

## ЛИТЕРАТУРА

1. Куртисов А. И. Некоторые физико-химические свойства бесшесточных алюмоборосиликатных стекол // Тр. ГИС: Стекло.— М.— 1968.— № 3.— С. 76—81.
2. Пайденов А. П. Теплостойкие с низкой кристаллизационной способностью стекла системы  $\text{SiO}_2\text{—Al}_2\text{O}_3\text{—BaO}$  и влияние катализаторов на их свойства // Тр. ГИС: Стекло.— М.— 1963.— № 3.— С. 75—80.
3. Аппен А. А. Температуроустойчивые неорганические покрытия.— Л., 1976.— 295 с.
4. Аппен А. А. Химия стекла.— Л., 1974.— 315 с.
5. Гребенькова В. И., Балашова Н. А. Исследование процесса кристаллизации стекол системы  $\text{SiO}_2\text{—ZnO—Li}_2\text{O}$  // Тез. III Всесоюз. конф. «Неорганические стекловидные материалы и пленки на их основе в микроэлектронике».— М., 1983.— С. 52.
6. Петрова В. З., Ермолаева А. И. Влияние добавок оксидов различных металлов на кристаллизационную способность стекол в системе  $\text{SiO}_2\text{—ZnO—Li}_2\text{O}$  // Науч. тр. по пробл. микроэлектроники.— М., 1972.— Вып. 8.— С. 90—97.
7. Топфер М. Микроэлектроника толстых пленок.— М., 1973.— 260 с.

УДК 666.762

Л. М. Силич, А. А. Степанчук, С. А. Гайлевич

### ВЛИЯНИЕ СВЯЗУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ НА СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ТИАЛИТА

Развитие науки и техники выдвигает задачу создания новых синтетических материалов, обладающих высокими показателями термических, механических и других свойств.

Исследование титаната алюминия предполагает возможность получения на его основе термостойких жаропрочных материалов [1, 2]. Кристаллическая фаза  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  выгодно отличается от других сочетанием уникальных тепловых свойств: температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) характеризуется отрицательными и слабоположительными значениями [2], а температура его плавления примерно 2163 К [3]. Однако реализация этих свойств возможна при условии их стабилизации и получения на основе  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  механически прочных композиций [4].

В настоящей работе освещаются результаты исследования, предпринятого с целью изучения влияния связующих (глинистых) материалов на фазовый состав и свойства титанитовой керамики.

Для получения титаната алюминия в процессе твердофазового спекания использовались  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (глинозем),  $\text{TiO}_2$  (рутил) и  $\text{ZrSiO}_4$  (цирконовый концентрат). Цирконовый концентрат служил добавкой, положительно влияющей на процесс спекания титалита [5]. Кроме того,  $\text{ZrSiO}_4$  относится к недефицитным материалам. Указанные оксиды в соотношении 1:1:0,5 соответственно спекали при температуре 1823—1873 К, измельчали до достижения удельной поверхности, равной 60 м<sup>2</sup>/кг, и смешивали с исследуемыми связующими материалами — веселовской глиной, бентонитом, каолином, массовая доля которых составляла 10—20%. Из полученной массы при влажности 14—15% отпрессовывались образцы размером 0,5×0,003×0,003 м.

При введении связующих материалов улучшается спекание. Образцы, содержащие 10—15% глинистых добавок, спекались при 1623 К. С увеличением массовой доли глинистой составляющей до 20% температура обжига образцов снижается до 1573 К. Наличие глинодержающих компонентов обеспечивает образование небольшого количества расплава, что ускоряет твердофазовую реакцию между зернами  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ , так как процесс облегчается в связи с присутствием маловязкой жидкой фазы. Благодаря участию расплава диффузия активизируется при пониженных температурах.

Определяющим показателем при получении высокопрочных материалов является ТКЛР. Поэтому весьма интересен с научной и практической точки зрения вопрос о возможности варьирования ТКЛР титалита путем модифицирования последнего.

Исследование влияния глинистых связующих на ТКЛР проводилось на горизонтальном кварцевом dilatометре ДКВ-4 в интервале температур 293—573 К.

Установлено, что с увеличением содержания связующих материалов ТКЛР возрастает (рис. 1). Слабоположительные значения ТКЛР синтезированных материалов свидетельствуют об их высокой термостойкости.

Температура начала деформации всех образцов была выше 1773 К, что говорит об их высокой жаропрочности.

На прочностные свойства керамики влияют структура материала и его пористость. С увеличением пористости все прочностные характеристики керамики снижаются вследствие концентрации напряжений вокруг пор и уменьшения контактной поверхности соприкосновения

отдельных зерен. Керамика мелкозернистого строения, как правило, обладает большей прочностью, чем крупнозернистая, при одном и том же фазовом и химическом составе.

Открытая пористость, водопоглощение и кажущаяся плотность определялись методом кипячения и взвешивания согласно ГОСТу 2409-80.



Рис. 1. Изменение ТКЛР композиционного материала на основе титалита в зависимости от вида и количества связующего материала:

1—каолин; 2—глина; 3—бентонит

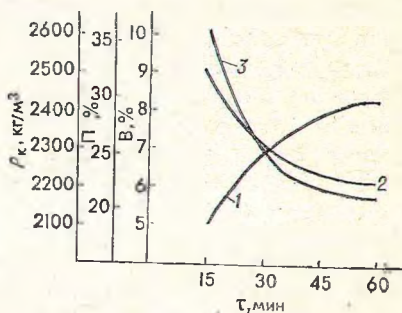


Рис. 2. Изменение физико-механических свойств композиционного материала, содержащего 85% титалита и 15% глины, в зависимости от времени выдержки  $\tau$  при обжиге:

1—кажущаяся плотность; 2—открытая пористость; 3—водопоглощение

Для образца, содержащего 15% глины, увеличение выдержки в печи при 1623 К от 15 до 45 мин вызывает резкое уменьшение открытой пористости  $\Pi_0$  и водопоглощения  $B$  и увеличение кажущейся плотности  $\rho_k$  (рис. 2). Дальнейшая выдержка образца при той же температуре почти не изменяла эти характеристики спеков. Таким образом, оптимальным временем обжига синтезированных композиционных материалов является 45—60 мин.

Результаты измерения кажущейся плотности, открытой пористости и водопоглощения образцов с различным содержанием связующих после обжига при оптимальной температуре в течение 60 мин показали четкую зависимость этих величин от количества связующих. Увеличение их массовой доли от 10 до 20% способствует увеличению кажущейся плотности от 2290 до 2420 кг/м<sup>3</sup>, от 2060 до 2120 кг/м<sup>3</sup>, от 2210 до 2580 кг/м<sup>3</sup> для каолина, бентонита и глины соответственно. Водопоглощение ком-

отношений с каолином, бентонитом и глиной при этом уменьшается от 11,4 до 6,1, от 12,3 до 7,2, от 10,08 до 4,9% соответственно. С увеличением количества добавки уменьшается и открытая пористость материала.

Изменение свойств синтезированных композиционных материалов в зависимости от их состава может быть объяснено изменениями структуры образцов.

Рентгенофазовый анализ образцов тиалита, модифицированного глиной, каолином и бентонитом, показал наличие максимальных по интенсивности пиков для  $Al_2TiO_5$ , следы рутила и  $\alpha$ -глинозема. На рентгенограммах фиксируется также наличие небольшого количества кианита  $Al_2SiO_5$ , интенсивность пиков которого возрастает с увеличением количества связующих. Вхождение катионов добавки  $Zr^{+4}$  в кристаллическую сетку тиалита должно приводить к незначительному снижению ТКЛР [5]. О внедрении катионов в решетку тиалита свидетельствуют сдвиг основных дифракционных максимумов в сторону меньших углов сканирования и перераспределение их интенсивностей. Накопление кианита вызывает повышение ТКЛР. Таким образом, результирующее значение ТКЛР слабopоложительно.

Низкая плотность и высокие значения водопоглощения и открытой пористости у материалов с высоким содержанием тиалита объясняются тем, что сама по себе фаза алюмотитанат имеет низкую природную спайность монокристаллов.

С увеличением содержания глины (каолина, бентонита) увеличивается интенсивность пиков кианита, обладающего самой плотной упаковкой атомов в структуре из всех алюмосиликатов [1].

Таким образом, присутствие кианита в материале повышает его прочностные характеристики, а титанат алюминия, стабилизированный катионами  $Zr^{+4}$ , обеспечивает высокую термостойкость и жаропрочность композиции.

Проведенное нами исследование показало возможность синтеза конструкционных жаропрочных термостойких материалов на основе тиалита с добавкой в качестве связующих глинистых материалов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Брэгг У., Кларингбулл Г. Кристаллическая структура минералов.— М., 1967.— 310 с.

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.