



УКРАЇНА

(19) UA (11) 37780 (13) A

(51) 6 C04B41/82

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ПРОСОЧУВАННЯ ПОРИСТОГО МАТЕРІАЛУ ОРГАНІЧНИМИ РЕЧОВИНАМИ

(21) 2000042149

(22) 14.04.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Неділько Сергій Андрійович, Биков Сергій Вячеславович

(73) Київський національний університет імені Тараса Шевченка

(57) Спосіб просочування пористого матеріалу органічними речовинами, що включає зануренням

зразка керамічного матеріалу в органічну речовину і наступне вакуумування, який відрізняється тим, що органічну речовину охолоджують до температури, нижчої ніж температура її кристалізації, на закристалізовану органічну речовину кладуть керамічний матеріал, створюють вакуум  $10^{-4}$ - $10^{-1}$  мм рт. ст., нагрівають до розплавлення органічної речовини і повного занурення керамічного матеріалу в рідину, після чого тиск підвищують до атмосферного.

Винахід належить до виробництва керамічних матеріалів, а конкретніше - до керамічних матеріалів для потреб електроніки, в тому числі надпровідникових матеріалів.

Керамічні матеріали для потреб електроніки, в тому числі надпровідникові керамічні матеріали не мають високої стійкості до оточуючого середовища (пари води та конденсована волога, діоксид вуглецю, пари кислот тощо). Для підвищення стійкості таких матеріалів використовують різноманітні способи, наприклад, покриття захисними лаками чи плівками, просочування надпровідникових керамічних матеріалів різноманітними мономерними чи полімерними композиціями. Як правило, захисні покриття лаками чи плівками не дають 100% гарантії захисту керамічного матеріалу від дії агресивного середовища. Надійним способом захисту від дії агресивного середовища є просочування різними органічними речовинами. Особливо перспективним є просочування мономерами, які після просочування полімеризуються, захищаючи керамічний матеріал від дії навколишнього середовища, одночасно покращуючи його механічні властивості.

Відомий спосіб просочування керамічного матеріалу (Заявка Японії № 55-162489, МПК С 04 В 41/04, заявл. 31.05.79, № 54-68431, опубл. 17.12.80). Згідно з цим способом, у розташовану в барокамері еластичну ємність, заповнену просочувальною рідиною, поміщають вакуумований керамічний зразок. У барокамері створюють високий надлишковий тиск, еластична ємність стискується і, як наслідок тиску у ємності, просочувальна рідина проникає в пори матеріалу. Процес просочування проводять при нагріванні.

Причинами, які перешкоджають отриманню потрібного технічного результату, є складність та багатостадійність процесу, у якому використовують вакуумування, з наступною дією високого тиску в барокамері.

Як прототип обрано спосіб просочення надпровідної кераміки (J. Am. Ceram. Soc., v. 72, p. 1247-1248, 1989). Згідно з яким, зразок керамічного матеріалу занурювали у органічну рідину (2-етилгексилакрилат) у круглодонній колбі, потім колбу підключали до вакуумної установки і створювали помірний вакуум (при якому органічна рідина ще не дуже швидко випаровується), та залишали зразок для просочення на 12 годин.

Причинами, які перешкоджають отриманню потрібного технічного результату, є недостатньо ефективний захист керамічного матеріалу від дії агресивного навколишнього середовища, як наслідок невисокого ступеню заповнення пор керамічного матеріалу, особливо дрібнодисперсних, а також досить довготривалий процес просочування.

В основу винаходу поставлено задачу у способі просочування пористого матеріалу органічними речовинами шляхом зміни параметрів процесу, а також введення нових операцій забезпечити підвищення захисту керамічного матеріалу від дії агресивного середовища, а також досягти збільшення ступеня заповнення пор матеріалу органічними речовинами.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі просочування пористого матеріалу органічними речовинами, який включає зануренням зразка керамічного матеріалу в органічну речовину і наступне вакуумування, згідно з винаходом, органічну речовину охолоджують до температури, ни-

(19) UA (11) 37780 (13) A

жчої, ніж температура її кристалізації, на закристалізовану органічну речовину кладуть керамічний матеріал, створюють вакуум  $10^{-4}$ - $10^{-1}$  мм рт. ст., нагрівають до розплавлення органічної речовини і повного занурення керамічного матеріалу в рідину, після чого тиск підвищують до атмосферного.

Спосіб здійснюють таким чином. У колбу із стандартним шліфом наливають органічний мономер (етиленглікольдиметакрилат). Колбу занурюють у посудину Дюара з рідким азотом. Після припинення бурного кипіння рідкого азоту на поверхню мономера, який замерз, кладуть зразок високотемпературної надпровідникової кераміки (ВТНП), закривають насадкою з вакуумним краном та підключають до вакуумної установки. Створюють вакуум  $10^{-4}$ - $10^{-1}$  мм. рт. ст. і закривають кран. Після цього колбу виймають з рідкого азоту і залишають при кімнатній температурі. Органічний мономер розплавляється, і керамічний матеріал занурюється у рідкий мономер, який поступово заповнює пори керамічного матеріалу. Просочений мономером керамічний матеріал виймають з колби і проводять полімеризацію. Одержаний після просочення і полімеризації керамічний матеріал досліджували на стійкість до дії водяних парів при підвищеній температурі, контролюючи зміну магнітних і електричних властивостей та фазового складу зразків до і після дії парів води протягом 5 діб при  $40^{\circ}\text{C}$ , а також розраховували ступінь заповнення пор керамічного матеріалу мономером.

Фазовий склад зразків контролювали за допомогою рентгенівської установки "Дрон-3", використовуючи  $\text{CuK}\alpha$  випромінювання та нікелевий фільтр. Резистивні властивості вимірювали за допомогою установки "АСТС", інтервал вимірюваних опорів  $10^{-5}$ - $10^2$  Ом. За зміною магнітних властивостей спостерігали, використовуючи установку "МРС-100", з відносною похибкою вимірювання менше ніж 1%.

Для здійснення способу брали такі пристрої та матеріали: вакуумний насос ВН-461М ТУ 26-06-459-69, круглодонну колбу із шліфом, насадку з вакуумним краном для з'єднання колби з вакуумним насосом, мономер - етиленглікольдиметакрилат марки ч., ініціатор - бензоїлпероксид марки х.ч., ВТНП-кераміку складу  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ .

Спосіб ілюструється такими конкретними прикладами реалізації:

Приклад 1. У круглодонну колбу із стандартним шліфом наливають 5 мл 5% розчину ініціатора (бензоїлпероксид) у мономері (етиленглікольдиметакрилат) і заморожують у рідкому азоті. Після припинення бурного кипіння рідкого азоту на поверхню мономера, який затвердів, кладуть попередньо висушений при  $110^{\circ}\text{C}$  зразок ВТНП кераміки складу  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Закривають колбу насадкою з вакуумним краном і вакуумують до тиску  $10^{-1}$  мм рт. ст. Після цього закривають кран насадки, виймають колбу з рідкого азоту і залишають при кімнатній температурі. Мономер розплавляється, і зразок кераміки повністю занурюється в рідкий мономер. Після цього відкривають кран насадки, створюючи в колбі тиск, рівний атмосферному. При дії атмосферного тиску мономер заповнює вакуумовані пори керамічного матеріалу. Просочений зразок виймають і для полімеризації нагрівають до  $85^{\circ}\text{C}$ , і витримують протягом однієї години. Одержаний таким чином керамічний матеріал досліджують як описано вище. Результати досліджень наведені в прикладі 1 таблиці.

Приклади 2, 3. Спосіб реалізували, як описано у прикладі 1, за винятком того, що при вакуумуванні досягали різного тиску. Тиск при вакуумуванні та результати досліджень зразків наведені у прикладах 2, 3 таблиці.

Таблиця

Параметри досліджуваних зразків та умови дослідження	Числові значення для прикладів			
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
Вакуум, мм рт. ст.	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-4}$	50
Зміна магнітної сприйнятливості після дії водяних парів	не змінюється	не змінюється	не змінюється	значно зменшується
Зміна відносного електричного опору, при $25^{\circ}\text{C}$ , після дії водяних парів	практично не змінюється	не змінюється	не змінюється	значно зростає
Зміна фазового складу після дії водяних парів	не змінюється	не змінюється	не змінюється	з'являються продукти розкладу ВТНП кераміки
Ступінь заповнення пор, %	~100%	~100%	~100%	~60%

Приклад 4. Спосіб здійснювали так, як і у прикладі 1, за винятком того, що вакуумування проводили при 50 мм рт. ст. Результати досліджень наведені в прикладі 4 таблиці.

Наведені приклади показують, що за межами заявленого інтервалу вакуумування стійкість, що-

до агресивних факторів оточуючого середовища істотно погіршується.

Наведений спосіб простий у використанні, може здійснюватися на стандартному обладнанні.

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2001 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---