



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53475 (13) U
(51) МПК
C04B 35/20 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ФОРСТЕРИТОВОГО ПОРОШКУ

1

2

(21) u201003651

(22) 30.03.2010

(24) 11.10.2010

(46) 11.10.2010, Бюл.№ 19, 2010 р.

(72) БОРЩИШИН ІРИНА ДМИТРІВНА, ВАХУЛА
ЯРОСЛАВ ІВАНОВИЧ, ЛУЦЬЮК ІРИНА ВОЛОДИ-
МИРІВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА
ПОЛІТЕХНІКА"

(57) Спосіб одержання форстеритового порошку,
що включає приготування розчину магнію ацетату

та гідролізату силіційвмісної сполуки, їх змішуван-
ня до утворення однорідного гелю з наступним
сушінням та випалюванням, який **відрізняється**
тим, що додають розчинну або нерозчинну фтор-
вмісну сполуку в кількості 3...5 мас. % від суми
основних компонентів, при цьому розчинну - на
стадії приготування гелю, а нерозчинну - після
його сушіння, а після випалювання отриманий фо-
рстеритовий порошок піддають термоудару.

Корисна модель відноситься до керамічних ок-
сидних порошоків із підвищеним вмістом магнію й
може бути застосована для одержання мініатюр-
ної кераміки при виготовленні деталей електрон-
ної техніки, які повинні володіти високими електро-
ізоляційними властивостями при підвищених
температурах та мати відповідну стійкість до ста-
ріння.

Відомий спосіб одержання форстеритового
порошку [Афонина Г.А., Леонов В.Г., Попова О.Н.
Влияние условий гидролиза тетраэтоксисилана на
синтез форстерита: Стекло и керамика. - 2008, - №
12, - с. 27-30], що включає приготування розчину
магнію ацетату та гідролізату силіційвмісної сполу-
ки, їх змішування до утворення однорідного гелю з
наступним сушінням та випалюванням. Розчин
магнію ацетату готують розчиненням оксиду маг-
нію у водному розчині ацетатної кислоти при мо-
лярному співвідношенні $MgO:H_2O:CH_3COOH$, рів-
ному 1,5:11,0:4,0. Сушіння отриманого гелю
здійснюють при температурі 60°C (20-24 год) та
110°C (14-24 год) до утворення пористого слабоа-
грегованого порошку з розміром агрегатів 5...8
мкм, а випалювання - в температурному інтервалі
400...800°C.

Однак цей спосіб включає стадію дезагрегу-
вання отриманого порошку, що в промислових
умовах при великих об'ємах виробництва спричи-
няє високі енергетичні затрати. Крім того, форсте-
ритовий порошок має сірий колір, дисперсність

3...5мкм, а кількість фази форстериту за темпера-
тури 800°C коливається в межах 70-82%, що може
бути причиною недостатньої температури для си-
нтезу. Перелічені недоліки призводять до невідпо-
відності виробів, одержаних на основі таких фор-
стеритових порошоків, вимогам, які висуваються до
форстеритової кераміки електротехнічного при-
значення [ГОСТ 20414-83 "Материалы керамиче-
ские электротехнические"], зокрема щодо дисперс-
ності, кількості фази та кольору.

В основу корисної моделі поставлено завдан-
ня вдосконалити спосіб одержання форстеритово-
го порошку, в якому використання готового магнію
ацетату та нової силіційвмісної сполуки, введення
фторвмісної сполуки, підвищення температури
синтезу та застосування термоудару забезпечило
б зміни в кристалічній ґратці форстериту за раху-
нок заміни частини йонів O^{2-} на F^- , які сприяють
зниженню температури форстеритоутворення,
дозволило б отримати дрібнодисперсний і моно-
фазний форстеритовий порошок (без стадії дезаг-
регування), що є однією з основних умов викорис-
тання його для виготовлення електротехнічної
кераміки, та зменшило б вартість кінцевого продук-
ту.

Поставлене завдання вирішується тим, що у
спосіб одержання форстеритового порошку, що
включає приготування розчину магнію ацетату та
гідролізату силіційвмісної сполуки, їх змішування
до утворення однорідного гелю з наступним су-

(19) UA (11) 53475 (13) U

шінням та випалюванням, згідно з корисною моделлю, розчин магнію ацетату готують розчиненням цієї сполуки у воді, як силіційвмісну сполуку використовують етилсилікат, додають розчинну або нерозчинну фторвмісну сполуку в кількості 3...5мас. % від суми основних компонентів, при цьому розчинну - на стадії приготування гелю, а нерозчинну - після його сушіння, а після випалювання отриманий форстеритовий порошок піддають термоудару.

Використання магнію ацетату та етилсилікату дає можливість отримати високооднорідну суміш вихідних компонентів, розподілення яких проходить практично на молекулярному рівні, що дає можливість найбільш повно здійснити синтез при відносно низьких температурах та тривалості витримки. Введення фторвмісних сполук забезпечує зниження температури форстеритоутворення на 100°C за рахунок змін у кристалічній ґратці форстериту. Використання термоудару після 3-годинної витримки забезпечує необхідну дисперсність (0,04...0,06мкм) без стадії дезагрегування. Запропонований спосіб одержання форстеритового порошку значно зменшує вартість продукту, одночасно збільшуючи його якість.

Для одержання форстеритового порошку використовували наступні реагенти: магнію ацетат [ГОСТ 10829-78], магнію фторид [ГОСТ 7204-77], етилсилікат (ЕТС-40) [ГОСТ 26371-84], хлоридна кислота [ГОСТ 3118-77], кремнефтористоводнева кислота (45%-ий розчин) [ТУ 6-09-2774-79], вода дистильована [ГОСТ 6709-72]. Дослідження фазового складу порошку проводили при використанні рентгенофазового аналізу (РФА). Розмір окремих частинок визначали за допомогою електронно-мікроскопічного аналізу.

Приклад 1

Розчин магнію ацетату з концентрацією 1М готують розчиненням даної сполуки у дистильованій воді.

Гідроліз ЕТС-40 здійснюють наступним чином: до 21,30мл етилсилікату, охолодженого до температури 2...5°C, при інтенсивному перемішуванні

додають 5,50мл дистильованої води такої ж температури, до якої попередньо приливають каталізатор реакції HCl у кількості 1мас. %. Реакція гідролізу проходить на протязі 20хв.

До водного розчину магнію ацетату (57,2% у перерахунку на MgO) при інтенсивному перемішуванні додають гідролізат ЕТС-40 (42,8% у перерахунку на SiO₂). Утворений гель витримують при кімнатній температурі 2 доби з наступним сушінням при 115°C на протязі 35...40год, випалюванням у температурному інтервалі 500...900°C із кроком 100°C та витримкою при кінцевій температурі 3 год, після чого одержаний форстеритовий порошок піддають термоудару.

За результатами РФА, форстеритоутворення починається при температурі 700°C; за температури 900°C інтенсивність аналітичних дифракційних ліній форстериту є найбільшою. Кількість фази становить 94%, дисперсність - 0,06мкм, колір порошку - білий.

Приклад 2

Форстеритовий порошок одержують аналогічно прикладу 1, лише на стадії змішування компонентів додають 45%-ий розчин кремнефтористоводневої кислоти в кількості 3мас. % від суми основних компонентів.

За результатами РФА, форстеритоутворення починається уже при температурі 600°C. Кількість фази форстериту, колір та дисперсність порошку наведені в таблиці.

Приклад 3

Форстеритовий порошок одержують аналогічно прикладу 1, лише перед випалом його механічно перемішують із порошком магнію фториду в кількості 5мас. %.

За результатами РФА, форстеритоутворення починається при температурі 600°C, однак інтенсивність аналітичних дифракційних ліній форстериту є меншою, ніж у прикладі 2. Кількість фази форстериту, колір та дисперсність порошку наведені в таблиці.

Таблиця

	Наявність мінералізуючого додатку	Колір форстеритового порошку	Дисперсність, мкм	Кількість фази форстериту, %
Прототип	-	сірий	3-5	70-82
Приклад 1	-	білий	0,06	94
Приклад 2	H ₂ SiF ₆	білий	0,04...0,06	97
Приклад 3	MgF ₂	білий	0,04...0,06	96

Додавання фторвмісної сполуки в кількості, меншій 3мас. %, не дає бажаного ефекту, а використання її більше 5мас. % недоцільно з економічної точки зору.

Отриманий форстеритовий порошок відповідає вимогам ГОСТ 20414-83 "Материалы керамические электротехнические".