



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 59563

(13) A

(51) 7 C03C3/12

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДВидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СКЛОКРИСТАЛІЧНИЙ МАТЕРІАЛ

1

2

(21) 2002076342

(22) 30 07 2002

(24) 15 09 2003

(46) 15 09 2003, Бюл. № 9, 2003 р.

(72) Мицик Богдан Григорович, Бучинський Петро  
Петрович, Гасцькевич Георгій Ігорович(73) ЛЬВІВСЬКИЙ ЦЕНТР ІНСТИТУТУ  
КОСМІЧНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКА-  
ДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ ТА НАЦІОНАЛЬНОГО  
КОСМІЧНОГО АГЕНТСТВА УКРАЇНИ(57) Склокристалічний матеріал для термічного  
з'єднання високоглиноземної технічної кераміки з

титаном, що включає  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , який відрізняється тим, що для досягнення температури отримання спаю  $675-708^\circ\text{C}$  і проміжного значення коефіцієнту лінійного термічного розширення відносно високоглиноземної кераміки та титану  $(70-75) \times 10^{-7} \text{ град}^{-1}$  він додатково містить  $\text{NiO}$ ,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  та  $\text{MoO}_3$  при наступному співвідношенні компонентів (ваг %)  $\text{SiO}_2$  - 8-24,  $\text{B}_2\text{O}_3$  - 15-30,  $\text{BaO}$  - 20-42,  $\text{MgO}$  - 10-40,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 1,5-10,  $\text{NiO}$  - 0,1-5,0,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  - 0,05-5,5,  $\text{MoO}_3$  - 0,35-7,0

Вінахід відноситься до склокристалічних матеріалів, придатних для термічного герметичного з'єднання високоглиноземної технічної кераміки з металами, зокрема з металічним титаном, а саме до складів склокристалічних матеріалів з коефіцієнтом лінійного термічного розширення в межах  $(70-75) \times 10^{-7} \text{ град}^{-1}$ , придатністю до багаторазового нагріву до температури не нижче  $500-580^\circ\text{C}$ , з температурою з'єднання кераміки і титану в межах  $675-720^\circ\text{C}$ . Даний склокристалічний матеріал дозволяє отримувати спаї кераміки з титаном в атмосфері повітря, хоча може бути отриманий у вакуумі і атмосфері інертного газу (аргон, азот, гелій), і може бути використаний для виготовлення конструкційних вузлів у галузі вимірювальної техніки та мікроелектроніки. При цьому усувається небезпека інтенсивного наводнення титану в повітрі (якщо температура перевищує  $710^\circ\text{C}$ ), що погіршує його механічні та фізичні властивості, а також досягається підвищення продуктивності праці та здешевлення склокристалічного матеріалу, за рахунок того, що з'єднання матеріалів відбувається в повітрі, а не в атмосфері інертного газу чи у вакуумі.

Відоме скло, призначене для термічного з'єднання конструкційних вузлів у мікроелектроніці, що містить  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaO}$  у наступному співвідношенні (ваг %)  $\text{SiO}_2$  - 7,5-9,0,  $\text{B}_2\text{O}_3$  - 38,0-45,0,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 11,0-22,0,  $\text{BaO}$  - 32,5-35,0 (АС СССР № 1036694, кл. C03 C 3/08, опубл. 23 08 83).

Недоліком відомого скла є мале значення ко-

ефіцієнта лінійного термічного розширення  $(58 \pm 1) \times 10^{-7} \text{ град}^{-1}$ , яке не дозволяє використовувати його для з'єднання кераміки з титаном. Крім того, надто низькою є температура пом'якшення ( $550-580^\circ\text{C}$ ), яка виключає можливість багаторазового нагріву з'єднання до температури  $580^\circ\text{C}$ .

Найбільш близьким до винаходу за технічною сутністю є склокристалічний матеріал, який використовується для виготовлення діелектричних покриттів і герметичних спаїв з титаном, що містить (ваг %) ситаллоцемент - 85-95,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 5-15, причому ситаллоцемент має склад (ваг %)  $\text{BaO}$  - 31,3-32,  $\text{MgO}$  - 26,3-28,  $\text{B}_2\text{O}_3$  - 25,5-26,5,  $\text{SiO}_2$  - 14,3-15,2 (АС СССР № 1330941, кл. C03 C 8/14, опубл. 24 10 84).

Недоліком відомого матеріалу є висока температура з'єднання, яка становить  $830^\circ\text{C}$ . Ця температура є близькою до температури фазового переходу в титані, внаслідок чого відомий матеріал не забезпечує збереження фізичних і механічних властивостей титану при спаюванні. Крім того, при високих температурах зростає інтенсивність наводнення титану, що також погіршує його властивості.

В основу винаходу поставлено завдання розробити склокристалічний матеріал з температурою отримання спаю не вище  $720^\circ\text{C}$  в атмосфері повітря та проміжним значенням коефіцієнту лінійного термічного розширення відносно високоглиноземної кераміки та титану, а саме  $(70-75) \times 10^{-7} \text{ град}^{-1}$ .

(13) A

(11) 59563

(19) UA

Таблиця 1

Поставлене завдання вирішується таким чином, що склокристалічний матеріал, придатний для термічного з'єднання кераміки з титаном, який включає  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , додатково містить  $\text{NiO}$ ,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  та  $\text{MoO}_3$  при наступному співвідношенні компонентів (ваг %):  $\text{SiO}_2$  - 8-24,  $\text{B}_2\text{O}_3$  - 15-30,  $\text{BaO}$  - 20-42,  $\text{MgO}$  - 10-40,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 1,5-10,  $\text{NiO}$  - 0,1-5,0,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  - 0,05-5,5,  $\text{MoO}_3$  - 0,35-7,0

Процес отримання склокристалічного матеріалу включає наступні операції та технологічні режими

1) Підготовка шихти із суміші відповідних окислів (марок «Ч», «ХЧ») у відповідних пропорціях

2) Перемишування суміші (шихти) в агатовому барабані на валковому млині на протязі 40 хвилин

3) Завантаження підготовленої шихти у корундові тигли об'ємом 0,15л

4) Варіння скла в електричній муфельній печі типу КО-14 з нагрівачами з карбіду кремнію ( $\text{SiC}$ ) в наступному режимі до температури  $600^\circ\text{C}$  швидкість зростання температури складає  $150^\circ\text{C}/\text{год}$ , до температури  $1390^\circ\text{C}$  -  $300^\circ\text{C}/\text{год}$ , витримка при температурі  $1390^\circ\text{C}$  на протязі 1 години

5) Відливання отриманої скломаси на масивну сталеву плиту для швидкого охолодження

З отриманих таким чином охолоджених пластинок були виготовлені зразки для вимірювання коефіцієнту лінійного термічного розширення та визначення температури пом'якшення (деформації) цих зразків для отримання спаю

Склади синтезованих матеріалів наведені в таблиці 1, а результати визначення їх властивостей - в таблиці 2

Компоненти	Вміст компонентів у складі, ваг %		
	I	II	III
$\text{SiO}_2$	8	10,5	24
$\text{B}_2\text{O}_3$	30	15	30
$\text{BaO}$	20	42	23
$\text{MgO}$	40	10	11
$\text{Al}_2\text{O}_3$	1,5	10	1,5
$\text{NiO}$	0,1	5,0	1,0
$\text{Co}_2\text{O}_3$	0,05	5,5	0,5
$\text{MoO}_3$	0,35	2,0	7,0

Вимірювання коефіцієнту лінійного термічного розширення  $\alpha$  проводили на дилатометрі DL-1500 RH (виробництво «Sinku-Riko», Японія). Визначення температури пом'якшення  $T_g$  проводили на основі графіка залежності видовження склокристалічного матеріалу від температури, отриманого при вимірюванні коефіцієнта  $\alpha$ .

Таблиця 2

Характеристики матеріалу	Значення для різних складів		
	I	II	III
$\alpha, 10^{-7} \text{ град}^{-1}$	70,1	74,9	72,0
$T_g, ^\circ\text{C}$	675	708	698

Із таблиці 2 видно, що одержаний склокристалічний матеріал має коефіцієнт лінійного термічного розширення  $\alpha = (70,1-74,9) \times 10^{-7} \text{ град}^{-1}$  і температуру пом'якшення  $T_g = 675-708^\circ\text{C}$ , що підтверджує досягнення мети винаходу