

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЧАСТИЦ СТЕКЛОФАЗЫ НА СПЕКАНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СТЕКЛОКЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Д.О. ТЮТЮНЬКОВА, Д.А. ПАШКОВ

Национальный Исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: Tutunkovadarya@mail.ru

Низкотемпературные материалы совместного спекания (LTCC – low temperature co-fired ceramic) появились как усовершенствование высокотемпературной корундовой керамики, путем введения в ее состав легкоплавких свинцовых стекол. Дальнейшее усовершенствование этих композиционных материалов ведется в направлении использования различных наполнителей (циркона, оксида кремния, титаната бария и пр.) [1]. Однако в различных работах зарубежных ученых используются стеклокомпоненты с различной дисперсностью, либо порошки со средним размером частиц 1-3 мкм, либо с размером около 10 мкм. Дисперсность стеклокомпонента оказывает существенное влияние на процесс жидкофазного спекания.

Целью данной работы является исследование влияние различных размеров частиц стеклофазы на спекание композиционных материалов с техническим глиноземом и сравнение свойств этих материалов.

Спекание – это процесс уплотнения и упрочнения пористых порошковых изделий под влиянием термической обработки, который сопровождается увеличением плотности и усадки, уменьшением пористости (вплоть до полного исчезновения), изменением механических и физико-химических характеристик [2]. При изготовлении изделий со стеклообразующими добавками необходимо учитывать количество образующегося расплава, его смачивающую способность, температуру образования расплава, скорость растворения твердой фазы, состав и строение расплава [3].

Для исследования были выбрано боросиликатное стекло из системы CaO-B₂O₃-SiO₂ (CBS), состав которого приведен в таблице 1.

Таблица 1. Массовое содержание компонентов в исследуемых стеклах.

Оксиды в составе стекла	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	Li ₂ O	Na ₂ O+K ₂ O
Содержание в стекла CBS, мас. %	58,00	17,00	2,00	19,00	0,20	3,80

Варку стекла содержащего оксид кальция затрудняет большое количество карбонатов (основной сырьевой материал CaCO₃), разлагающихся в диапазоне 850-1000 °С, которые вспениваются при значительном количестве расплава (более 10 %). Для декарбонизации необходим очень плавный нагрев от 800 до 1000 °С и изотермическая выдержка в 1 час. Дальнейший нагрев до температуры варки можно вести достаточно быстро 120-150 °С/час.

Измельчение синтезируемого стекла проводилось в планетарной мельнице с мелющими телами и футеровкой из ZrO₂. Определение размера частиц проводилось с помощью прибора Л.С. Соминского и Г.С. Ходакова (ПСХ-2).

В результате были получены стекла с различной дисперсностью материала:

1. Стекло с размером частиц 3 мкм;
2. Стекло с размером частиц 8,25 мкм.

Для составления композиции использованы технический глинозем (марки Nabalox с более 98 % α-Al₂O₃). Размер частиц корунда составил 2,4 мкм. Смешение компонентов композиции проводилось в мини-мельнице вибрационного типа с мелющими телами и футеровкой из ZrO₂. Образцы в виде цилиндров готовились методом одноосного прессования и обжигались при температуре 850 °С со скоростью нагрева 6 °С/мин и выдержкой 30 минут. Образцы содержат от 50 до 60 % стекла с шагом в 5 %. Результат

зависимости относительной плотности спекания образцов от содержания стекла, а также от дисперсности стекла, при температуре обжига 850 °С представлены на рисунке 1.

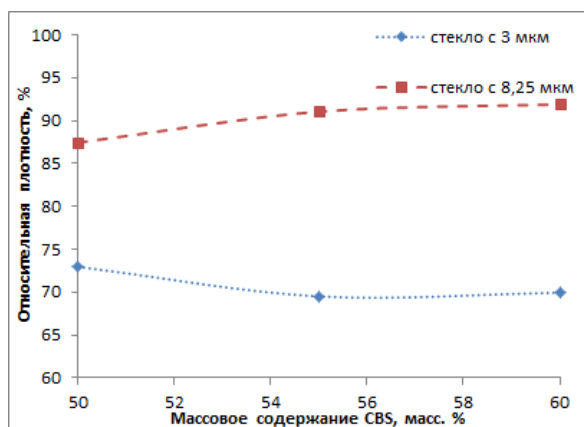


Рисунок 1- Зависимость относительной плотности от содержания стекла при температуре 850 °С

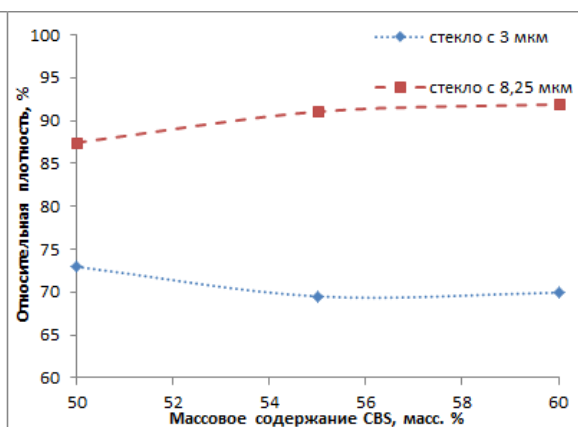


Рисунок 2- Зависимость усадки от содержания стекла при температуре 850 °С

Полученные результаты свидетельствуют о лучшем спекании композиционных стеклокерамических материалов LTCC при большем размере частиц стеклофазы 8,25 мкм, по сравнению со стеклом 3 мкм, при размере частиц корунда 2,4 мкм. Эксперимент был проведен при содержании стеклофазы 50-60 мас.%, лучший результат относительной плотности составил около 90 % при огневой усадке 7,6 % для композиции содержащей 60 % стеклокомпонента с размером частиц 8,25 мкм. Относительная плотность композиций по сравнению с 3мкм порошком стекло/глинозем повысилась в среднем на 25 %.

Лучшее спекание материалов содержащих наименее дисперсный порошок стекла связан с жидкофазным механизмом спекания и вязкостью стекла в диапазоне спекания. Поры между частицами материала при использовании стеклокомпонента с размером частиц 8,25 мкм больше, чем при использовании стекла с размером частиц 3 мкм и их удаление происходит легче в процессе жидкофазного спекания.

Список литературы

1. Yong Jun Seo, Jin Hyun, and Yong Soo Cho. Influences of Particle Size of Alumina Filler in an LTCC System. *J. Am. Ceram. Soc.*, 90[2] 649–652 (2007) // DOI: 10.1111/j.1551-2916.2006.01438.x
2. Поляков А.А. Технология керамических радиоэлектронных материалов. - М.: Радио и связь, 1989.
3. Гузман И.Я. Химическая технология керамики// Учебное пособие. – М.: Изд-во РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2003 – 496 с.