículas cristalinas es 1-1,5 (preferiblemente 1-1,3) y el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas formadas en el interior del material cerámico no es superior a aproximadamente 1 μm, la longitud media de las caras resulta ser inferior a la longitud de onda máxima o a la mayor parte de las longitudes de onda de la luz visible. Entre estos compuestos, el Al₂O₃ (alúmina o zafiro) es el más seleccionado para las partículas cristalinas. Debido a que la estructura cristalina de la alúmina pertenece al sistema hexagonal, la diferencia de índices de refracción para la luz entre sus caras cristalinas formadas a lo largo del eje a y del eje c en cristalografía es teóricamente sólo aproximadamente 0,008, lo cual es la razón por la que la mayor parte de la luz visible puede ser transmitida a través del material cerámico policristalino traslúcido que comprende partículas cristalinas que tienen la relación media entre dimensiones de 1-1,5 y el tamaño medio de partículas cristalinas no superior a 1 μm.

En un aspecto de la invención, la translucidez del material cerámico de Al₂O₃, (a saber, alúmina incluyendo zafiro) así como la resistencia y dureza de dicho material cerámico a alta temperatura se mantienen como se describirá con detalle más adelante, si se selecciona un óxido metálico a partir de óxidos de metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica (IUPAC alt) excepto el Ti, y se añade dicho óxido como un aglutinante para aglutinar o más bien como un ayudante de sinterización para sinterizar las partículas cristalinas en el interior del material cerámico. Se excluye sustancialmente el Ti ya que no se consigue una translucidez sin pigmentación o incolora con el material cerámico de alúmina que contiene Ti en sus bordes. Se evitan también sustancialmente como el aglutinante o el ayudante de sinterización otros elementos de pigmentación tales como Cr y Co (aunque no pertenezcan a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica).

Teóricamente, lo más preferido es que la alúmina policristalina traslúcida sea un producto sinterizado que se prepare sin dicho ayudante de sinterización o aglutinante. En la práctica real, la relación de alúmina que ocupa el material cerámico de alúmina traslúcido (es decir, un contenido relativo de alúmina en el producto cerámico sinterizado) es

ES 2 291 174 T3

preferiblemente de al menos 99% o más preferiblemente de 99,95% en volumen. Para conseguir esto, se selecciona un material de partida en polvo de alúmina entre materiales que tienen una pureza no inferior a 99,99% o no inferior a 99,995% (lo mejor).

5 Si se requiere un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido coloreado para una aplicación tal como un filtro óptico, se ha de añadir selectivamente una cantidad muy pequeña de elementos de pigmentación.

10 No se recomienda usar un óxido metálico blando tal como magnesia (MgO) que se utiliza convencionalmente como un ayudante de sinterización o aglutinante incoloro para sinterizar las partículas cristalinas de Al_2O_3 , en el caso de que se requiera una resistencia y dureza del material cerámico de alúmina traslúcido a elevadas temperaturas tan altas como 1000°C. Esto es debido a que el aglutinante de MgO puede reducir rápidamente la resistencia y dureza a dicha temperatura elevada. Además, el uso del aglutinante de MgO causa el desprendimiento de las partículas de cristal de la superficie del material cerámico de alúmina traslúcido, haciendo difícil conseguir una superficie suavemente pulida del material cerámico. Si en un aspecto, no se consigue un acabado superficial fino o liso mediante pulido, la traslucidez del material cerámico se ve afectada simplemente debido a la correlación que existe entre la lisura superficial y la traslucidez del material cerámico.

20 Puesto que se ha de controlar que el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas en el material cerámico policristalino traslúcido sea pequeño, no excediendo 1 μm , es necesario el uso de un aglutinante fuerte y duro para aglutinar las partículas cristalinas; y ésta es una de las razones por las que se usa el óxido de metales pertenecientes a los grupos IIIA y/o IV A de la Tabla Periódica para la alúmina policristalina traslúcida (incluyendo zafiro) según la invención. Por ejemplo, se recomiendan Y_2O_3 , Yb_2O_3 , ZrO_2 , Sc_2O_3 , La_2O_3 , Dy_2O_3 y Lu_2O_3 ; y entre ellos el Y_2O_3 y/o Yb_2O_3 representan los mejores.

25 En un aspecto de la invención, una cantidad del óxido o los óxidos metálicos incluidos en el material cerámico policristalino traslúcido es una cantidad de al menos 2% en molaridad (2% molar). Con el fin de conseguir la mayor densidad del material cerámico traslúcido con esta pequeña cantidad del óxido metálico anterior y de conseguir resistencia y dureza, como se describirá más adelante, el material cerámico se sinteriza bajo HIP (presión isostática en caliente) de manera se controla la longitud y el tamaño de las caras del cristal y de las partículas cristalinas respectivamente durante la cocción (sinterización) a una temperatura comparativamente baja.

30 Por lo tanto, en un aspecto de la invención, se proporciona un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido para transmitir luz visible a través del mismo, comprendiendo dicho material cerámico partículas cristalinas, caracterizadas porque:

35 la longitud media de las caras de las partículas cristalinas no es mayor que la longitud de onda máxima de la luz, es decir, 780 nm, que se va a transmitir a través del material cerámico policristalino; estando la longitud media de las caras definida como un valor medio de las longitudes de los lados que forman los polígonos que aparecen en secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico, y

40 en el que el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas no es superior 1 μm ; y la relación media entre dimensiones de las partículas cristalinas es de 1 a 1,5,

45 comprendiendo además dicho material cerámico policristalino traslúcido un óxido metálico en una cantidad de 0,02 a 2% molar, aglutinando el óxido las partículas cristalinas en el interior del material cerámico, en el que dicho óxido metálico es un óxido de uno o más metales seleccionados de los metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica, excluyendo el Ti.

50 Se consigue un mejor rendimiento del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido si el óxido metálico contenido en el mismo tiene una molaridad de 0,02-2,0% y un tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas de 0,3-1,0 μm , según un aspecto de la invención. A saber, su resistencia a la flexión y su dureza Vickers llega a ser de al menos 500 Mpa y de al menos 850, respectivamente, medidas a temperatura de 1000°C.

55 Este material cerámico policristalino traslúcido según la invención es capaz de transmitir más del 50% de la luz que tiene una longitud de onda de 380-780 nm cuando el espesor de dicho material cerámico es de 1 mm.

60 Además, el material cerámico policristalino traslúcido tiene la propiedad de tener una relación de transmisión de luz en línea recta de al menos 3 (o 30% en porcentaje), y dicha relación de transmisión de luz en línea recta se determina dividiendo la intensidad de la luz transmitida a través del material cerámico en un ángulo de menos de 0,5 grados por la intensidad de luz total que penetra originalmente en el material cerámico cuando dicho material cerámico tiene 0,5 mm de espesor y la luz tiene una longitud de onda de 380-780 nm.

65 La superficie del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido anterior según la invención es tan dura que dicha superficie se puede pulir hasta tal grado que la rugosidad superficial media en línea central (Ra) es de 0,002 a 0,020 μm y la altura máxima (Rmax) de la rugosidad superficial es inferior a 0,30 μm y/o hasta tal grado que el área superficial vacía causada por el desprendimiento de las partículas de alúmina de la superficie con respecto al área superficial pulida total no es superior a 1%.

ES 2 291 174 T3

Puesto que la alúmina policristalina traslúcida según la invención tiene una alta resistencia a la corrosión, se puede utilizar por ejemplo como un tubo externo de una lámpara de sodio en el que se confina vapor de sodio a alta presión. Este material cerámico policristalino traslúcido tiene una resistencia y dureza muy altas, y se puede usar para una herramienta de corte que tiene una superficie de ataque y una superficie de incidencia, o para un ámbito de resistencia a la abrasión incluyendo rodamientos. Puesto que se espera conseguir un comportamiento eléctrico similar al zafiro, este material cerámico policristalino se puede usar como un material dieléctrico en diversos componentes electrónicos, especialmente en el campo de la alta frecuencia.

En una realización según otro aspecto de la invención, un tamaño medio de partículas preferido de las partículas cristalinas de alúmina que constituyen el material cerámico de alúmina traslúcido es de 0,3 a 0,7 μm . Cuando el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas de alúmina sobrepasa un valor de 1,0 μm , la resistencia y dureza de las partículas de alúmina sinterizada se reduce rápidamente, dando lugar posiblemente a un material cerámico con una resistencia a la abrasión comparativamente baja y originando el desprendimiento de las partículas de cristal durante un pulido superficial, lo cual dañará la superficie o debilitará el material cerámico, por ejemplo, bajo una tensión por contacto continuo.

No se espera encontrar serios problemas en propiedades tales como resistencia, dureza, resistencia a la abrasión y transmitancia a la luz en el material cerámico policristalino traslúcido, y éste puede ser teóricamente mejor desde el punto de vista de la traslucidez y transparencia, si se controla que las partículas cristalinas y las longitudes de las caras tengan un tamaño inferior a 0,3 μm y una longitud inferior a 200 nm, respectivamente. Sin embargo, puede ser una desventaja el hecho de que dichas partículas finas son difíciles de tratar dando lugar a costes elevados para el material cerámico sinterizado.

Para herramientas de corte, se requiere normalmente una resistencia a la flexión de al menos 750 Mpa (o más de 830 MPa o, en algunos casos, más de 1100 MPa) y una dureza Vickers de al menos 1900 (más preferiblemente más de 2100). El material cerámico policristalino traslúcido según la invención satisface dichos requisitos para herramientas de corte. Además, puesto que las partículas cristalinas de alúmina se preparan preferiblemente para tener una pequeña relación entre dimensiones de 1,0 a 1,5, el producto sinterizado que contiene dichas partículas cristalinas tiene una excelente resistencia a la abrasión así como una alta resistencia y una elevada dureza. Si se controla la relación entre dimensiones a un valor de 1,0 a 1,35, se mantienen a un valor elevado no sólo la resistencia a la abrasión sino también la transmitancia de luz en línea recta asociada con la transparencia del material cerámico.

La transmitancia o transmisión de luz a través del material cerámico se mide, por ejemplo, mediante un método descrito más adelante en el Ejemplo 1.

En un aspecto de la invención, el material cerámico de alúmina policristalino según la invención se caracteriza porque la longitud media de las caras de las partículas cristalinas de alúmina que constituyen el producto sinterizado no es más larga que 700 nm. La longitud media de las caras, preferiblemente, no es superior a 500 nm, y más preferiblemente, no superior a 400 nm, lo que depende de qué traslucidez/transparencia se requiera para el material cerámico en el uso real. La longitud media de las caras es preferiblemente tan pequeña como sea posible desde el punto de vista de la transparencia (no dispersión de la luz). Cuando la longitud media de las caras no es superior a 100 nm, es probable que ocurra un cambio lento por la difusión en los bordes de grano a una alta temperatura, cuando se considera el uso del producto cerámico a una temperatura tan alta como la próxima a la temperatura de sinterización del producto cerámico. En el intervalo anterior de menos de 700 nm, el material cerámico de alúmina traslúcido presenta una excelente transparencia (a saber, capaz de transmitir la luz con menos dispersión) y puede ser útil para un tubo de lámpara que tenga una fuente puntual de luz en su interior, ya que se prefiere que la relación de la luz dispersada a la luz transmitida linealmente sea preferiblemente pequeña para la fuente puntual de luz.

El material cerámico de alúmina policristalino traslúcido según la invención presenta una transmitancia total de luz (a saber, una relación de la intensidad de luz transmitida que sale (I) dividida por la intensidad (I_0) de la luz que penetra originalmente en el material cerámico) de al menos 60%, 70% o en algunos materiales cerámicos de al menos 75%, en el caso de que el espesor del material cerámico sea de 0,5-1 mm. Además, la transmitancia de luz lineal (a saber, la relación de transmisión de luz que se dispersa a través del material cerámico en un ángulo inferior a 0,5 grados de su eje en línea recta respecto de la luz que penetra originalmente en el material cerámico) es al menos 0,15 (15% en porcentaje), 0,15-2 (20-30%) bajo ciertas condiciones de medida más óptimas o al menos 0,4 (40%) bajo las mejores condiciones de medida, dependiendo del aparato de medida disponible en el mercado. También, una relación de la transmitancia de luz lineal a la transmitancia de luz total es de al menos 0,30, al menos 0,4 bajo condiciones de medida más óptimas o de al menos 0,5 bajo las mejores condiciones dependiendo del aparato de medida disponible en el mercado. En esta memoria, la transmitancia de luz lineal significa lo mismo que la transmisión de luz en línea recta.

Una longitud de una cara de una partícula cristalina se define en esta memoria como una longitud del lado de cada plano que forma un poliedro de la partícula cristalina que está rodeado por los bordes de grano en el producto sinterizado como se muestra en las Figuras 6(a) y 6(b). La longitud del lado se puede medir, por ejemplo, mediante una fotografía de SEM. Una longitud media de las caras es un valor medio de las longitudes de los lados medidos en una pluralidad de partículas cristalinas (preferiblemente, basado en al menos 100 partículas). El término "cara" significa un plano que constituye un poliedro.

ES 2 291 174 T3

Como se hace referencia con la Figura 7, la “transmitancia de luz lineal” significa una relación de la luz transmitida linealmente en un ángulo de dispersión δ de $0,5^\circ$ o inferior a través del material cerámico traslúcido, comparado con la luz que se propaga originalmente en paralelo con su eje. En otras palabras, significa luz que tiene una intensidad (IL) transmitida a través del material cerámico y detectada en un ángulo de abertura θ de 1° o inferior por un detector de luz, dividida por la intensidad de la luz (I_0) que penetra originalmente en el material cerámico traslúcido. La transmitancia de luz lineal se puede definir también como la intensidad (IL) de la luz que no se dispersa más de $0,5^\circ$ de un eje en línea recta de la luz con respecto a la intensidad de luz total (I_0) que penetra originalmente en el material cerámico traslúcido que se dispersa en un ángulo δ de hasta 90° .

Con respecto al material cerámico de alúmina traslúcido de la invención, no hay restricciones particulares sobre la porosidad o pureza con la condición de que dicha porosidad o pureza no haga que el borde de granos forme una segunda capa borde que varíe el índice de refracción en dicho borde. Si el producto sinterizado satisface dichos factores, a saber, la longitud de caras, la transmitancia total y la relación entre la transmitancia lineal/transmitancia total, el material cerámico de alúmina traslúcido puede contener otros aditivos incluyendo MgO.

En otro aspecto principal de la invención, se proporciona un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido capaz de transmitir luz a través de dicho material cerámico, caracterizado porque comprende las etapas de:

formar un cuerpo de material cerámico sin cocer a partir de una mezcla en polvo que comprende polvo cristalino de Al_2O_3 que tiene un tamaño medio de partículas inferior a $1,0 \mu\text{m}$ y una pureza de al menos 99,99% y 0,2-2% molar de un polvo de óxido de metales seleccionados de los metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica, excluyendo el Ti;

cocer el cuerpo de material cerámico sin cocer para formar un producto sinterizado primario que tiene una densidad de 3,77 a 3,91 g/cm^3 ;

y aplicar una presión isostática en caliente al producto sinterizado primario de manera que se forma un producto sinterizado secundario que tiene una densidad de al menos 3,98 g/cm^3 y que tiene una longitud media de caras inferior a 780 nm, estando la longitud media de caras definida como el valor medio de las longitudes de los lados que forman polígonos que aparecen en secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico.

Una característica importante del método anterior es controlar el tamaño medio de partículas de los polvos cristalinos para que tenga un valor inferior a $1 \mu\text{m}$ aplicando la HIP (presión isostática en caliente) de manera que la longitud media de las caras tenga un valor inferior a 700 nm en el producto sinterizado secundario y para minimizar el índice de refracción en los bordes de las caras unidas firmemente entre sí.

En un aspecto preferido de la invención, se proporciona un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido capaz de transmitir luz visible a través de dicho material cerámico que comprende las etapas de:

formar un cuerpo de material cerámico sin cocer a partir de una mezcla en polvo que comprende polvo cristalino de Al_2O_3 que tiene un tamaño medio de partículas inferior a $0,5 \mu\text{m}$ y una pureza de al menos 99,99% y un polvo de óxido de metales seleccionados de los metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica, excluyendo el Ti;

cocer el cuerpo de material cerámico sin cocer para formar un producto sinterizado primario que tiene una densidad de 3,77 a 3,91 g/cm^3 ;

y aplicar una presión isostática en caliente al producto sinterizado primario de manera que se forma un producto sinterizado secundario que tiene una densidad de al menos 3,98 g/cm^3 y que tiene una longitud media de las caras inferior a 700 nm, estando la longitud media de las caras definida como el valor medio de las longitudes de los lados que forman los polígonos que aparecen en las secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico.

En este aspecto, el polvo cristalino de alúmina en una mezcla en polvo de partida se controla ventajosamente para que tener el tamaño medio de partículas inferior a $0,5 \mu\text{m}$ y la pureza de al menos 99,99% de manera que la longitud media de las caras llegue a ser inferior a 700 nm.

El producto sinterizado primario resultante presenta una densidad relativa de 94,5 a 98,0% y el producto sinterizado secundario resultante tiene una densidad relativa de al menos 99,8% o sustancialmente 100%.

En un aspecto adicional preferido de la invención, la temperatura de cocción aplicada al cuerpo de material cerámico sin cocer es de 1225 a 1275°C, la temperatura durante la aplicación de la presión isostática en caliente es de 1100 a 1250°C y la presión isostática en caliente es de 500 a 2000 kg/cm^2 .

En otro aspecto adicional preferido de la invención, la temperatura de cocción aplicada al cuerpo de material cerámico sin cocer es de 1225 a 1360°C, una temperatura durante la aplicación del prensado isostático en caliente es de 1100 a 1350°C y un valor de presión de la presión isostática en caliente es de 500 a 2000 kg/cm^2 .

ES 2 291 174 T3

La temperatura en el tratamiento de HIP es un factor importante para controlar que la longitud de las caras sea inferior a 700 nm.

Un valor de la cantidad del óxido metálico contenido en el material cerámico de alúmina policristalino traslúcido llega a ser crítico cuando se requieren en el uso práctico resistencia y dureza desde baja temperatura a alta temperatura. En un aspecto de la invención, cuando la cantidad es inferior a 0,02% molar, la resistencia y/o la dureza a una alta temperatura de 1000° o superior llega a ser insuficiente en el uso para, por ejemplo, herramientas de corte, y ventanas de plasma a altas temperaturas. Cuando la cantidad sobrepasa el valor de 2,0% molar, el óxido metálico *per se* y/o un compuesto hecho del óxido y alúmina, se puede segregar a los borde de grano y, de esta manera, disminuir la resistencia y dureza.

Se describirán ahora realizaciones de la invención, sólo a modo de ejemplo, con referencia los dibujos que se acompañan en los que:

la Figura 1, es una microfotografía óptica aumentada de una superficie pulida de un material cerámico policristalino traslúcido de una pieza de ensayo 5 del Ejemplo 2, que representa el material cerámico de la invención.

La Figura 2 es una vista que explica una imagen que resalta partes con desprendimiento de partículas mostrada en la Figura 1, haciendo énfasis en dos contrastes de datos usando un analizador de tratamiento de imágenes.

La Figura 3 es una microfotografía óptica aumentada de una superficie pulida de un material cerámico policristalino traslúcido de una pieza de ensayo 7 del Ejemplo 2, no satisfaciendo así el material cerámico un objeto de la invención.

La Figura 4 es una vista que explica una imagen que resalta partes con desprendimiento de trozos mostrada en la Figura 3, haciendo énfasis en dos contrastes de datos usando un analizador de tratamiento de imágenes.

La Figura 5 es una vista esquemática de sección transversal que muestra un método de medida para la transmitancia de luz a través de un material cerámico traslúcido como se explica en el Ejemplo 1.

La Figura 6(a) y la Figura 6(b) son vistas esquemáticas de secciones transversales que muestran que la longitud media de las caras de partículas cristalinas formadas en el material cerámico policristalino es un factor importante para la translucidez/transparencia de dicho material cerámico policristalino, en donde la Figura 6(a) muestra que cuando la longitud media de las caras es superior a la longitud de onda de la luz que se transmite existe dispersión (reflexión/refracción), mientras que la Figura 6(b) muestra que cuando la longitud media de las caras es inferior a la longitud de onda de la luz que se trasmite se produce menos dispersión de la luz en comparación con la Figura 6(a).

La Figura 7 es una vista esquemática de una sección transversal que muestra el método de medida para la transmitancia de luz incluyendo una transmisión de luz en línea recta como se explica en el Ejemplo 5.

La invención se explica con más detalle en los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

En este Ejemplo 1, se investigaron la correlación entre el tamaño medio de partículas y la relación media entre dimensiones de las partículas cristalinas de alúmina, y también la correlación entre la densidad del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido y la resistencia/dureza/transmitancia de la luz.

Se molió con agua un polvo de alúmina que tiene un tamaño medio de partículas de 0,22 μm y una pureza de 99,997% (suministrado con el nombre comercial de TAIMICRON de Taimei Chemical Co.) mediante un sistema de molienda en húmedo que tiene gravilla de alúmina de alta pureza con una pureza de 99,5%, para formar una suspensión. Después de secar mediante pulverización la suspensión, el polvo seco se moldeó para formar un cuerpo de material cerámico sin cocer, que luego se calentó (o se coció) a la temperatura descrita en la Tabla 1 para formar un producto sinterizado primario. Luego se aplicó al producto sinterizado primario un tratamiento de HIP a la temperatura y bajo la presión descritas en la Tabla 1. La gravilla usada aquí no suministró sustancialmente ninguna impureza a la suspensión según un análisis realizado posteriormente.

La cocción del cuerpo de material cerámico sin cocer se realizó en una atmósfera de aire y se mantuvo a la temperatura de cocción durante 2 horas. El tratamiento de HIP se mantuvo en una atmósfera de argón durante una hora. En la pieza de ensayo 8, el polvo de alúmina estaba compuesto de 0,1% molar de Nb_2O_3 y 0,07% molar de SiO_2 hasta 100% de polvo de alúmina, para formar una mezcla que luego se coció y sinterizó en el mismo procedimiento descrito anteriormente.

En cada producto cerámico de alúmina policristalino así obtenido, se midieron la densidad (en adelante denominada como "densidad primaria") del producto sinterizado primario después de la cocción, la densidad (en adelante denominada "densidad después de HIP") del producto sinterizado secundario, el tamaño medio de partículas y la relación media entre dimensiones de las partículas cristalinas de alúmina formadas en el interior del material cerámico, y la resistencia a la flexión, la dureza Vickers, y la transmitancia a la luz del material cerámico de alúmina traslúcido a temperatura ambiente, de las siguientes formas. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y en la Tabla 2.

ES 2 291 174 T3

(1) Se midieron la densidad primaria y la densidad después de HIP mediante el método de Arquímedes definido por la norma JIS R 1634 (y el valor medido se redondeó según la norma JIS Z 8401).

(2) El producto sinterizado se pulió como un espejo, se sometió térmicamente a un ataque químico y se fotografió la superficie pulida mediante microfotografía electrónica de barrido. Usando la fotografía, se calcularon los tamaños de las partículas formadas en el producto cerámico sinterizado mediante un analizador de tratamiento de imágenes, y se promediaron los valores medios aritméticos de las longitudes máximas (diámetros largos) de las partículas para obtener el tamaño medio de partículas de las partículas (granos) cristalinas de alúmina formadas en el producto cerámico sinterizado. La distancia más corta entre dos líneas rectas paralelas a la dirección a lo largo de la longitud máxima (diámetro largo) se definió como el diámetro corto de las partículas cristalinas formadas. El valor del diámetro largo dividido por el diámetro corto se definió como la relación entre dimensiones de la partícula cristalina formada, y el valor medio aritmético de las relaciones entre dimensiones de todas las partículas cristalinas formadas se definió como la relación media entre dimensiones. El número de partículas cristalinas medidas era de 500. Como referencia, el tamaño medio de partículas de la pieza de ensayo 4 de la Tabla 1 calculado mediante un método de intercepción a partir de la microfotografía electrónica de barrido era $0,52 \mu\text{m}$.

(3) Resistencia a la flexión del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido:

Se midió la resistencia a la flexión en tres puntos a temperatura ambiente usando un método de ensayo de resistencia a la flexión como el descrito en la norma JIS R 1610.

(4) Dureza del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido:

Esto se midió con una carga de 9,807 N usando un método de ensayo de dureza Vickers como el descrito en la norma JIS R 1610.

(5) Transmitancia de la luz a través del material cerámico de alúmina policristalino traslúcido:

Como se hace referencia en la Figura 5, la muestra de material cerámico 3 preparada y pulida de manera que tenga un espesor de 1 mm se insertó entre las ranuras 2, 4 que tenían una abertura cuadrada de 10 mm x 10 mm, y luego se colocó en un medidor de iluminancia 5 ("LUXMETER LX 1334", fabricado por Custom K.K.) para ser irradiada mediante luz procedente de un lámpara halógena 1 (que tiene una temperatura de color de $5.226,85^\circ\text{C}$). La iluminancia medida sin la muestra (pieza de ensayo) colocada en el medidor de iluminancia se definió como 100, la iluminancia medida cerrando completamente el paso de luz se definió como 0. Como se muestra en la Figura 5, la iluminancia con la muestra 3 colocada en el medidor se determinó como la intensidad de la transmitancia de la luz a través del material cerámico.

(6) Longitud media de las caras:

Se midió la longitud de cada lado del polígono que aparece como una sección transversal de las partículas cristalinas en la superficie pulida, y se calculó el valor medio como la longitud de las caras definida en esta invención. El número de partículas cristalinas de alúmina usadas en la medida era de al menos 100.

(7) Transmitancia lineal de luz, transmitancia total de luz, y su relación:

En general, la transmitancia de luz de materiales cerámicos traslúcidos que transmiten luz se mide principalmente usando un espectrofotómetro disponible en el mercado (pero se puede requerir prestar atención a una comparación conjunta de los valores medidos con respecto a un material que tiene una transmitancia de difusión de luz). Por ejemplo, como se muestra en la Figura 7, se define una abertura angular θ de un detector por el tamaño de la ranura (si se usa una ranura circular, el radio r) y la distancia L entre la ranura y una pieza de ensayo traslúcida, y se miden la transmitancia lineal y la transmitancia total de la luz en las condiciones descritas a continuación.

La transmitancia se representa mediante la siguiente ecuación (1)

$$\text{Transmitancia } T = I/I_0 = (1-R)^2 \exp(-\mu X) \quad (1)$$

(en la que, I_0 es la intensidad de luz incidente, I = intensidad de luz transmitida, R = Reflectancia, X = espesor de la pieza de ensayo, μ = coeficiente de absorción aparente).

(8) Resistencia a la flexión a alta temperatura:

Se midió la resistencia a la flexión en tres puntos a 1000°C y 1200°C mediante el método de ensayo de resistencia a la flexión determinado por la norma JIS R 1604.

(9) Dureza a alta temperatura: Se midió la dureza Vickers a 1000°C en vacío con una carga de 9,807 N mediante el método de ensayo de dureza Vickers determinado por la norma JIS R 1623.

Tabla 1

Piezas de ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (% molar)	Temp.de cocción (°C)	Densidad primaria (g/cm ³)	Densidad relativa (%)	Temp. De HIP (°C)	Presión de HIP (kg/cm ²)	Densidad después de HIP (g/cm ³)	Densidad relativa Después de HIP
1	Ninguno	-	1200	3,73	93,5	1200	1000	3,75	94,0
2	Ninguno	-	1240	3,81	95,4	1200	1000	3,99	100,0
3	Ninguno	-	1250	3,86	96,7	1150	2000	3,99	100,0
4	Ninguno	-	1250	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
5	Ninguno	-	1270	3,88	97,2	1200	1000	3,99	100,0
6	Ninguno	-	1300	3,96	99,2	1200	1000	3,99	100,0
7	Ninguno	-	1400	3,97	99,5	1200	1000	3,99	100,0
8	Nb ₂ O ₅	0,10	1400	3,89	97,5	1300	1000	3,96	100,0
	SiO ₂	0,07							

ES 2 291 174 T3

TABLA 2

Pieza de ensayo	Tamaño medio de partículas (μm)	Relación media entre dimensiones	Resistencia a la flexión (Mpa)	Dureza (HV1)	Transmitancia de luz (%) (1 mm de espesor)
1	-	-	-	-	-
2	0,52	1,32	860	2130	70
3	0,52	1,30	870	2140	70
4	0,54	1,37	870	2140	65
5	0,55	1,35	850	2105	60
6	1,20	1,40	680	1950	40
7	1,77	1,38	620	1900	10
8	2,31	2,52	660	1750	Turbidez blanca

Las piezas de ensayo 1-8 están fuera del alcance de las reivindicaciones.

La densidad de la pieza de ensayo 1 era tan baja que, por esta razón, las medidas no se realizaron.

El valor de la transmitancia de luz en la Tabla 2 significa la relación en porcentaje de la luz total (I) transmitida a través del material cerámico traslúcido de 1 mm de espesor, en comparación (dividida) con la luz total (I_0) que penetra en el material cerámico traslúcido, y medida sin ninguna interferencia de la muestra 3, siendo determinada con el medidor de iluminancia (5) como se muestra en la Figura 5.

A partir de los resultados de ensayo de la Tabla 1 y la Tabla 2, como se observa por las piezas de ensayo 2-5 que tienen los tamaños medios de partículas de 0,5 a 0,6 μm , las relaciones medias entre dimensiones de 1,3 a 1,4, y las densidades de 3,99 g/cm^3 , se obtiene el producto cerámico de alúmina traslúcido que tiene un alta resistencia a la flexión y dureza. Además, se obtuvieron altos valores de 60 a 70% en la transmitancia de luz.

Ejemplo 2

En este ejemplo, se pulió la superficie de cada producto sinterizado, y se evaluó el grado de desprendimiento de partículas de la superficie y la rugosidad superficial después del pulido.

Se pulió la superficie de piezas de ensayos hechas con una dimensión de 6 (anchura) x 20 (longitud) x 4 (altura) mm a partir de los productos sinterizados 4, 5, 7 y 8 de la Tabla 1 y la Tabla 2, en las condiciones (1) de más adelante. Después del pulido en las condiciones (2) siguientes, se tomaron microfotografías ópticas sobre la superficie pulida a 100-400 aumentos desde al menos tres campos visuales, y luego se midieron las áreas de las partes con desprendimiento de partículas en los campos visuales. Se calculó la relación del área al área total pulida. Para la medida del área con desprendimiento de partículas se puede usar un analizador de imágenes. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

(1) Pulido en húmedo usando agua y materiales abrasivos que tienen un tamaño de partículas de aproximadamente 45 μm formados en una rueda de diamante (SD D45 J 100 B) durante un periodo de tiempo de 10 minutos.

(2) Pulido en húmedo usando aceite y materiales abrasivos de diamante que tienen un tamaño de partículas de 3 μm en un paño frotador durante un periodo de 10 minutos.

En la Figura 1 se muestran las microfotografías ópticas (100 aumentos) de la superficie pulida de la pieza de ensayo 4. Las partes negras de la fotografía son partes con desprendimiento de partículas. En la Figura 2 se muestra la imagen que resalta las partes con desprendimiento de partículas mediante un tratamiento de imagen haciendo énfasis en dos contrastes de datos. En la Figura 3 se muestra la microfotografía óptica (100 aumentos) de la superficie pulida de la pieza de ensayo 7 y, en la Figura 4 se muestra su imagen que resalta las partes con desprendimiento de partículas mediante el tratamiento de imagen haciendo énfasis en dos contrastes de datos.

Se midió la rugosidad superficial de cada producto sinterizado después del pulido, mediante un aparato de medida de rugosidad superficial (usando un medidor de rugosidad superficial de sistema de trazado regulado por la norma JIS B 0651) y se obtuvieron los valores de R_a y R_{max} según la norma JIS B 0601. En la medida, se usó una aguja que tenía una punta con un radio de 5 μm . Los resultados se muestran en la Tabla 3.

ES 2 291 174 T3

TABLA 3

Pieza de ensayo	Relación de áreas (%) de las partes con desprendimiento de partículas	Rugosidad superficial después del pulido	
		Ra (μm)	Rmax (μm)
4	0,02	0,004	0,077
5	0,04	0,005	0,079
7	20,56	0,033	0,749
8	4,27	0,021	0,504

Las piezas de ensayo 4-8 están fuera del alcance de las reivindicaciones.

A partir, de los resultados de la Tabla 3, se puede observar que las piezas de ensayo (4) y (5) tienen unas superficies muy lisas. Por otra parte, en la pieza de ensayo 7, la relación de áreas de las partes con desprendimiento de partículas era aproximadamente 20% y en la pieza de ensayo 8 las partículas que se desprendían de manera considerable eran aproximadamente el 4% de la relación de áreas. También, se puede observar que en las piezas de ensayo 7 y 8, Ra era al menos $0,02 \mu\text{m}$ y Rmax era al menos $0,50 \mu\text{m}$.

Ejemplo 3

En este Ejemplo 3, se evaluó la resistencia a la abrasión de cada producto sinterizado secundario del Ejemplo 2.

La resistencia a la abrasión se evaluó mediante una pérdida por abrasión (expresada como "profundidad erosionada" en la Tabla 4). La pérdida por abrasión se midió presionando el producto cerámico sinterizado contra una placa de rueda de diamante (SD D45 J 100 B) que tiene un tamaño de partículas de $45 \mu\text{m}$ con una presión en el plano de 1 kg/cm^2 durante 5 minutos. Este ensayo de abrasión se realizó con agua. El tamaño de la pieza de ensayo era 6 (anchura) x 20 (longitud) x 4 (altura) mm. Los resultados del ensayo se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 4

En este Ejemplo 4, se evaluó la durabilidad a la tensión por contacto de cada producto cerámico sinterizado secundario del Ejemplo 2.

Se verificó el daño causado empujando una bola de acero que tiene un diámetro de 9,5 cm hacia la superficie pulida del producto cerámico sinterizado de manera que se determinaba la carga mínima que causa un daño tal como una grieta, con el aumento de la carga. Los resultados se muestran en la Tabla 4. La carga se aumentó hasta 4903,5 N, y cuando no se produce ningún daño en la superficie, el caso se determinó como más de 4903,5 N como se muestra en la Tabla 4.

TABLA 4

Pieza de ensayo	Profundidad erosionada (μm)	Carga que produjo daños (N)
4	15	>4903,5
5	18	>4903,5
*7	320	3922,8
*8	390	196,140

Las piezas de ensayo 4-8 están fuera del alcance de las reivindicaciones.

A partir de los resultados de la Tabla 4, se puede observar que, puesto que las profundidades erosionadas formadas en las piezas de ensayo (4) y (5) son sólo de aproximadamente 15 a $18 \mu\text{m}$, los productos sinterizados secundarios tienen una excelente resistencia a la abrasión.

ES 2 291 174 T3

Además, se puede observar también por las piezas (4) y (5) que, puesto que la carga que produce daños es superior a 4903,5 N, la durabilidad a la tensión por contacto es también notablemente alta. El material cerámico de alúmina translúcido según la invención encuentra diversos usos tales como rodamientos (incluyendo bolas), miembros de deslizamiento y herramientas de corte sobre los que se aplica una gran tensión por contacto.

5 Ejemplo 5

10 En este Ejemplo 5, se investigó la correlación entre la longitud media de las caras de las partículas cristalinas de alúmina sinterizadas en el material cerámico policristalino translúcido y la transmitancia de luz a través de dicho material cerámico policristalino translúcido.

15 Se mezcló un polvo de alúmina que tiene el mismo tamaño medio de partículas y pureza descritos en el Ejemplo 1 con cada uno de los aditivos de óxidos metálicos como se muestra en la Tabla 5, de manera que se formó un cuerpo moldeado (o sin cocer). Luego el cuerpo sin cocer se calentó (o se coció) a una temperatura descrita en la Tabla 5, de manera que se preparó un producto sinterizado primario al cual se le aplicó después la HIP a la temperatura y bajo la presión respectivamente descritas en la Tabla 5. Las otras condiciones eran las mismas que en el Ejemplo 1.

20 En cada material cerámico de alúmina translúcido así obtenido, se midió la densidad primaria y la densidad después del tratamiento de HIP como en el Ejemplo 1, y además, se midieron la longitud media de las caras de las partículas cristalinas de alúmina formadas en el interior del material cerámico, la transmitancia de luz total, la transmitancia de luz lineal del material cerámico de alúmina translúcido y la relación (transmitancia de luz lineal/transmitancia de luz total), mediante el modo descrito también en el Ejemplo 1, excepto para la condición de medida siguiente. Cada uno de los productos sinterizados se pulió como un espejo y, después de aplicar térmicamente un ataque químico sobre su superficie, se tomó una microfotografía electrónica de barrido sobre dicha superficie. A partir de la fotografía, se calcularon el tamaño medio de partículas y la relación media entre dimensiones de las partículas cristalinas de Al_2O_3 sinterizadas formadas en su interior mediante el método de intercepción, basado en al menos 100 piezas de las partículas. Los resultados se muestran en la Tabla 5 y en la Tabla 6.

30 *Condiciones de medida de transmitancia de luz*

Fuente de luz: lámpara halógena (que emite luz blanca con temperatura de color de 2.826,85°C) equipada con un filtro de corte infrarrojo (longitudes de onda de corte más de 800 nm).

35 Transmitancia lineal: $L = 400$ mm, $r = 3$ mm ($\theta = 1^\circ$)

Transmitancia total: $L = < 1$ mm, $r = 10$ mm ($\theta = 90^\circ$)

Espesor de la pieza de ensayo: 0,5 mm.

40 Estado de la superficie de la pieza de ensayo: con el fin de retirar las influencias causadas por la reflexión y dispersión en la superficie y para determinar las características del material *per se*; la superficies lisa de la pieza de ensayo se pule como un espejo de manera que Ra llegue a tener un valor de $0,02 \mu\text{m}$ o inferior.

45

(Tabla pasa a página siguiente)

50

55

60

65

Tabla 5

Piezas de ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (% molar)	Temp. de cocción (°C)	Densidad primaria (g/cm ³)	Densidad relativa (%)	Temp. de HIP (°C)	Presión de HIP (kg/cm ²)	Densidad después de HIP (g/cm ³)	Densidad relativa Después de HIP
4*	Ninguno	-	1250	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
9*	MgO	0,10	1240	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
10	Y ₂ O ₃	0,05	1320	3,82	95,7	1300	1000	3,99	100,0
11	Yb ₂ O ₃	0,05	1320	3,86	96,7	1300	1000	3,99	100,0
12	ZrO ₂	0,05	1280	3,85	96,5	1270	1000	3,99	100,0
*13	Ninguno	-	1250	3,86	96,7	1500	1000	3,99	100,0

El símbolo (*) indica piezas de ensayo fuera del alcance de la invención.

TABLA 6

Pieza de ensayo	Tamaño medio de partículas (μm)	Longitud media de las caras (nm)	Transmitancia total (%)	Transmitancia lineal (%)	Transmitancia lineal/transmitancia total (%)
4*	0,54	330	72	23	32
9*	0,50	300	75	40	53
10	0,52	270	78	42	54
11	0,50	250	78	27	35
12	0,48	220	73	25	34
*13	4,00	2200	79	4	5

El símbolo (*) indica piezas de ensayo fuera del alcance de la invención.

Como se observa de las Tablas 5 y 6, cuando la longitud media de las caras disminuye drásticamente, comparado con la pieza de ensayo 13, la relación de transmitancia lineal a transmitancia total, la cual indica el grado de transparencia del material cerámico, llega a ser notablemente tan alta como 0,3 (30%) - 0,6 (60%).

Ejemplo 6

En el Ejemplo 6, se investigó la correlación del tipo y cantidad de óxido metálico contenido en el material cerámico de alúmina traslúcido con la resistencia y dureza del mismo a cada temperatura.

Se mezcló un polvo de alúmina que tenía un tamaño medio de partículas de $0,22 \mu\text{m}$ y una pureza de al menos 99,99% con una variedad de polvo de materiales puros como se muestra en la Tabla 7 y se preparó como en el Ejemplo 1 para formar cuerpos cerámicos sin cocer, y dichos cuerpos se cocieron a la temperatura descrita en la Tabla 7. Al producto primario sinterizado se le aplicó la HIP a la temperatura y con la presión descritas en la Tabla 7. Las otras condiciones para la cocción y el tratamiento de HIP eran las mismas que en el Ejemplo 1.

Sobre cada uno de los materiales cerámicos de alúmina traslúcidos así obtenidos, se midieron la densidad primaria, la densidad después de la HIP, y la resistencia a la flexión y la dureza Vickers de material cerámico de alúmina traslúcido a temperatura ambiente de forma similar a la explicada en el Ejemplo 1, y además, se midieron la resistencia a la flexión y la dureza Vickers a una alta temperatura mediante el método descrito a continuación. El producto sinterizado se pulió como un espejo, y después de aplicarle térmicamente un ataque químico, se tomó una microfotografía electrónica de barrido. A partir de la fotografía, se calculó el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas de alúmina mediante un método de intercepción. Los resultados se muestran en las Tablas 7 y 8.

(Tabla pasa a página siguiente)

Tabla 7

Piezas de ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (% molar)	Temp. de cocción (°C)	Densidad primaria (g/cm ³)	Densidad relativa (%)	Temp. de HIP (°C)	Presión de HIP (kg/cm ²)	Densidad después de HIP (g/cm ³)	Densidad relativa Después de HIP
10	Y ₂ O ₃	0,05	1320	3,82	95,7	1300	1000	3,99	100,0
11	Yb ₂ O ₃	0,05	1320	3,86	96,7	1300	1000	3,99	100,0
12	ZrO ₂	0,05	1280	3,85	96,5	1270	1000	3,99	100,0
14	Sc ₂ O ₃	0,05	1240	3,84	96,2	1200	1000	3,99	100,0
15	La ₂ O ₃	0,05	1340	3,87	97,0	1300	1000	3,99	100,0
16	Dy ₂ O ₃	0,05	1320	3,83	96,0	1300	1000	3,99	100,0
17	Lu ₂ O ₃	0,05	1320	3,88	97,2	1300	1000	3,99	100,0
18	Yb ₂ O ₃	0,02	1280	3,87	97,0	1270	1000	3,99	100,0
19	Yb ₂ O ₃	0,20	1320	3,83	95,8	1300	1000	4,00	100,0
20	Yb ₂ O ₃	1,00	1340	3,88	95,3	1300	1000	4,07	100,0
21	Yb ₂ O ₃	2,00	1360	4,09	98,3	1340	1000	4,16	100,0
22	Y ₂ O ₃	0,20	1320	3,85	96,3	1270	1000	4,00	100,0
23	Dy ₂ O ₃	0,20	1320	3,86	96,5	1270	1000	4,00	100,0
*4	Ninguno	-	1250	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*9	MgO	0,10	1240	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*24	TiO ₂	0,10	1240	3,86	96,7	1200	1000	3,99	100,0
*25	Yb ₂ O ₃	0,01	1280	3,87	97,0	1270	1000	3,99	100,0
*26	Yb ₂ O ₃	3,00	1380	4,16	98,1	1340	1000	4,24	100,0

El símbolo (*) indica piezas de ensayo fuera del alcance de la invención.

Tabla 8

Piezas de ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (% molar)	Tamaño medio de partículas (μm)	Resistencia a la flexión en tres puntos (Mpa)			Dureza (HVI)	
				Temperatura ambiente	1000°C	1200°C	Temperatura ambiente	1000°C
10	Y ₂ O ₃	0,05	0,52	830	590	520	2120	970
11	Yb ₂ O ₃	0,05	0,50	860	610	560	2110	980
12	ZrO ₂	0,05	0,48	820	580	550	2110	920
14	Sc ₂ O ₃	0,05	0,52	850	590	560	2110	980
15	La ₂ O ₃	0,05	0,53	840	590	550	2100	930
16	Dy ₂ O ₃	0,05	0,48	830	590	550	2110	930
17	Lu ₂ O ₃	0,05	0,49	830	590	550	2110	980
18	Yb ₂ O ₃	0,02	0,48	840	590	560	2110	850
19	Yb ₂ O ₃	0,20	0,50	860	600	560	2170	1090
20	Yb ₂ O ₃	1,00	0,49	860	610	570	2170	1100
21	Yb ₂ O ₃	2,00	0,48	810	560	500	2010	910
22	Y ₂ O ₃	0,20	0,49	870	580	550	2110	1040
23	Dy ₂ O ₃	0,20	0,49	860	580	550	2120	1040
*4	Ninguno	-	0,54	870	580	230	2140	750
*9	MgO	0,10	0,50	860	580	240	2120	770
*24	TiO ₂	0,10	0,52	840	590	230	2120	770
*25	Yb ₂ O ₃	0,01	0,49	850	580	240	2110	790
*26	Yb ₂ O ₃	3,00	0,48	740	490	400	1920	820

El símbolo (*) indica las piezas de ensayo que están fuera del alcance de la invención.

ES 2 291 174 T3

Como se observa a partir de las piezas (10) a (12) y (14) a (23) en las Tablas 7 y 8, dichas piezas tienen unas altas y excelentes resistencia y dureza, no sólo a temperatura ambiente sino también a 1000°C - 1200°C.

Ejemplo 7

5

En este ejemplo, se realizó un ensayo para comprobar si el material cerámico de alúmina policristalino translúcido se puede usar para una punta de una herramienta de corte.

10

Las puntas de herramientas de corte se prepararon a partir de productos cerámicos de alúmina translúcidos preparados de forma similar a la descrita en anteriores Ejemplos, de manera que se obtenía el material cerámico sinterizado hecho de partículas de alúmina y óxido metálico como se muestra en la Tabla 9.

15

Los productos sinterizados se moldearon en forma de puntas de herramientas de corte (SNN434-TNF) las cuales se ensayaron bajo las siguientes condiciones de corte. Los resultados del ensayo se muestran en la Tabla 10.

Condiciones de ensayo de corte

Lubricante: ninguno (en seco)

20

Pieza metálica para cortar: hierro colado

Velocidad de corte: 1000 m/min, alimentación 0,3mm/rev.

25

Profundidad de corte: 2 mm

Soporte para punta: C16L-44.

30

Como referencia adicional, se comprobó la transmitancia de luz total de los productos cerámicos de alúmina policristalinos translúcidos de la misma forma que la descrita en el Ejemplo 1. Los productos cerámicos comprobados tenían 0,5 mm de espesor y estaban pulidos como un espejo ($Ra < 0,02 \mu m$). Los datos se muestran en la Tabla 10.

35

Como se confirma por los datos mostrados en la Tabla 10, el material cerámico de Al_2O_3 policristalino translúcido que contiene el óxido metálico como aditivo según la invención, puede funcionar excelentemente cuando se usa como un material para herramientas de corte.

40

(Tabla pasa a página siguiente)

45

50

55

60

65

Tabla 9

Pieza de ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (% molar)	Temp. de cocción (°C)	Densidad primaria (g/cm ³)	Temp. de HIP (°C)	Presión de HIP (kg/cm ²)	Densidad después de HIP (g/cm ³)	Densidad relativa Después de HIP
11	Yb ₂ O ₃	0,05	1320	3,86	1300	1000	3,99	100,0
27	Yb ₂ O ₃	0,05	1320	3,86	1360	1000	3,99	100,0
28	ZrO ₂	2,6	1550	3,96	1450	1500	4,03	99,8
29	ZrO ₂	7,3	1550	4,02	1450	1500	4,10	99,8

Tabla 10

Pieza de Ensayo	Aditivo	Cantidad de aditivo (%molar)	Tamaño medio de partículas (µm)	Resistencia (Mpa)		Dureza (HVI)		Distancia De corte (m)	Transmitancia total (%)
				Temperatura ambiente	1000°C	Temperatura ambiente	1200°C		
11	Yb ₂ O ₃	0,05	0,50	860	560	2110	980	1293	78
27	Yb ₂ O ₃	0,05	1,00	790	500	1980	930	871	80
28	ZrO ₂	2,60	1,50	690	-	1640	690	26	25
29	ZrO ₂	7,30	1,00	740	-	1700	740	619	2

REIVINDICACIONES

1. Un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido para transmitir luz a través del mismo, comprendiendo
5 dicho material cerámico partículas cristalinas, **caracterizado** porque:

la longitud media de las caras de las partículas cristalinas no es mayor que la longitud de onda máxima de la luz,
es decir, 780 nm, que se va transmitir a través de dicho material cerámico policristalino; estando la longitud media de
10 las caras definida como un valor medio de las longitudes de los lados que forman los polígonos que aparecen en las
secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico, y

en el que el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas no es superior a $1\ \mu\text{m}$; y la relación media entre
dimensiones de las partículas cristalinas es de 1 a 1,5,

15 comprendiendo además dicho material cerámico policristalino traslúcido un óxido metálico en una cantidad de
0,02 a 2% molar, uniendo el óxido las partículas cristalinas en el interior del material cerámico, en el que dicho óxido
metálico es un óxido de uno o más metales seleccionados de los metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la
Tabla Periódica, excluyendo el Ti.

20 2. Un material cerámico policristalino traslúcido según la reivindicación 1, en el que sustancialmente todas las
longitudes de las caras de las partículas cristalinas no son superiores a la longitud de onda máxima de la luz que va
a ser transmitida a través de dicho material cerámico, estando definida la longitud de las caras como una longitud
de un lado del polígono que aparece en una sección transversal de una partícula cristalina contenida en el material
cerámico.

25 3. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que:

la longitud media de las caras de las partículas cristalinas no es superior a 700 nm; la densidad del material cerámico
30 policristalino traslúcido no es inferior a $3,98\ \text{g/cm}^3$; la resistencia a la flexión del material cerámico policristalino
traslúcido es superior a 750 Mpa; y la dureza Vickers del material cerámico policristalino traslúcido es superior a
1900.

35 4. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que

el óxido metálico se selecciona de uno o más de los óxidos del grupo de Y_2O_3 , Yb_2O_3 , ZrO_2 , Sc_2O_3 , La_2O_3 , Dy_2O_3 ,
 Lu_2O_3 .

40 5. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el
óxido metálico es Y_2O_3 , Yb_2O_3 , o una de sus mezclas.

6. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que dicho material cerámico policristalino no contiene sustancialmente magnesia (MgO).

45 7. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que el tamaño medio de partículas de las partículas cristalinas es $0,3\text{-}0,1\ \mu\text{m}$; la resistencia a la flexión del material
cerámico policristalino traslúcido es al menos 500 MPa medida a una temperatura de 1000°C ; y la dureza Vickers del
material cerámico policristalino traslúcido es al menos 850 medida a una temperatura de 1000°C .

50 8. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que

más del 50% de la luz que tiene una longitud de onda de 380-780 nm puede ser transmitida a través del material
55 cerámico policristalino traslúcido cuando dicho material cerámico policristalino traslúcido tiene un espesor de 1 mm.

9. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el
que

60 más del 60% de la luz que tiene una longitud de onda de 380-780 nm se puede transmitir a través del material
cerámico policristalino traslúcido cuando dicho material cerámico policristalino traslúcido tiene un espesor de 0,5
mm.

10. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que
65 tiene una relación de transmisión de luz en línea recta de al menos 0,3 a 30% en porcentaje, en el que

la relación de transmisión de luz en línea recta se determina dividiendo la intensidad de luz transmitida a través
del material cerámico sin que se disperse más de 0,5 grados por la intensidad de la luz que penetra en dicho material

ES 2 291 174 T3

cerámico, teniendo dicho material cerámico un espesor de 0,5 mm y teniendo la luz una longitud de onda de 380-780 mm.

5 11. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que

se pule una superficie del material cerámico policristalino traslúcido hasta tal grado que la rugosidad superficial en línea central (Ra) es de 0,002 a 0,020 μm y la altura máxima de la rugosidad superficial (Rmax) es inferior a 0,30 μm en la superficie pulida de dicho material cerámico policristalino traslúcido.

10 12. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que

dicho material cerámico policristalino traslúcido está pulido, y la relación de área superficial vacía causada por el desprendimiento de partículas cristalinas al área superficial pulida total no es superior al 1%.

13. Un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicho material cerámico es incoloro.

20 14. Un tubo exterior para una lámpara de sodio, que comprende un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.

25 15. Una herramienta de corte que tiene un borde formado por una superficie de ataque y una superficie de incidencia, y que comprende un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

16. Un componente electrónico para usar a una alta frecuencia, que comprende un material dieléctrico que es un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

30 17. Un rodamiento en el que se usa un material cerámico policristalino traslúcido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

35 18. Un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido capaz de transmitir luz a través de dicho material cerámico, **caracterizado** porque comprende las etapas de:

formar un cuerpo cerámico sin cocer a partir de una mezcla en polvo que comprende un polvo cristalino de Al_2O_3 que tiene un tamaño medio de partículas de menos de 1,0 μm y una pureza de al menos 99,99% y 0,2-2% molar de un polvo de óxido de metales seleccionados de los metales pertenecientes a los grupos IIIA y IVA de la Tabla Periódica, excluyendo el Ti;

40 cocer el cuerpo cerámico sin cocer para formar un producto sinterizado primario que tiene una densidad de 3,77 a 3,91 g/cm^3 ;

y aplicar una presión isostática en caliente al producto sinterizado primario de manera que se forma un producto sinterizado secundario que tiene una densidad de al menos 3,98 g/cm^3 y que tiene una longitud media de las caras de menos de 780 nm, estando la longitud media de las caras definida como el valor medio de las longitudes de los lados que forman polígonos que aparecen en las secciones transversales de las partículas cristalinas que constituyen el material cerámico.

50 19. Un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido según la reivindicación 18, en el que el tamaño medio de partículas del polvo cristalino es inferior a 0,5 μm y la longitud media de las caras del producto sinterizado secundario es inferior a 700 nm.

55 20. Un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido según la reivindicación 18 ó 19, en el que:

el producto sinterizado primario tiene una densidad relativa de 94,5 a 98,0% y el producto sinterizado secundario tiene una densidad relativa de sustancialmente 99,8%.

60 21. Un método para preparar un material cerámico de alúmina policristalino traslúcido según la reivindicación 18 ó 19, en el que

el producto sinterizado primario tiene una densidad relativa de 94,5 a 98,0% y el producto sinterizado secundario tiene una densidad relativa de sustancialmente 100%.

65 22. Un método para preparar un material cerámico de alúmina traslúcido según la reivindicación 18, 19, 20 ó 21, en el que:

ES 2 291 174 T3

una temperatura de cocción aplicada al cuerpo de material cerámico sin cocer es de 1225 a 1275°C, una temperatura durante el prensado isostático en caliente es de 1100 a 1250°C y la presión isostática en caliente es de 500 a 2000 kg/cm².

- 5 23. Un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido según la reivindicación 18, 19, 20 ó 21, en el que:

10 una temperatura de cocción aplicada al cuerpo de material cerámico sin cocer es de 1225 a 1360°C, una temperatura durante el prensado isostático en caliente es de 1100 a 1350°C y una presión de la presión isostática en caliente es de 500 a 2000 kg/cm².

24. Un método para preparar un material cerámico policristalino traslúcido según la reivindicación 19, en el que el polvo cristalino de Al₂O₃ tiene una pureza de más de 99,99%.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Fig.1

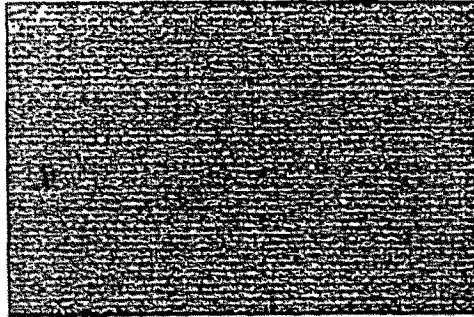


Fig.2

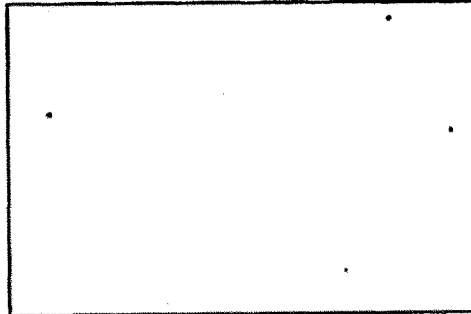


Fig.3

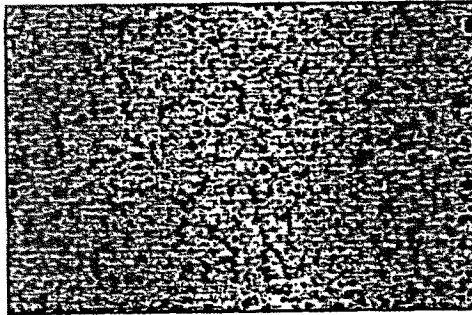


Fig.4

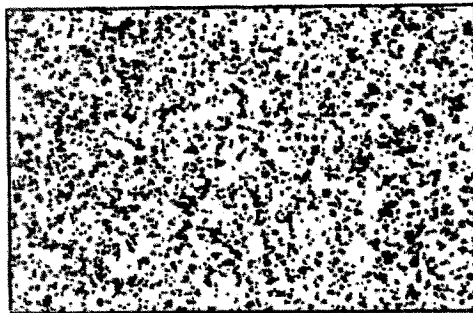


Fig. 5

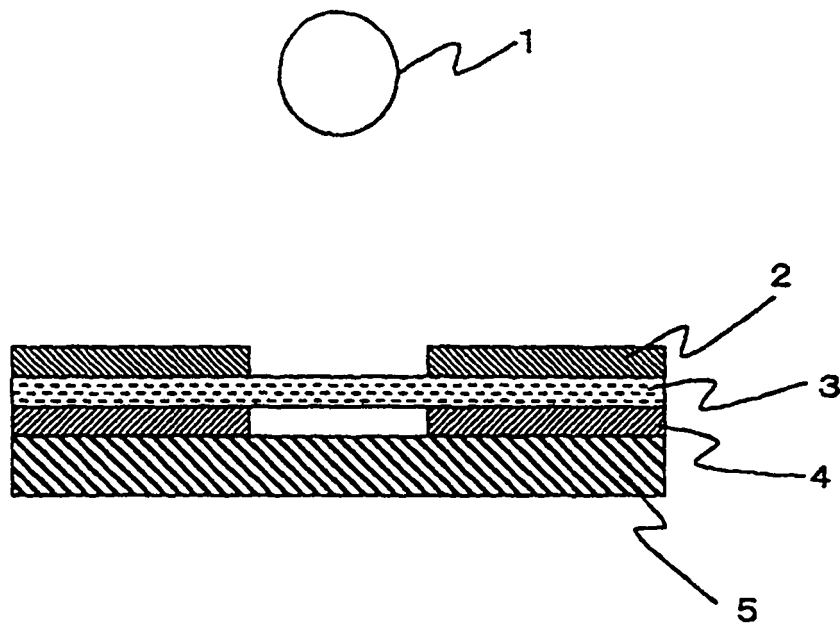


Fig. 6 (a)

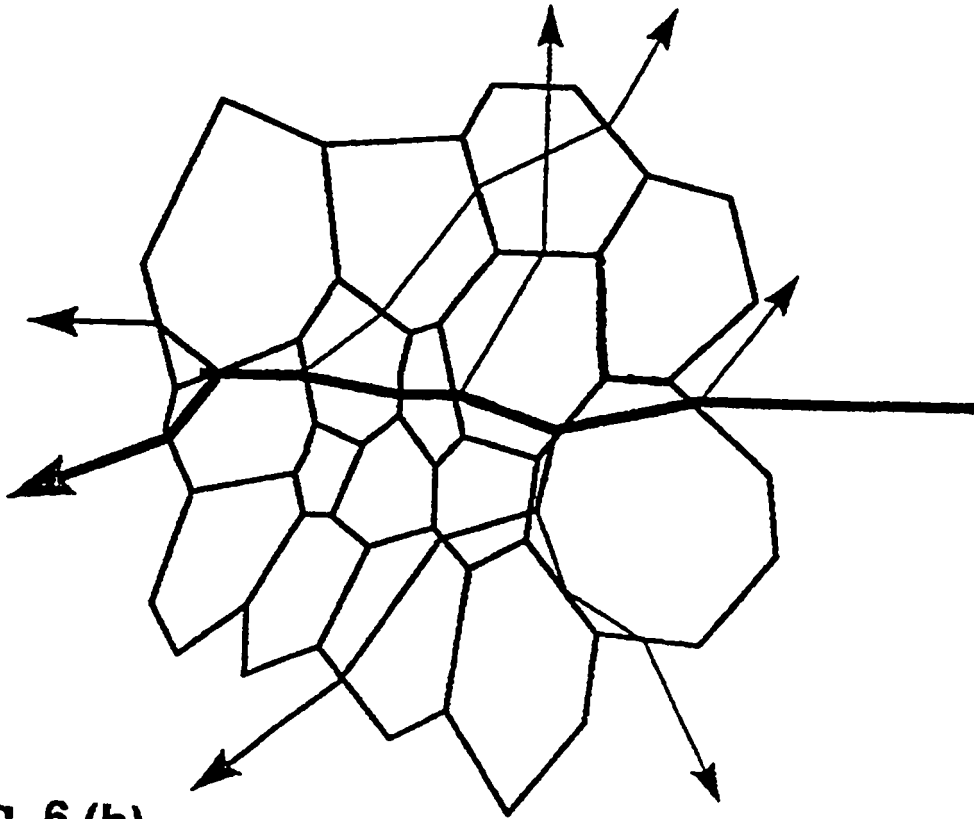


Fig. 6 (b)

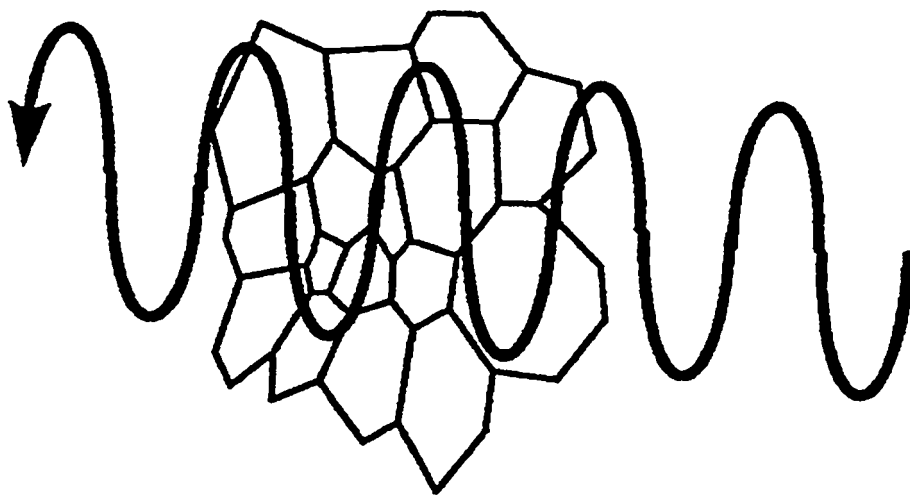


Fig. 7

