

**ВЫБОР КОМПОНЕНТОВ МЕТАЛЛИЗАЦИОННОЙ ПАСТЫ  
ДЛЯ МЕТАЛЛИЗАЦИИ ФАРФОРА**

Колесова Т.В.

Научные руководители: Погребенков В.М., д.т.н., профессор; Дитц А.А., к.т.н., доцент

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: kolesovatv@sibmail.com

**THE SELECTION OF METALLIZATION PASTE COMPONENTS  
FOR THE METALLIZATION OF PORCELAIN**

Kolesova T.V.

Scientific Supervisor: Prof., Dr. Pogrebenkov V.M.

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Ave., 30, 634050

E-mail: kolesovatv@sibmail.com

На сегодняшний день, среди многочисленных типов ускорителей заряженных частиц особое место занимают бетатроны, получившие широкое распространение в медицине, при создании досмотровых комплексов, для контроля прочности сварки, литья и т.д. Одним из основных узлов бетатрона является вакуумная камера, выполненная в виде тора из вакуум-плотного стекла [1]. Средний срок службы такой камеры составляет от 300 до 500 часов, а ее изготовление и юстировка являются очень сложными, и дорогостоящими процессами. В настоящее время ведутся работы по разработке технологии изготовления вакуумной камеры из специального фарфора, что позволит снизить ее стоимость, увеличить срок службы и расширить ассортимент выпускаемых камер по мощности и размерам. Так как конструкция камеры предполагает ее изготовление из нескольких составных узлов, то для сборки готового изделия предлагается применять многоступенчатую технологию, предусматривающую предварительную металлизацию фарфоровых деталей с последующей пайкой низкотемпературными припоями. Для обеспечения вакуумной плотности изделия и высокой прочности спаев требуется разработать технологию и составы паст для металлизации фарфора.

В работе был использован фарфор, полученный из керамической массы Южноуральского арматурно-изоляционного завода (ОАО «ЮАИЗ»), его химический состав представлен в таблице 1. Рентгенофазовый анализ был выполнен на дифрактометре Shimadzu XRD-7000, а расшифровка проведена в программе Crystallographica с помощью базы данных ICDD PDF2 (2012г).

Таблица 1

*Химический состав фарфоровой массы в оксидном выражении в массовых процентах*

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	ППП	Сумма
70,51	17,53	0,79	0,29	0,46	0,24	4,14	0,33	5,71	100,00

На рентгенограмме фарфора (рисунок 1) присутствуют рефлексы фаз кварца (PDF 000-33-1161) и муллита (PDF 000-15-0776).

Одним из важных условий получения бездефектного соединения и высокой адгезии является близость коэффициентов термического расширения (КТР) фарфора – основы и металлизационной пасты. В связи с этим проводилось определение КТР фарфора на dilatометре Dil 402 PC в интервале температур от 30 до 1000°C со скоростью нагрева 2 °/мин. КТР фарфора согласно данным dilatометрии составляет  $5,0539 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . В качестве материала для металлизации рассматривались два материала, широко

применяемые для металлизации оксидной керамики: молибден и вольфрам. Температуры вжигания металлизационных паст на основе этих материалов находятся в интервале от 1200 до 1350 °С и зависят от размера частиц, состава стекольной композиции, применяемой для повышения адгезии металлизации к керамике [2-4]. Молибден и вольфрам имеют КТР соответственно 6,2 и  $5,2 \cdot 10^{-6}$  °С<sup>-1</sup> [5], следовательно, вольфрам больше подходит в качестве основного компонента паст для металлизации фарфора.

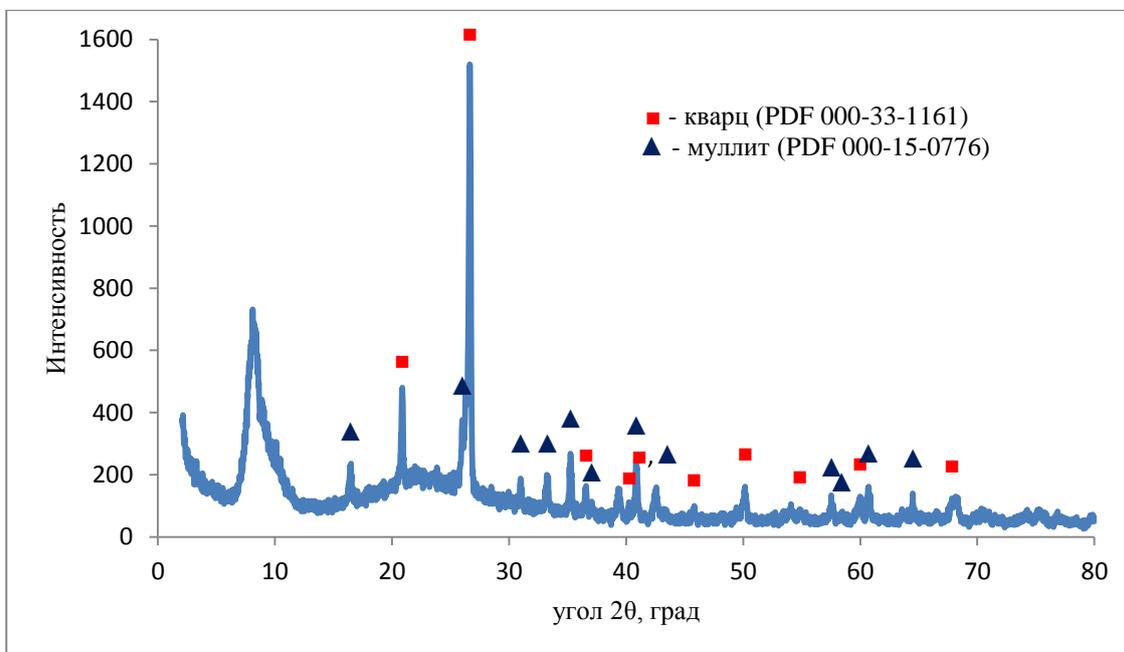


Рис. 1. Данные рентгенофазового анализа фарфора

В качестве основной составляющей металлизационной пасты был выбран порошок вольфрама, изготовленного по ТУ 48-19-417-86 с содержанием основного компонента 99,9 мас. % и средним размером частиц порядка 10 мкм по Фишеру. Согласно результатам гранулометрии, отраженным в таблице 2, порошок представлен частицами до 10 мкм. Данные электронной микроскопии, представленные на рисунке 2, подтверждают это. На микроснимках видно, что порошок сильно агломерирован, размеры агломератов составляют от 20 до 30 мкм, агломераты сложены единичными частицами размер частиц от 1 до 10 мкм.

Для снижения температур вжигания порошок вольфрама измельчался в планетарной мельнице в стальных барабанах мелющими телами из ВКЗ в среде органического растворителя. В литературе приводятся результаты процесса помола и диспергации порошков вольфрама в шаровых мельницах, в среде растворителей, обычно ацетона или этилового спирта [6]. Эффективность помола зависит от соотношения твердое:шары:растворитель (тв:ш:р), свойств растворителя, временно-скоростных режимов помола. В работе были выбраны два соотношения тв:ш:р - 1:3:1 и 1:6:1. При дальнейшем увеличении количества мелющих тел значительно снижается эффективность измельчения порошка вольфрама. Результативность помола оценивалась по изменению размера частиц, определяемого методом лазерной дифракции (таблица 2).

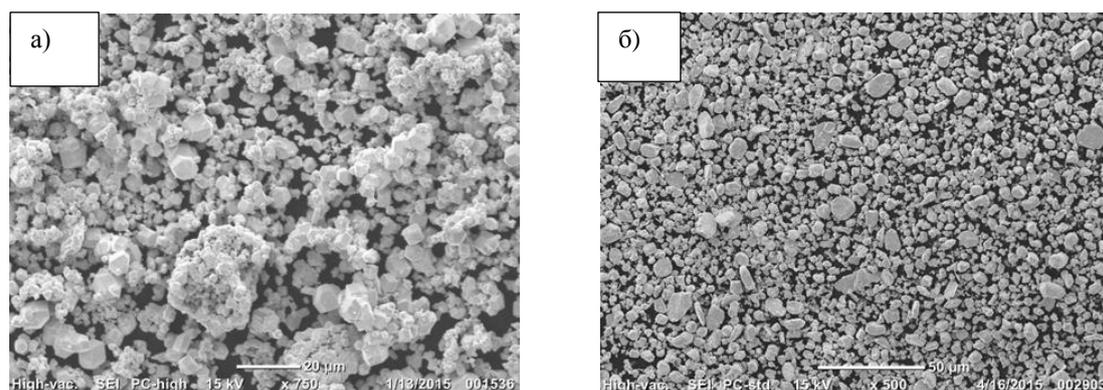


Рис. 2. Микрофотографии порошка вольфрама а) исходный; б) после помола 15 мин

Для обоих соотношений (тв:ш:р) в качестве среды применялся спирт. Согласно полученным данным уже через 15 минут значительно уменьшилось количество агломератов. С дальнейшим увеличением времени помола происходит уменьшение размеров частиц вольфрама. Интенсивнее изменяется размер при соотношении (тв:ш:р) 1:3:1 чем для соотношения 1:6:1, скорее всего это связано с увеличением количества ударов шаров между собой без участия порошка.

Таблица 2

Влияние соотношения тв:ш:р и времени помола на размер частиц вольфрама ( $d_{50}$ )

Соотношение тв:ш:р	Время помола, мин				
	0	15	30	45	60
1:3:1	6,9	5,7	5,7	4,5	4,9
1:6:1	6,9	7,6	9,2	9,0	9,7

В работе проведено обследование фарфора, полученного из керамической массы Южноуральского арматурно-изоляторного завода (ОАО «ЮАИЗ»), определен химический состав, фазовый состав, КТР. На основе полученных данных, и анализа литературы сделан выбор материала для металлизации. Подобран режим помола порошка вольфрама для снижения температуры вжигания.

#### Список литературы:

1. Бетатроны: монография / В.А. Москалев, В.Л. Чахлов; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 267 с.
2. Пат. 514797 СССР. М. Кл. С 04 В 41/14. Паста для металлизации керамики / Ю.В. Васильев, Л.В. Козловский. Заявлено 08.07.74; Опубл. 25.05.76, Бюл. № 19
3. Пат. 1498743 СССР. С 04 В 41/88. Состав для металлизации муллитокорундовой керамики / Е.О. Смирнова, Н.Г. Березкина, Ф.Я. Харитонов и А.Г.Ведерак. Заявлено 25.12.87; Опубл. 07.08.89, Бюл. № 29
4. Пат. 1789520 СССР. С 04 В 41/88. Состав для металлизации керамики / В.Ю. Зелинский, М.С. Жуков и О.Ю. Жукова. Заявлено 19.03.91; Опубл. 23.01.93, Бюл. № 3
5. Вольфрам и молибден: пер. с чеш. / К. Агте, И. Вацек ; под ред. А. А. Котляра. - Москва; Ленинград: Энергия, 1964. - 455 с.
6. Григорьев О. Н. Влияние шарового размолла на структурные характеристики порошка вольфрама // Электронная микроскопия и прочность материалов. Сер. : Физическое материаловедение, структура и свойства материалов. - 2013. - № 19. - С. 114-122.