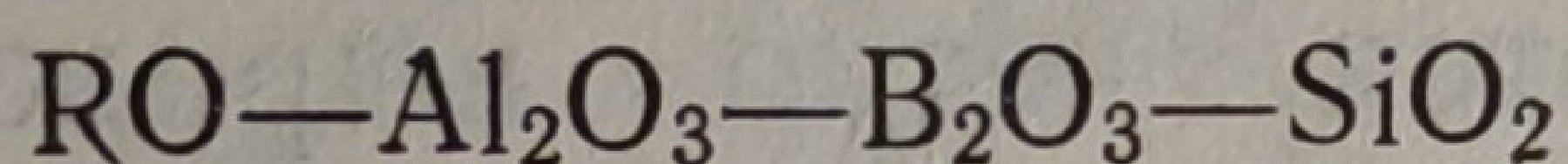


УДК 660.01

Г. Г. Скрипко, М. П. Гласова

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ТЕРМООБРАБОТАННЫХ СТЕКОЛ СИСТЕМЫ



Материалы на основе бесщелочной системы $RO-Al_2O_3-B_2O_3-SiO_2$, где $RO=BaO, SrO, MgO$, представляют несомненный интерес при разработке стеклокристаллических изоляционных покрытий стальных подложек [1]. Процесс создания микросхем на таких подложках включает неоднократные вжигания диэлектрических и резистивных паст. Поэтому одним из условий, которым должны удовлетворять изоляционные материалы, выступает повышенная температура начала размягчения, что возможно в случае использования стекол ситаллизирующихся составов.

Объектом нашего исследования послужили стекла вышеуказанной системы, составы которых отвечают тре-

бованиям, предъявляемым к стеклам для покрытия и изоляции стальных подложек [2].

Термообработка опытных стекол проводилась в интервале температур 700—950 °С через 50° с выдержкой при каждой температурной экспозиции 2 ч. Качественное изменение характера структуры оптимального состава стекла в результате термообработки при различных температурах определено нами с помощью электронно-микроскопического исследования, а также рентгенофазового анализа. Электронно-микроскопические снимки были выполнены на микроскопе ЭМ-7, а рентгенограммы получены на установке ДРОН-2 с излучением $\text{CuK}\alpha$.

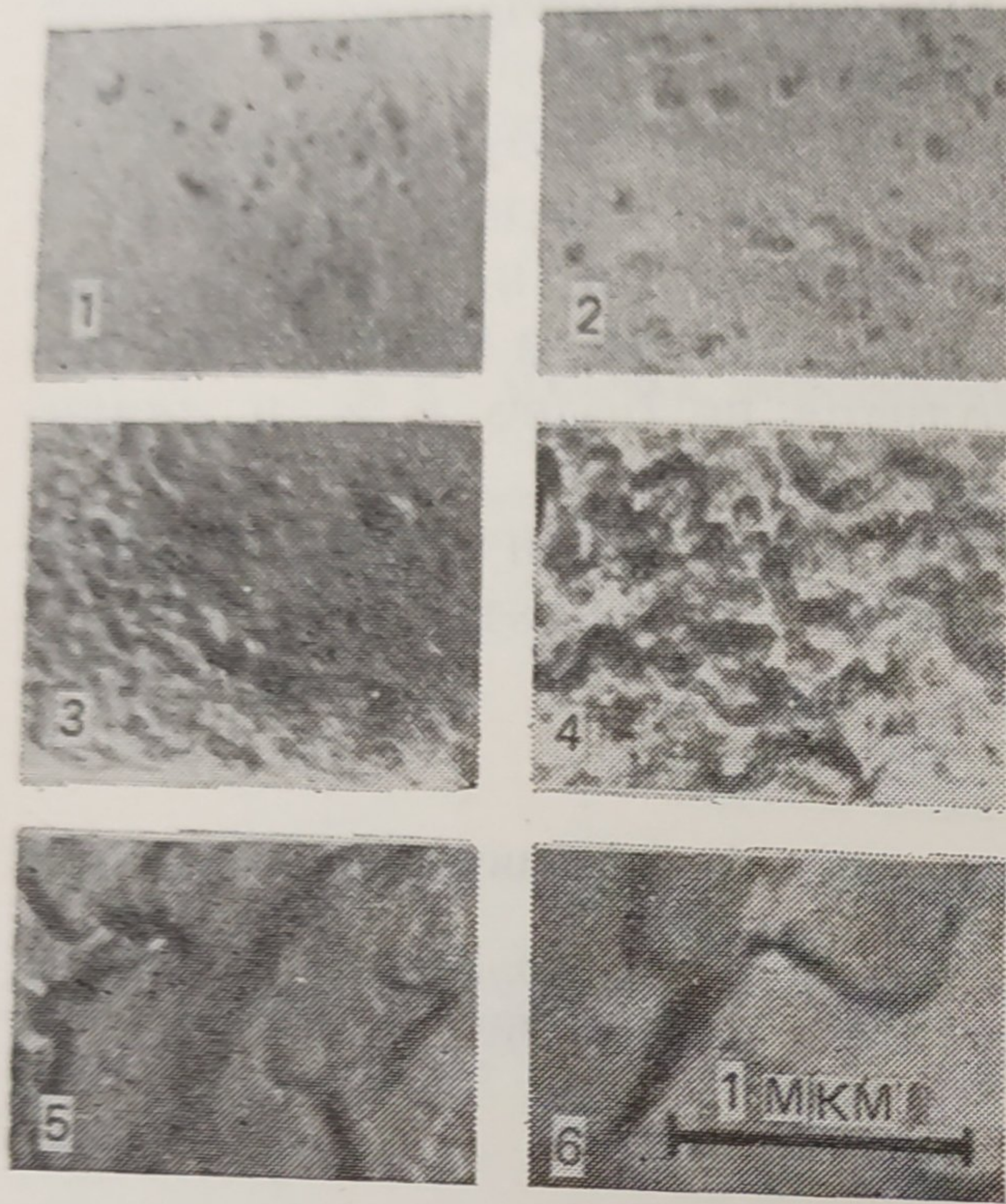


Рис. 1. Электронно-микроскопические снимки термообработанного оптимального стекла:

1 — исходное стекло; 2 — 700 °С; 3 — 750 °С; 4 — 800 °С; 5 — 850 °С; 6 — 950 °С

700—750 °С, имеются четко выраженные отдельные структурные микронеоднородности размером $\sim 0,1$ мкм, равномерно распределенные по всему полю. При термообработке образцов при температуре 800—850 °С микронеоднородности объединяются, увеличиваясь в размерах.

На рентгенограммах образцов, прошедших термообработку при 700—750 °С, дифракционные максимумы отсутствуют, что свидетельствует об их рентгеноаморфности (рис. 2).

Незначительное изменение температуры начала размягчения $t_{н.р}$ и температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) стекол при 700—750 °С, по-видимому, является следствием некоторого упорядочения структуры стекла (рис. 3).

При термообработке стекла при 750—800 °С на соот-

ветствующих рентгенограммах возникают максимумы небольшой интенсивности, что говорит о начале кристаллизации основных кристаллических фаз — β -цельзиана (0,347, 0,338, 0,302 нм) и α -гексацельзиана (0,395, 0,297,

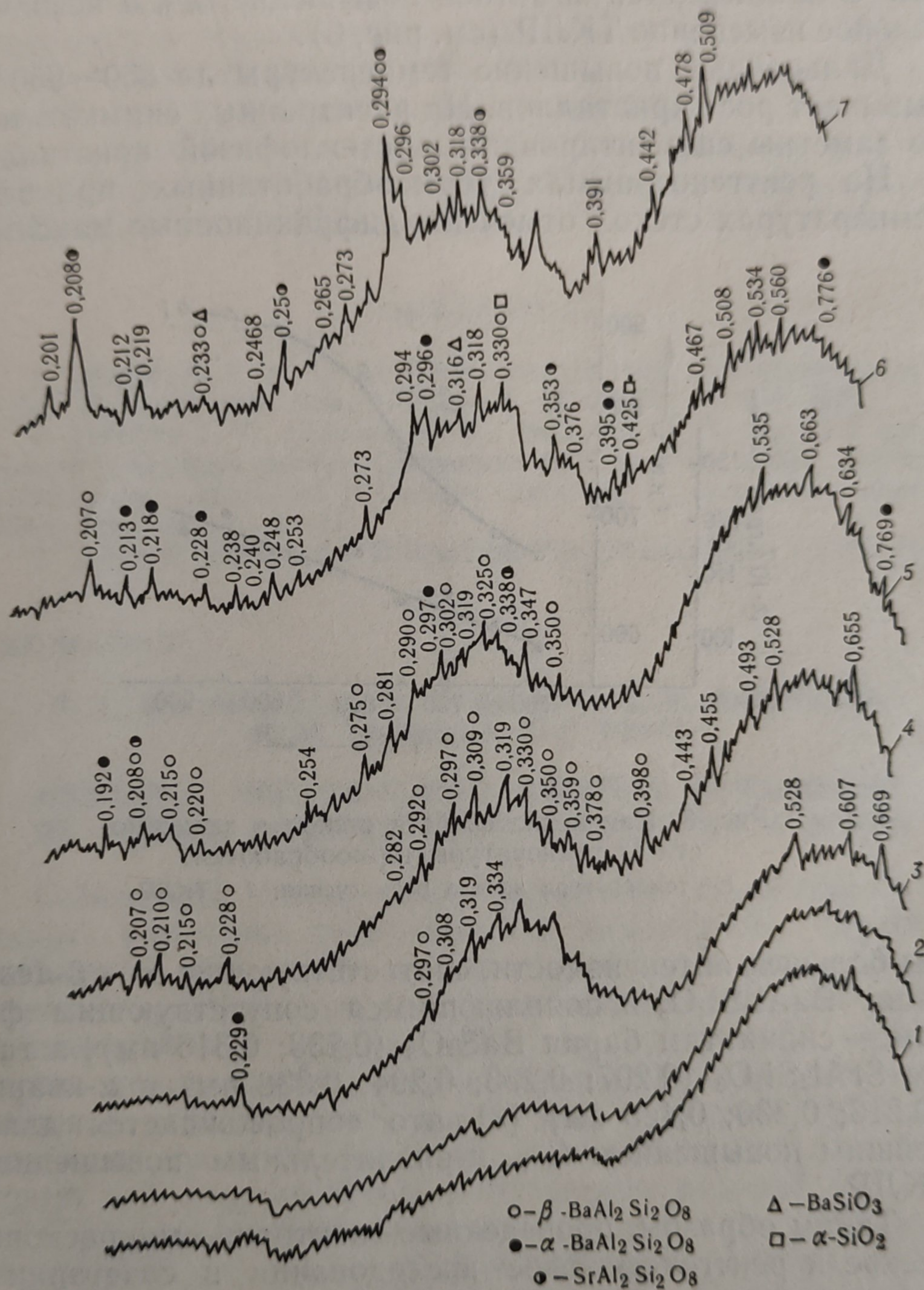


Рис. 2. Дифрактограммы продуктов кристаллизации оптимального стекла, термообработанного при различных температурах:

1 — исходное; 2 — 700 °C; 3 — 750 °C; 4 — 800 °C; 5 — 850 °C; 6 — 900 °C; 7 — 950 °C. Межплоскостные расстояния даны в нанометрах

0,260 нм) [3]. Электронно-микроскопические снимки показывают наличие небольших кристаллов и еще достаточного количества стеклофазы. На графике зависимости свойств стекла от температуры термообработки при 750 °С наблюдается заметное повышение $t_{н.р}$ и незначительное изменение ТКЛР (см. рис. 3).

Дальнейшее повышение температуры до 850—950 °С вызывает рост кристаллов. На электронных снимках четко заметны сцементированные стеклофазой кристаллы.

На рентгенограммах термообработанных при этих температурах стекол отмечены дифракционные максимумы

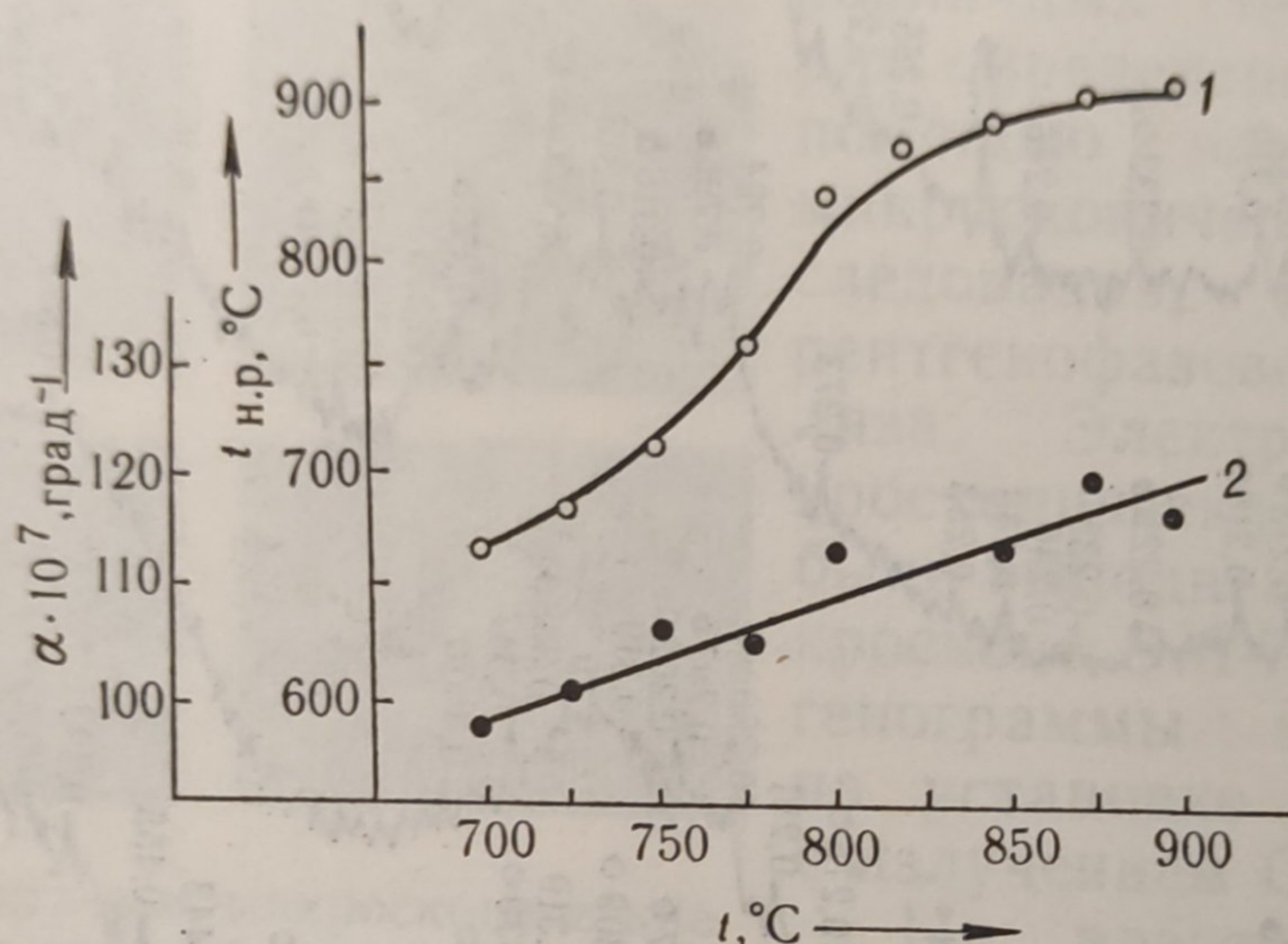


Рис. 3. Изменение свойств стекол в зависимости от температуры термообработки:

1 — температура начала размягчения; 2 — ТКЛР

мы большей интенсивности, соответствующие α - и β -цельзиану $BaAl_2Si_2O_8$ и появляющимся сопутствующим фазам — силикатам бария $BaSiO_3$ (0,233; 0,316 нм), а также $SrAl_2Si_2O_8$ (0,207; 0,233; 0,294; 0,338 нм) и α -кварцу (0,213; 0,330; 0,425 нм) [3], что сопровождается дальнейшим повышением $t_{н.р}$, незначительным повышением ТКЛР.

Таким образом, проведенные электронно-микроскопическое и рентгенофазовое исследования в сочетании с изучением ряда свойств позволили выявить некоторые структурные изменения, происходящие в процессе кристаллизации стекол в системе $RO-Al_2O_3-B_2O_3-SiO_2$.

Результаты рентгенофазового исследования продуктов термообработки стекол изученной области вышеука-

занной системы дают возможность сделать следующий вывод. В качестве основной кристаллической фазы выделяется цельзиан в двух кристаллографических формах: моноклинный β -цельзиан и α -гексацельзиан. По-видимому, имеется благоприятное количественное соотношение этих кристаллических фаз, что и обеспечивает исследуемому стеклу максимальные показатели свойств. Температура термообработки 750—850 °С оказывается достаточной для кристаллизации некоторого количества β -цельзиана, которое может быть оптимальным для получения стеклокристаллического покрытия с требуемыми диэлектрическими свойствами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Журавлев Г. И. Стекла для электронной промышленности // Журн. Всесоюз. хим. о-ва.— 1982.— Т. 27, № 5.— С. 518—524.
2. Скрипко Г. Г., Гласова М. П., Ржевская С. П. Синтез и исследование некоторых физико-химических свойств стекол для электроизоляционных покрытий // Стекло, ситаллы и силикаты.— Минск, 1984.— Вып. 13.— С. 8—11.
3. Index to the Powder Diffraction File, Philadelphia, ASIM, 1970.