

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810012286.X

[43] 公开日 2010 年 1 月 20 日

[51] Int. Cl.
C04B 35/505 (2006.01)
C04B 35/622 (2006.01)

[11] 公开号 CN 101628812A

[22] 申请日 2008.7.14

[21] 申请号 200810012286.X

[71] 申请人 东北大学

地址 110004 辽宁省沈阳市和平区文化路 3
号巷 11 号

[72] 发明人 戴文斌 王新丽 于景坤

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

一种制备致密氧化钇陶瓷的方法

[57] 摘要

本发明涉及陶瓷制备技术，具体为一种制备致密氧化钇陶瓷的方法。处理方法为添加 0 - 20mol% 烧结助剂，在 1100°C - 1800°C 加热后便可得到相对密度大于 92% 的致密氧化钇陶瓷。本技术的特点在于：添加少量烧结助剂，较低加热温度下获得致密氧化钇陶瓷材料。

1、一种制备致密氧化钇陶瓷的方法，包括原料的选择、烧结助剂选择、烧结助剂添加量及制备方法。其特征在于：

- A：原料选择：各种含钇的物质，如氧化钇、硝酸钇、氯化钇等；
- B：烧结助剂选择：各种含硅、钙等元素的物质，如二氧化硅、六氟硅酸钠、氧化钙、碳酸钙、硝酸钙等；
- C：烧结助剂添加量：含硅、钙元素物质的含有量为 0-20mol%；
- D：制备方法：能够溶解于水的含钇物质采用两步法制备氧化钇陶瓷，不溶于水的含钇物质采用直接烧结法制备氧化钇陶瓷。

2、按照权利要求 1 所述的致密氧化钇陶瓷的方法，其特征在于：采用添加 0-20mol% 烧结促进剂，在 1100℃-1800℃ 烧结后便可得到相对密度大于 92% 的致密氧化钇陶瓷。

一种制备致密氧化钇陶瓷的方法

技术领域:

本发明涉及陶瓷制备技术，具体为一种制备致密氧化钇陶瓷的方法。

背景技术:

我国氧化钇储量为 72 万吨，是世界上储量最最丰富的国家。开发和利用氧化钇不仅能够加大我国丰富的氧化钇资源的开发和利用，而且能够改善我国氧化钇的生产与消费结构，增强我国与世界发达国家在新材料开发和利用上的竞争力。

另一方面，钛和钛合金是极其重要的结构和功能材料，在航空、航天、车辆工程、生物医学工程等领域具有非常重要的应用价值和广阔的应用前景。另外，钛和钛合金铸件以其较高的成形灵活性和较低的制造成本，倍受国内外研究者们的广泛关注。然而，由于熔融状态下钛具有很高的化学活性，在铸造过程中很容易与耐火材料发生化学反应，使铸件的表面质量恶化、力学性能降低，所以钛和钛合金的熔炼和铸造难度较高，提高耐火材料的抗侵蚀性能对钛工业的发展举足轻重。虽然石墨、金属氧化物(氧化锆、氧化钙、氧化钇等)等耐火材料能基本满足要求，但是主要存在两方面缺陷：一方面是在铸件表面生成反应层，影响铸件的表面质量；另一方面是在熔炼和铸造过程中由于化学侵蚀，耐火材料的性能下降、使用寿命降低。这些缺陷都集中在耐火材料和熔融钛的界面上，所以研究钛和钛合金与耐火材料的界面反应用于改善钛和钛合金铸件的性能、提高耐火材料的使用寿命是非常有意义的。研究表明，氧化钇与钛及钛合金的反应非常小，是一种性能优异的钛合金熔炼和铸造用耐火材料。但是氧化钇熔点较高，难以制备致密的氧化钇陶瓷材料，氧化钇坩埚在钛工业上的应用极少，所以制备致密氧化钇陶瓷具有非常重要的意义。

发明内容：

本发明采用添加烧结助剂方法，1000℃-1800℃下加热可制备致密的氧化钇陶瓷。根据氧化钇来源的不同，实施方法可以分为两种：

(1) 直接烧结法

以氧化钇粉末为原料，将烧结助剂和氧化钇粉末混匀成型后，1300℃-1800℃下加热即可获得致密氧化钇陶瓷。

A：氧化钇粉末：粒径 0-500μm，纯度 80-99.9wt%；

B：烧结助剂：含有钙、硅等元素的物质，如氧化钙、氧化硅、碳酸钙等；

C：烧结助剂添加量：含钙、硅等元素物质的含有量为 0-20mol%；

D：烧结制度：既可采用直接加热和冷却的方法，也可采用低温预热后高温烧结，然后低温继续加热的烧结制度。其中，高温加热的温度为 1300℃-1800℃；

E：氧化钇陶瓷密度：大于 92%。

(2) 两步法

将溶于水的含钇物质和含有烧结助剂成分的物质溶解于水或者醇-水溶液，利用共沉淀等方法获得纳米级的粉末原料；或者采用燃烧合成法制备纳米级粉末。在一定条件下将纳米粉末成型后 1000℃-1800℃加热即可获得致密氧化钇陶瓷：

A：含钇物质：柠檬酸钇或能够溶于水的硝酸钇、氯化钇等物质；

B：烧结助剂：含硅、钙等元素的物质，如硝酸钙、六氟硅酸钠、氯化钙等；

C：烧结助剂添加量：含钙、硅等元素物质的含有量为 0-20mol%；

D：纳米粉末获得方法：可以采用共沉淀法、水热法，溶胶-凝胶法等方法，也可采用燃烧合成法；

E：烧结制度：既可采用普通烧结方法，也可采用低温预热后高温烧结，然后低温继续加热的烧结制度。其中，高温加热的温度为 1000℃-1800℃；

F：氧化钇陶瓷密度：大于 95%。

本发明具有如下优点：

1. 在较低烧结温度下制备致密的氧化钇陶瓷，既节能环保，又提高了生产效率。
2. 方法二能够精确控制烧结助剂的含量，使它们非常均匀的分散，获得纳米

级原料。利用该原料 1000℃以上加热后便可获得致密氧化钇陶瓷。

3. 工艺简单，设备投资少，有利于工业化大规模生产。

具体实施方式：

实施例 1

以平均粒径为 1 μm 的氧化钇粉末为原料，添加 1mol% 平均粒径为 1 μm 的 CaO 粉末，利用玛瑙碾钵将原料充分混匀后，用金属模具在 100MPa 的压力下成型。然后将试样置于 MoSi₂ 电阻炉中 1600℃加热 3h，即可获得相对密度为 97% 的致密氧化钇陶瓷。

实施例 2

在硝酸钇中添加 1mol% 硝酸钙，然后将混合试剂加入醇-水比为 5:1 的醇水溶液中并完全溶解。在强力搅拌的条件下，缓慢加热至 75℃后保持一段时间，然后缓慢的滴加氨水直至溶液中的 pH 值大于 9。利用去离子水和酒精清洗后，将获得的物质完全干燥后 400℃煅烧即可获得纳米级的粉末。用金属模具将粉末在 100MPa 的压力下成型。然后将试样置于 MoSi₂ 电阻炉中 1300℃加热 3h，即可获得相对密度为 97% 的致密氧化钇陶瓷。