



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103253936 A

(43) 申请公布日 2013.08.21

(21) 申请号 201310206158.X

(22) 申请日 2013.05.29

(71) 申请人 湖南华联特种陶瓷有限公司  
地址 412007 湖南省株洲市天元区中小企业  
促进园 A2 栋

(72) 发明人 张亮 李顺禄

(74) 专利代理机构 上海硕力知识产权代理事务  
所 31251

代理人 王法男

(51) Int. Cl.

C04B 35/48 (2006.01)

C04B 35/632 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

权利要求书2页 说明书4页

(54) 发明名称

一种钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球配方及其制造方法

(57) 摘要

一种钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球配方及其制造方法,采用钇稳定氧化锆中掺杂部分麦饭石,保有麦饭石的保健功效。采用专用的胶体配方,先干粉低压预压,再以等静压高压成型,经 1400-1530℃ 高温烧结,再经研磨抛光,即得本发明所得产品。所述制造工艺流程为:钇稳定氧化锆浆料或未加胶粉体+麦饭石超细粉体(配比)——球磨均化——搅拌磨(加入专用配方胶体)——喷雾干燥制粒——预压——等静压——烧结——磨加工——抛光——钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球。另本发明选择钇稳定氧化锆不掺杂麦饭石,其他工艺不变,即可生产钇稳定氧化锆陶瓷轴承球。所得产品三点弯曲强度 $\geq 600\text{MPa}$ ; 断裂韧性 $\geq 10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,硬度(Hv) $\geq 1500\text{GPa}$ 。

1. 一种钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球,其特征在于:所述的保健球为钇稳定氧化锆掺杂麦饭石标准球。

2. 根据权利要求1所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球,其特征在于:所述钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球中钇稳定氧化锆与麦饭石的配方比例为100份:(0.5-50)份。

3. 根据权利要求1或2所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球,其特征在于:所述钇稳定氧化锆为浆料,或外购未加胶钇稳定氧化粉料,所用钇稳定氧化锆粉体或浆料颗粒直径D50小于0.5微米,麦饭石粉体粒径小于2微米。

4. 一种用于制作如权利要求1~5中任一项所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:

所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球制造工艺步骤为:

钇稳定氧化锆浆料或者是未加胶体系统的钇稳定氧化锆粉体+麦饭石超细粉体、球磨均化、搅拌磨、喷雾干燥制粒、预压、等静压、烧结、磨加工、抛光、钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球;

所述的球磨均化是将钇稳定氧化锆浆料或粉料与麦饭石粉料混合料放入球磨机粉碎,混合,均化;可按照100份重量混合料干料加水40-60份重量,研磨介质以氧化锆球为佳,也可用氧化锆增韧氧化铝(ZTA)球次之,球磨24小时以上;

所述的搅拌磨是将已球磨均化的混合料浆加入胶体转到搅拌磨中搅拌磨;

所述的喷雾干燥制粒,是将在搅拌磨加胶后的浆料,在喷雾干燥塔中干燥,控制在全过60目筛至100目筛,所得粉料含水量控制在0.5%以内;

所述的预压,是以普通油压机或全自动(TPA)干粉压机,预先压制成球型;

所述烧结是指经等静压后的坯体,用电窑或液化气窑经1400℃-1530℃高温氧化气氛烧结;

所述的研磨加工是将烧结好的坯体放在研磨加工装置上进行球形研磨加工;

所述抛光是将研磨加工好后的坯体放入抛光介质中,以专用设备抛光,使产品表面光洁。

5. 根据权利要求6所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:所述钇稳定氧化锆与麦饭石的胶体配方为,按照所述钇稳定氧化锆与麦饭石的配方料干料的重量100份计算,额外加0.5-1.5份的聚乙二醇(PEG),0.1-1.0份的硬酯酸,0.5-1.0份的阿拉伯树胶,0.3份的消泡剂,1.0-2.0份聚乙烯醇(PVA),加胶过程中聚乙烯醇(PVA)最后加入,边搅拌边缓慢加入。

6. 根据权利要求6所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:所述的预压采用干压机以压强为5-50公斤/平方厘米的压力预压成型,所述预压压制速度,由普通的7-11件/分钟的压制频率降至1-6件/分钟,加长保压时间。

7. 根据权利要求6所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:所述的等静压为湿式等静压,预压后的球状坯体先装入乳胶袋中装入等静机的工作液中,经120-160兆帕(MPa)的高压等静压。

8. 根据权利要求9所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:干压模具的上冲头正中顶部留排气孔,或者在模具的上冲头周边开对称布置的排气槽,或者顶部和周边两部分同时在模具的上冲头开排气孔或槽,所述排气孔,内大外小呈锥形。

9. 根据权利要求 1 所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法,其特征在于:所述材料可更换为纯钇稳定氧化锆、钙稳定氧化锆、镁稳定氧化锆、铈稳定氧化锆、或混合稳定氧化锆、氮化铝或碳化硅。

10. 如权利要求 6 ~ 15 所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球的制造方法制备陶瓷轴承球,其特征在于:选择钇稳定氧化锆不掺杂麦饭石,其他工艺不变,可生产钇稳定氧化锆陶瓷轴承球。

## 一种钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球配方及其制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于一种保健按摩用的陶瓷新材料结构部件及其制造方法,具体说是一种陶瓷保健按摩器械用球或者轴承标准球配方及其制造方法,因氧化锆的化学惰性,对麦饭石主要起包裹作用,不影响麦饭石的保健功效,所得产品主要用于高端保健按摩器械中,而不掺杂麦饭石的钇稳定氧化锆标准球,可以应用于陶瓷轴承。

### 背景技术

[0002] 本发明有两个技术背景:保健按摩功效和陶瓷轴承球。

[0003] 保健行业目前在国内外方兴未艾,市场很大,发展潜力也巨大。其中保健按摩器械更是深受广大民众所乐于接受,更环保,健康。而麦饭石的有微量的天然辐射,对身体有利,近年来在日本、欧盟等发达国家保健行业很受欢迎,与麦饭石相关保健按摩器械正在大力开发过程中。

[0004] 氧化锆标准球制造技术是特种陶瓷中难度系数很大的生产工艺技术。目前国内生产氧化锆轴承级标准球都是先以干粉压出块状半成品,然后用雕刻机加工成球形,再去烧制,再去磨加工,再抛光,生产工艺繁杂,成本高,合格率低。

[0005] 另外直接以干粉等静压,因其橡胶模具及装料等原因,半成品圆度很差,后期加工量大,如不经雕刻,直接磨加工成品,其磨加工(氧化锆产品本身非常耐磨)成本太高难以让市场接受。

[0006] 直接以干粉通过全自动压机压制球形半成品,然后烧制的技术,一直是氧化锆陶瓷生产企业想要完成的而未能完成的技术,其最主要的缺陷是裂纹,难以成型。

[0007] 麦饭石单独成球做产品不可采取,一是其外观粗糙多孔,不美观;二是强度低,不耐磨,且磨加工困难,无法加工达到所需精度,或在磨加工过程中出现大量破损。

### 发明内容

[0008] 本发明的目的在于:将麦饭石掺杂进钇稳定氧化锆材料,因氧化锆的化学稳定性,不与饭麦石反应,仅对麦饭石起包裹作用,所以对麦饭石的功效起保护作用,可以有效发挥麦饭石的保健功效。

[0009] 本发明的另一目的在于:提供一种干粉压制氧化陶瓷材料标准球的制造方法,包含粉料的胶体配方及成型的特殊工艺。

[0010] 本发明的目的是通过下述技术方案实现的:

本发明的制作采用超细麦饭石粉末,白色粉末为佳,淡黄色粉末次之,以一定的比例与钇稳定氧化锆浆料或未加胶体的氧化锆粉体在球磨机内混合均化,混合均化完全后加入特制的胶体系统,用搅拌磨混合一定时间,出料,喷雾干燥制得粉粒,经过干粉压机小压力预压成型后,再经等静压 120-160MPa 高压压制,再经 1400℃ -1530℃ 高温氧化焰烧成,所制产品经研磨加工,再经抛光处理后,可达标准轴承球精度。

[0011] 本发明所制作的产品即可保证麦饭石的保健功能,又能保证产品的美观接近或达

到人造锆宝石效果,同时产品直径加工误差可控制在正负 0.05 毫米以内,球圆度值达六级轴承球标准,保证保健仪器的安装精度和要求。另外本发明的产品为氧化锆基质材料,耐磨性很好,可控制在十万分之三以内的每小时磨耗。本发明制作的产品还因表明光洁,有玉质感,小巧精美,手感极佳,为保健行业上佳新产品。本发明所制作的产品还可以开发特种陶瓷与保健医疗相结合的新行业其他商品。

[0012] 本发明的制作采用干粉压制,对粉料采用新的配方胶体系统,对模具做了新的改进,压制参数与普通产品不同,其他同普通特种陶瓷干粉压制工艺,工艺简单,可操作性强,可大批量生产,产量大,效率高,合格率可达 98%。本发明所制作产品净尺寸精度高,后期加工余量小,余量可控制在 0.1-0.25 毫米,后期加工精度高,直径误差可控制在 0.05 毫米以内。对于钇稳定氧化锆球,因材料本身的高耐磨性,后期磨加工相当困难,后期加工成本可达 50% 或以上。

[0013] 所述的钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球制造工艺流程为:

钇稳定氧化锆浆料或未加胶粉体 + 麦饭石超细粉体(配比)——球磨均化——搅拌磨(加入专用配方胶体)——喷雾干燥制粒——预压——等静压——烧结——磨加工——抛光——钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球。

[0014] 其中,所述的钇稳定氧化锆浆料或未加胶粉体 + 麦饭石超细粉体(配比),先加工钇稳定氧化锆浆料,或外购未加胶钇稳定氧化粉料,浆料或粉体一定是已配好,已磨加工到所需细度,其中又以钇稳定氧化锆浆料为佳,更便于与麦饭石粉均化。麦饭石粉体以白色粉体为佳,淡黄色粉体次之。麦饭石粉体细度必须控制粒径小于 2 微米,以 0.5 微米为佳。配比钇稳定氧化锆:麦饭石=100:(0.5-50)为佳。

所述的球磨均化是将钇稳定氧化锆浆料(粉料)与麦饭石粉料混合料放入球磨机粉碎,混合,均化。可按照 100 份重量混合料(干料)加水 40-60 份重量,球磨 24 小时以上。

[0015] 所述的搅拌磨(加入专用配方胶体)是将已球磨均化完全的混合料浆转到搅拌磨中。以混合料的干料 100 份重量为基数计算,分别额外加入 0.5-1.5 份的聚乙二醇(PEG),加入 0.2-1.0 份的硬酯酸,加入 0.5-1.0 份的阿拉伯树胶,加入 0.3 份的消泡剂,加入 1.0-2.0 份聚乙烯醇(PVA)。其中所添加的胶体均以干料称重,再分别以不同的比例预先溶入水或酒精中预制成溶液,再加入搅拌中的混合浆料中,这样才能在加入后使浆料混合均匀。而聚乙烯醇(PVA)最后加入,要求一边搅拌一边缓慢加入。因所加入胶体已带有水分,所以可不额外加水,浆料以混合胶体后便于喷雾干燥即可。本配方胶体可以增加干燥后粉体的粘性,可塑性,润滑性,可以为干粉压制工艺提供良好的粉料性能。

[0016] 所述的喷雾干燥制粒,是将在搅拌磨加胶后的浆料,在喷雾干燥塔中干燥,旋风造粒,所得粉料粒径可控,一般控制在全过 60 目筛或 80 目筛,或全过 100 目筛。所得粉料含水量可控制在 0.5% 以内。且粒子一般为球形,便于干粉压制。

[0017] 所述的预压,是以普通油压机或全自动(TPA)干粉压机,预先压制成球型。产品是球型,所以干压模具由上下两个半球冲头加母模组成。上冲头压制面是球型,不是普通的平面,所以受力不是普通的介面一样受力均匀,球型上冲头向下工作时应力集中,并均指向球心,产生很大的集中预应力。同时,因为是球型,向下工作时模面穹状空间容易集聚空气,在一定速度下及压力下,在粉料受压并致密过程中排气不易,形成一定压力的压缩空气包。在压制完成,上冲头上行后出模时,产品因预应力放散,体积膨胀而造成裂纹。所以本发明在

工艺过程中对模具做了改进,在上冲头上端留有排气孔,内大外小呈锥形,同时在上冲头对称的两边留有 0.5 毫米的 2 道或 4 道排气槽,排气槽与母模是有空隙的,并直通外顶。同时放慢压制速度,由普通的 7-11 件 / 分钟的压制频率降至 1-6 件 / 分钟,保压时间加长,有利于坯体排气。同时每平方米压力由普通的 800-1200 公斤调整为 5-50 公斤。减小压力压制,可以相应减少坯体的预应力,在出模时预应力的放散,坯体膨胀破坏力大大减少。另外由于粉体的专用配方胶体系统,可以在小压力的情况下获得良好的球状坯体,合格率达 98% 以上。

[0018] 所述的等静压为湿式等静压,预压后的球状坯体先装入乳胶袋中(乳胶材料在等静压环境中压力均匀,力传导均匀,收缩均匀,是等静压工艺常用材料),装于等静机的工作液中,经 120-160 兆帕(MPa)的高压等静压后,可以使球状坯体均匀受压,并致密。等静压出来的球状坯体可以是一个均质体,不同于干压出来的坯体内外不同部位密度不同。

[0019] 所述烧结是指经等静压后的坯体,用电窑或液化气窑经 1400℃ -1530℃ 高温氧化气氛烧结,可得高比重、高耐磨性、近净尺寸氧化锆质产品。具体烧成温度与所用钇稳定氧化锆基质材料有关,跟掺杂的麦饭石比例也有关。

[0020] 所述的研磨加工是将烧结好的坯体放在研磨加工装置上进行球形研磨加工。

[0021] 所述抛光是将研磨加工好后的坯体放入抛光介质中,以专用设备抛光,使产品表面光洁。

[0022] 本发明的优点在于:

本发明用钇稳定氧化锆掺杂麦饭石,因氧化锆的化学惰性,可以很好的保证麦饭石的保健功效。

[0023] 由于钇稳定氧化锆基质的高硬度,高耐磨性,很好的玉质感,高光洁度,高精度,高品质,可以很好的配合高档按摩仪,发展保健器械高端市场。

[0024] 本发明应用于粉压制工艺,工艺简单,生产效率高,成品高,生产成本低。同时生产可以充分利用原有的生产设备和空间,不额外增加投入。相对雕刻工艺来说,生产效率可以数十倍提高,且硬件投入少。

[0025] 本发明由于采用先小压力预压,再经等静压高压压制,烧成后比重大,硬度大、抗弯强度大、耐磨性好,相对一次干压工艺来说,产品品质更好。

[0026] 本发明的另一大特点是,工艺中如不掺杂麦饭石,可以用来生产陶瓷轴承,这又是轴承行业的高技术领域。

[0027] 本发明同时适用于氮化铝,碳化硅等其他特种陶瓷行业。

## 具体实施方式

[0028] 下面将结合具体实施案例对本发明作进一步的描述。

[0029] 实施案例一

一种钇稳定氧化锆掺杂麦饭石保健球配方及制作方法。考虑保健功效及高端按摩器械的技术要求,选择用钇稳定氧化锆掺杂麦饭石,采用干粉压制工艺生产标准陶瓷球。

[0030] 本发明的配方及其制作方法如下:

1、将钇稳定氧化锆浆料折算成干料与白色麦饭石粉以 100 :1 的比例配比混合,麦饭石粉料粒径小于 2 微米,白色,氧化锆浆料细度 D50 小于 500 纳米,混合后在球磨机内球磨 24

小时,其混合加水比例为料:球石:水=1:3:0.5。

[0031] 2、混合完全后出球,在搅拌磨中一边搅拌,一边以加入如下胶体:以所述1中的混合料干料100份重量计算,先后另外加入1份重量的聚乙二醇(PEG),加入0.5份重量的硬酯酸,加入0.5份重量的阿拉伯树胶,加入0.3份重量的消泡剂,加入1.5份重量聚乙烯醇(PVA)。其中:PEG是以10%的水溶液的形式加入,硬酯酸是以20%的酒精溶液的形式加入,阿拉伯树胶是以10%的水溶液的形式加入,PVA是以5%的水溶液的形式加入,消泡剂为外购液体状。PVA最后缓慢加入。

[0032] 3、喷雾干燥塔进气口温度为150℃,出口温度为50℃,干燥后粉料水分小于0.5%,粉料过60目筛。

[0033] 4、干压机为海宁的16吨TPA干粉压机,频率为3件/分钟,压力为5KN,换算成压强为15公斤/平方厘米。模具上冲头对称两侧各开一条0.5毫米的直通排气槽。

[0034] 5、等静压压力为150MPa,保压30秒。

[0035] 6、烧结用升降炉,每炉1200件。最高温1510℃,高温保温2小时。

[0036] 7、研磨加工与抛光在专利设备上完成,加工精度直径 $\pm 0.03\text{mm}$ ,圆度值达六级轴承标准,本发明产品合格率98%。

[0037]

#### 实施例二

一种钇稳定氧化锆标准轴承球的制作方法。本发明采用干粉压制生产工艺。其具体工艺如下:

1、将钇稳定氧化锆粉体按配比加入球磨机,经大球石粗磨,小球石细磨后,浆料球磨至细度D50为300纳米。

[0038] 2、浆料出球后,在搅拌磨中一边搅拌,一边以加入如下胶体:以所述1中的混合料干料100份重量计算,先后加入1.0份重量的聚乙二醇(PEG),加入0.5份重量的硬酯酸,加入0.5份重量的阿拉伯树胶,加入0.3份重量的消泡剂,加入1.5份重量聚乙烯醇(PVA)。这其中:PEG是以10%的水溶液的形式加入,硬酯酸是以20%的酒精溶液的形式加入,阿拉伯树胶是以10%的水溶液的形式加入,PVA是以5%的水溶液的形式加入,消泡剂为外购液体状。PVA最后边搅拌边缓慢加入。

[0039] 3、喷雾干燥塔进气口温度为150℃,出口温度为50℃,干燥后粉料水分小于0.5%,粉料过60目筛。

[0040] 4、干压机为海宁的16吨TPA干粉压机,频率为3件/分钟,压力为5KN。模具上冲头对称两侧各开一条0.5毫米的直通槽。

[0041] 5、等静压压力为150MPa,保压30秒。

[0042] 6、烧结用升降炉,每炉1200件。最高温1510℃,高温保温2小时。

[0043] 7、研磨加工与抛光在专利设备上完成,加工精度直径 $\pm 0.02\text{mm}$ ,圆度值达六级轴承标准,本发明产品合格率98%。

[0044] 按照本实施例制得的产品三点弯曲强度(Mpa): $\geq 600\text{MPa}$ ;断裂韧性 $\geq 10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,硬度(Hv) $\geq 1500$ 。