



УКРАЇНА

(19) UA (11) 45394 (13) U  
(51) МПК (2009)  
G01N 25/00  
G01N 27/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ СКЛОКЕРАМІЧНОГО КОМПОЗИЦІЙНОГО ДІЕЛЕКТРИКА

1

(21) u200905196  
(22) 25.05.2009  
(24) 10.11.2009  
(46) 10.11.2009, Бюл. № 21, 2009 р.  
(72) ДМИТРИЄВ МИХАЙЛО ВОЛОДИМИРОВИЧ,  
ЄРІМІЧОЙ ІЛЛЯ МИКОЛАЙОВИЧ, ПАНОВ ЛЕОНІД  
ІВАНОВИЧ  
(73) ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ПОЛІТЕХНІЧ-  
НИЙ УНІВЕРСИТЕТ

2

(57) Спосіб виготовлення склокерамічного компо-  
зиційного діелектрика, при якому скло, що криста-  
лізується, і тугоплавкий кристалічний наповнювач  
здрібнюють, змішують, гомогенізують, пресують,  
спікають при температурі плавлення та кристалі-  
зації скла і визначають діелектричну проникність  
синтезованого діелектрика, який **відрізняється**  
тим, що спікання продовжують до припинення змі-  
нення діелектричної проникності.

Пропонуєма корисна модель належить до га-  
лузі матеріалознавства і може бути використана  
при виготовленні склокерамічних і склокристаліч-  
них ізолюючих матеріалів радіоелектроніки та еле-  
ктротехніки.

Відомий спосіб виготовлення склокерамічного  
композиційного діелектрика, при якому некристалі-  
зуєме кальцієвоалюмооборатне скло і тугоплавкий  
кристалічний наповнювач - оксид алюмінію здріб-  
нюють, змішують, гомогенізують, пресують, спіка-  
ють при температурі плавлення скла і після спі-  
кання визначають діелектричну проникність  
синтезованого діелектрика [1].

Недолік способу:

- відсутні кристали у складі скла одержаного  
діелектрика, наявність яких покращує такі його  
властивості, як міцність і теплопровідність.

Найбільш близьким по технічній сутності і до-  
сягаемому результату є спосіб виготовлення скла-  
керамічного композиційного діелектрика, при яко-  
му кристалізуєме свинцевоборосилікатне скло і  
тугоплавкий кристалічний наповнювач - оксид  
алюмінію здрібнюють, змішують, гомогенізують,  
пресують, спікають при температурі плавлення та  
кристалізації скла і після спікання визначають час-  
тку кристалів у склі і діелектричну проникність син-  
тезованого діелектрика [2].

Недолік способу:

- спосіб містить трудомістку операцію визна-  
чення частки кристалів у синтезованому діелект-  
трику, що необхідно для оцінки властивостей діеле-  
ктрика, в тому числі його міцності і  
теплопровідності.

Задачею корисної моделі є створення способу  
виготовлення склокерамічного композиційного  
діелектрика, в якому спікання здійснюють до при-  
пинення змінення діелектричної проникності діе-  
лектрика, внаслідок чого в ньому отримують мак-  
симальну частку кристалів, які забезпечують  
максимальний рівень міцності і теплопровідності.

Техніко-економічні переваги запропонованого  
способу: отримання у складі скла максимальної  
частки кристалів при завершенні кристалоутво-  
рення установлюється по припиненню змінення  
діелектричної проникності діелектрика. Таке при-  
пинення настає тому, що:

- оксид у складі скла, з якого формуються кри-  
стали, кількісно повністю витрачається на утво-  
рення кристалів і його частка у діелектрику дося-  
гає максимального значення;

- діелектрична проникність усіх компонентів  
діелектрика перестає змінюватись завдяки уста-  
новленню стабілізації кількісного складу кристалів  
і залишкового скла при незмінюваному кількісному  
складу оксиду тугоплавкого наповнювача.

Це виключає необхідність визначення частки  
кристалів при різних тривалостях спікання діелек-  
трика. Завдяки цьому знижується трудомісткість,  
тривалість і собівартість виготовлення такого діе-  
лектрика при одночасному поліпшенню його влас-  
тивостей.

Тривалість спікання, після якої припиняється  
змінення діелектричної проникності діелектрика,  
залежить від температури спікання та кількісного  
та якісного складу оксидів скла, в тому числі від

UA (19) 45394 (11) U

матеріалу і частки оксида-кристалізатора. Ця тривалість може складати від одної до декілька годин.

Покращення властивостей діелектрика досягається завдяки поєднанню кристалів з покращеними властивостями з менш пружним залишковим склом, що збільшує міцність і теплопровідність діелектрика [3].

Поставлена задача розв'язується тим, що у способі виготовлення склокерамічного композиційного діелектрика, при якому кристалізує скло і тугоплавкий кристалічний наповнювач здрибнюють, змішують, гомогенізують, пресують, спікають при температурі плавлення та кристалізації скла і визначають діелектричну проникність синтезованого діелектрика, згідно корисної моделі спікання продовжують до припинення змінення діелектричної проникності.

В якості реалізуємого скла вибрано свинцево-боросилікатне скло складу в мас. %:  $\text{SiO}_2$  - 38;  $\text{PbO}$  - 19;  $\text{B}_2\text{O}_3$  - 13;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 12;  $\text{ZnO}$  - 5;  $\text{MgO}$  - 6;  $\text{CaO}$  - 7. В якості наповнювача обраний глинозем ГН-1

(ГОСТ 6912 - 87 ТУ), маючи 95% тугоплавкого некристалізуємого кристалічного  $\alpha$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (температура плавлення  $2050^\circ\text{C}$ ) [1]. Компоненти здрибнювали в планетарних млинах САНД-1 у халцедонових барабанах з халцедоновими кулями до досягнення значень питомої поверхні  $850\text{ м}^2/\text{кг}$  (скло) і  $650\text{ м}^2/\text{кг}$  (ГН-1), вимірюваних приладом АДП-1 [1].

Потім компоненти змішували при співвідношенні "скло: наповнювач" в мас. %, рівному 45:55, відповідно, і гомогенізували в млину САНД-1 у халцедонових барабанах з халцедоновими кулями. З гомогенізованої суміші при тиску  $200\text{ кГ/см}^2$  виготовляли заготовки для спікання у формі дисків.

Для цього використовували пресформу з двостороннім стисненням і гідравлічний прес ПГПР.

Спресовані заготовки спікались у муфельної печі СНОЛ-11-И2 при температурі кристалізації розплавленого скла  $950^\circ\text{C}$  з різною тривалістю т, указаною у таблиці у годинах.

Таблиця

$\tau$ , год.	$\epsilon$	$\tau$ , год.	$\epsilon$	$\tau$ , год.	$\epsilon$
0,5	$7,92 \pm 0,01$	4,5	$7,77 \pm 0,01$	7,0	$7,70 \pm 0,01$
1,0	$8,30 \pm 0,01$	5,0	$7,75 \pm 0,01$	7,4	$7,70 \pm 0,01$
2,0	$8,21 \pm 0,01$	6,0	$7,72 \pm 0,01$	7,8	$7,70 \pm 0,01$
3,5	$7,90 \pm 0,01$	6,5	$7,71 \pm 0,01$	8,2	$7,70 \pm 0,01$

Потім на плоскій поверхні дисків наносили електроди з полімерної мідної пасти, які полімеризувались при температурі  $200^\circ\text{C}$  у муфельної печі СНОЛ-11-И2 на протязі 15 хвилин.

У виготовлених таким чином зразках визначалась відносна діелектрична проникність  $\epsilon$  по величині електричної ємності С, вимірюваної згідно ОСТ 110303-86 при додержанні вимаганих розмірів і кількості зразків для кожної для з указаних у таблиці тривалості їх нагріву  $\tau$ . При цьому використовувалась формула

$$\epsilon = 14,4 \frac{ch}{D},$$

де С - електрична ємність, пФ;

h - товщина диска, см;

D - діаметр спеченого диска, см.

Утворювані при спіканні кристали уявляють собою кристалічну модифікацію діоксида кремнія — кристобаліт [2].

Результати визначення величин  $\epsilon$  в зразках з різних часом нагріву т приведені у таблиці. З таб-

лиці ясно, що у виготовленому склокерамічному композиційному діелектрику після семи годин спікання відносна діелектрична проникність перестає змінюватись. Цей час відповідає часу утворення максимальної частки кристобаліта у склі діелектрика. При спіканні понад семи годин частка кристобаліта та залишкового скла, а також їх діелектрична проникність не змінюється. Не змінюється і діелектрична проникність наповнювача.

Джерела інформації

1. Дмитриев М. В. Влияние концентрации компонентов и пор на диэлектрическую проницаемость стеклокерамики // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. - 1997. - №4. - С.34-38.

2. Дмитриев М. В. Влияние режимов спекания на параметры стеклокерамики с кристаллизующим стеклом // ТКЭА. - 2000. - №1. - С. 36-39.

3. Безбородов М. А. Стеклокристаллические материалы. - Минск: Наука и техника. - 1982. - С. 192-193.