

2. *Бережной А. С., Гулько Н. В.* Титанат алюминия как огнеупорный материал // Научные работы по химии и технологии силикатов.— М., 1956.— С. 217—234.

3. *Винчелл А. Н., Винчелл Г.* Оптические свойства искусственных минералов.— М., 1967.— 526 с.

4. *Бобкова Н. М.* Пути получения жаростойких стеклокристаллических материалов с низким коэффициентом термического расширения // Физико-химические проблемы жаростойкости. — Днепропетровск, 1980.— С. 124—125.

5. *Силич Л. М., Бабушкин О. С., Бережная В. В.* О влиянии  $ZrO_2$  на формирование титаната алюминия // Стекло, ситаллы и силикаты.— Минск, 1984.— Вып. 13.— С. 110—114.

УДК 666.01

Н. Н. Ермоленко, Е. Ф. Карпович, З. Ф. Манченко,  
И. А. Тихонов, Е. Ф. Сидорович

### ВЛИЯНИЕ ОСНОВНЫХ ФАКТОРОВ ПОМОЛА НА ДИСПЕРСНОСТЬ СТЕКЛОПОРОШКА

Одним из эффективных методов интенсификации физико-химических процессов, протекающих с участием твердых фаз, является повышение степени их дисперсности [1]. Гранулометрическое состояние частиц оказывает большое влияние на технологию получения диэлектрических паст и их физико-химические свойства [2—6].

В настоящей работе излагаются результаты изучения зависимости дисперсности стеклопорошка от скорости и времени помола. В качестве опытных были выбраны стекла, предназначенные для получения паст, применяемых в микроэлектронике.

Установлено, что оптимальная фракция для стекла— 1,3—3,2 мкм (допустимо 4—6 мкм), при этом она должна быть меньше диаметра частиц керамики или равна ему. Помол осуществляли в планетарной шаровой мельнице. Для помола использовали агатовые емкости и шары, которые устраняли наличие намола. В качестве жидкости применялась дистиллированная вода, количество которой было идентично количеству стеклопорошка.

При изучении влияния различных факторов на удельную поверхность стеклопорошка и получение его с оптимальной фракцией в качестве факторов варьирования были выбраны основные параметры режима помола: масса шаров в мельнице  $X_1$ ; масса стеклопорошка, загружаемого для помола  $X_2$ , и время помола  $X_3$  (табл. 1). Основной уровень исследования базировался на предварительных экспериментальных данных.

Изменение основных параметров режима помола

| Уровни исследования   | $X_1$ , кг | $X_2$ , кг | $X_3$ , ч |
|-----------------------|------------|------------|-----------|
| Основной уровень      | 0,20       | 0,100      | 2,0       |
| Интервал варьирования | 0,05       | 0,025      | 0,5       |
| Верхний уровень (+)   | 0,25       | 0,125      | 2,5       |
| Нижний уровень (-)    | 0,15       | 0,075      | 1,5       |

Исходя из технологических соображений и в связи с отсутствием литературных данных по этому вопросу оценивали влияние каждого из выбранных параметров помола и эффектов их парного взаимодействия:  $X_{1,2}$ ,  $X_{1,3}$ ,  $X_{2,3}$ . В качестве контрольных свойств были выбраны: удельная поверхность  $Y_1$  и процентное содержание оптимальной фракции  $Y_2$  в размолотых порошках, определенное по счетчику Культера. В табл. 2 приведены средние арифметические значения для указанных величин  $Y_{1cp}$  и  $Y_{2cp}$  соответственно по данным двух параллельных определений.

По данным двух параллельных определений  $Y_1$  и  $Y_2$  установили дисперсию опыта  $S^2(Y)$ , по которой находили ошибку опыта  $v_{крит}$  (при критерии Стьюдента  $t=0,5$ ) [7]:

$$v_{крит} = t \frac{S^2\{Y\}}{\sqrt{n \cdot N}},$$

где  $n$  — количество параллельных опытов;  $N$  — количество всех опытов.

Значения коэффициента регрессии  $v_i$  определяли по формуле [7]

$$v_i = \frac{\sum_{u=1}^N X_{i,u} \cdot Y_u}{N}; \quad i = 1, 2, \dots, k,$$

где  $k$  — число факторов;  $Y_u$  — средние выходы эксперимента;  $X_{i,u}$  — кодовое обозначение факторов.

В результате получены следующие данные (табл. 3). Величина и знак коэффициента регрессии позволяют

определить степень и направление влияния как каждого из факторов на удельную поверхность стеклопорошка и процентное содержание оптимальной фракции, так и эффектов их парного взаимодействия.

Проведенный опыт и расчеты дали возможность получить следующие интерполяционные уравнения:

$$Y_1 = 2777,5 + 18,75X_1 + 217,5X_2 - 266,25X_3 + \\ + 23,75X_{1,2} - 551,25X_{2,3} + 52,5X_{3,1},$$

$$Y_2 = 61,25 + 6,32X_1 + 4,54X_2 - 3,81X_{1,2} - 4,25X_{2,3} - 3,10X_{1,3}.$$

Линейность данных математических моделей была проверена по критерию Фишера. Проверка показала их адекватность.

В результате анализа уравнений регрессии установлено, что на величину удельной поверхности стеклопорошка решающее влияние оказывают факторы  $X_2$  и  $X_3$ , в основном — эффект их парного взаимодействия  $X_{2,3}$ . На процентное содержание оптимальной фракции оказывают влияние факторы  $X_1$  и  $X_2$ . Фактор  $X_3$  не вошел в уравнение регрессии, так как он оказался незначимым по сравнению с  $V_{крит}$ .

Таким образом, в обоих уравнениях регрессии решающий фактор —  $X_2$  (масса стеклопорошка).

Зная влияние переменных факторов помола на удельную поверхность и оптимальное процентное содер-

Таблица 2

Матрица планирования и результаты эксперимента

| № опыта | $X_1$            | $X_2$ | $X_3$ | $X_1$ , кг | $X_2$ , кг | $X_3$ , ч | $Y_{1ср}$ , м <sup>2</sup> /кг | $Y_{2ср}$ , % |
|---------|------------------|-------|-------|------------|------------|-----------|--------------------------------|---------------|
| 1       | —                | —     | —     | 0,15       | 0,075      | 1,5       | 1755                           | 37,15         |
| 2       | +                | —     | —     | 0,25       | 0,075      | 1,5       | 2065                           | 70,0          |
| 3       | —                | +     | —     | 0,15       | 0,125      | 1,5       | 3460                           | 68,75         |
| 4       | +                | +     | —     | 0,25       | 0,125      | 1,5       | 3435                           | 73,60         |
| 5       | —                | —     | +     | 0,15       | 0,075      | 2,5       | 2645                           | 57,25         |
| 6       | +                | —     | +     | 0,25       | 0,075      | 2,5       | 2315                           | 64,95         |
| 7       | —                | +     | +     | 0,15       | 0,125      | 2,5       | 1715                           | 59,10         |
| 8       | +                | +     | +     | 0,25       | 0,125      | 2,5       | 1910                           | 64,25         |
| 9       | основной уровень |       |       | 0,20       | 0,100      | 2,0       | 2765                           | 60,25         |

Коэффициенты регрессии основных параметров помола  
и их эффектов парного взаимодействия

| Контрольные<br>свойства<br>порошка                   | $V_{\text{крит}}$ | Коэффициенты регрессии |       |       |         |           |           |           |
|--|-------------------|------------------------|-------|-------|---------|-----------|-----------|-----------|
|  |                   | $V_0$                  | $V_1$ | $V_2$ | $V_3$   | $V_{1,2}$ | $V_{2,3}$ | $V_{1,3}$ |
| Удельная по-<br>верхность,<br>$\text{м}^2/\text{кг}$ | 12,5              | 2777,5                 | 18,75 | 217,5 | -266,25 | 23,75     | -551,25   | 52,5      |
| Содержание<br>оптималь-<br>ной фрак-<br>ции, %       | 1                 | 61,25                  | 6,32  | 4,54  | -0,49   | -3,81     | -4,25     | -3,10     |

жание фракции от 1,3 до 3,2 мкм, необходимой для композиционного материала, можно управлять процессом помола и получать стеклопорошок с заданными удельной поверхностью и гранулометрическим составом.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Кайнарский И. С., Орлова И. Г. Вибрационное измельчение огнеупорных материалов // Бюл. науч.-техн. информ.—Харьков, 1957.— С. 29—37.
2. Дональд Р. Ульрих. Диэлектрические материалы, способы их обработки и контроля: Пер. с англ.—Одесса, 1982.— № 503.
3. Кнёркманн Н., Нейманг В. Über Depolarisationseffekte in polykristallinem  $\text{BaTiO}_3$  // Z. f. angew. Phys.—1954.— Bd 6, H. 9.— S. 385—388.
4. Egerton L., Koonce S. E. Effect of firing cycle on structure and some dielectric and piezoelectric properties of barium titanate ceramics // J. Amer. Ceram. Soc.—1955.— Vol. 38, N 11.— P. 412—415.
5. Ciarrapico I. O., Levaldi A., Shoijet M. Sur la modification de certaines propriétés électriques du titanate de baryum fritté, en fonction de la dimension des grains // C. r. Acad. Sci.—1962.— Vol. 254, N 7.— P. 1219—1223.
6. Демьянов В. В., Соловьев С. П. Исследование динамической поляризации сегнетоэлектриков // Журн. эксперим. и теорет. физики.—1967.— Т. 53. Вып. 6 (12).— С. 1858—1862.
7. Вознесенский В. Статистические решения в технологических задачах.— Кишинев, 1969.— 232 с.