



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 721378

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 13.08.75 (21) 2163184/29-33

(23) Приоритет - (32) 13.08.75

(31) WP C04B/180456 (33) ГДР

(51) М. Кл.²

C 04 B 35/48
C 04 B 35/00

Опубликовано 15.03.80. Бюллетень № 10

(53) УДК 666.593
(088.8)

Дата опубликования описания 15.03.80

(72) Авторы
изобретения

и

Иностранцы
Иоахим Вигманн, Гюнтер Крюгер, Иоахим Грауль,
Вальтер Либшвагер и Вернер Тюмлер
(ГДР)

(71) заявители

(54) КЕРАМИЧЕСКАЯ МАССА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ
ПЛОТНЫХ ЭЛЕКТРОИЗОЛЯЦИОННЫХ ИЗДЕЛИЙ

1

Изобретение относится к огнеупорным керамическим материалам, покрываемым глазурью, с высокой плотностью и механической прочностью.

Наиболее близкой по технической сущности и достигаемому результату является огнеупорная масса для изготовления многослойных диэлектриков, включающая вес. %: тонкомолотое свинцовобариовоборосиликатное стекло 40-60 и кристаллический материал, например, циркон, 40-60. Температура спекания этого материала 1000°C [1]. Однако изделия из этой смеси имеют недостаточную высокую прочность из-за несоответствия коэффициента линейного расширения стекла и циркона.

Цель изобретения - повышение механической прочности.

Цель изобретения - повышение механической прочности.

Поставленная цель достигается тем, что керамическая масса для изготовления плотных электроизоляционных керамических изделий, включающая циркон и стекло, содержит магний-кальцийалюминиевосиликатное стекло состава, мол. %: SiO₂ 55-65, Al₂O₃ 12-18, MgO 7-20, CaO 4-10 и по крайней мере один окисел из группы B₂O₃, BaO, ZnO,

2

R₂O 3-11,5 при следующем соотношении компонентов, вес. %:

Циркон 40-64

Магнийкальцийалюминиевосиликатное стекло 36-60

Причем, масса содержит циркон фракции, вес. %:

0,01-6,3 мкм 30-99

6,3-30 мкм 0,5-65

30-100 мкм 0,5-5,

а стекло фракции, вес. %:

0,01-2 мкм 25-99

2,0-15 мкм 0,5-70

15-100 мкм 0,5-5

При данном составе стекла разность средних коэффициентов линейного расширения от 20 до 400°C между цирконом и стеклами составляет 1,0·10⁻⁶ град⁻¹.

В качестве сырьевого материала может применяться как чистый размолотый циркон, так и размельченный цирконный концентрат со следующим химическим составом, вес. %:

ZrSiO₄ Не менее 94,0

Al₂O₃ и не связанная с двуокисью циркония

SiO₂ Не более 4,0

TiO₂, Fe₂O₃, CaO, R₂O Не более 0,8

Изделия из данной шихты изготовляют любой формы и обжигают при температуре менее 1050°C. Формирование может осуществляться как литьем шликера, так и путем прессования гранулята по известной керамической технологии.

Пример 1. В шаровой мельнице сухим способом измельчают циркон до следующих фракций, вес. %:

0,01-6,3 мкм	48
6,3-30 мкм	48
30-100 мкм	4

Берут стекло в виде фритты следующего химического состава, мол. %:

SiO₂ 60,7, Al₂O₃ 14,5, MgO 7,4, CaO 6,1, BaO 2,5, B₂O₃ 8,3 и R₂O 0,5 со следующими физическими параметрами, приведенными ниже:

Коэффициент термического расширения КТР при 120-400°C, град	3,8 · 10 ⁻⁶
Температура трансф. стекла T _g , °C	738
Температура размягчения стекла T _{soft} , °C	949
Модуль упругости E, кг · см ⁻²	0,9 · 10 ⁶

Сначала размельчают его с помощью щековой дробилки и очищают от металлических частиц посредством пропускания через магнитный сепаратор. Далее стекло размалывают в вибрационной мельнице мокрым способом, до следующих фракций, вес. %:

0,01-2 мкм	37
2-15 мкм	60
15-100 мкм	3

Затем 40,3 г стекла и 59,7 г циркона подвергают совместному измельчению, к этой смеси добавляют 13,5 г водного раствора поливинилового спирта и интенсивно перемешивают.

Из приготовленной таким образом смеси формуют изделия методом сухого прессования при удельном давлении 1000 кг/см². Плотность получаемого сырья составляет 60-63% от теоретической. Затем изделия нагревают в муфельной печи до 600°C при выдержке в течение 1 ч, а затем доводят до температуры спекания с различной выдержкой.

Спеченные изделия, полученные после обжига при различных режимах обжига имеют следующие свойства: приведенные в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Характеристики	Обжиг 1	Обжиг 2	Обжиг 3
Температура спекания, °C	975	975	975
Продолжительность спекания, ч	1	2	3
Линейная усадка при обжиге по отношению к прессованному сырцу, %	11,6	11,8	11,8
Плотность от теоретической, %	92,3	93,3	93,3
Прочность на изгиб, кг/см ²	1150	1530	1510
Средний коэффициент линейного расширения (50-400°C) 10 ⁻⁶ град ⁻¹	-	3,0	-

Электрические свойства замерены на образцах, полученных после обжига 2 и имеют следующие результаты, приведенные ниже.

Удельное объемное сопротивление, ом · см	
при 200°C	6,9 · 10 ¹¹
при 400°C	1,7 · 10 ⁹
при 600°C	4,9 · 10 ⁷
Коэффициент диэлектрических потерь при 3,2 Мгц равен 10,3 · 10 ⁻⁴ .	

55

Пример 2. По технологии, описанной в примере 1, готовят смесь циркона фракции, вес. %:

0,01-6,3 мкм	48
6,3-30,0 мкм	48
30,0-100,0 мкм	4

60

со стеклом следующего химического состава, мол. %: SiO₂ 57,7, Al₂O₃ 14,4, MgO 15,7, CaO 8,5, BaO 0,8, B₂O₃ 1,2,

R_2O 0,4 и следующими физическими параметрами, приведенными ниже.

Коэффициент термического расширения КТР при (20-400°C), град⁻¹ $4,3 \cdot 10^{-6}$
 Температура трансформ. стекла T_g , °C 738
 Температура размягчения стекла T_{soft} , °C 950
 Е, кг/см⁻² $0,8 \cdot 10^6$
 Причем стекло имеет фракцию, вес. % 10

0,01-2 мкм 33
 2-15 мкм 65
 15-100 мкм 2

Полученная смесь включает 52 г стекла и 48 г цирконового концентрата, из которой по технологии описанной в примере 1, формуют фасонные изделия и обжигают. Спеченные изделия в зависимости от режима обжига имеют следующие свойства, приведенные в табл.2.

Т а б л и ц а 2

Характеристики	Обжиг 1	Обжиг 2	Обжиг 3	Обжиг 4	Обжиг 5
Температура спекания, °C	955	955	975	975	975
Продолжительность спекания, ч	2	4	0,5	1	4
Линейная усадка при обжиге по отношению к прессованному изделию, %	12,0	12,0	12,0	12,2	12,3
Плотность сырца от теоретической, %	93,5	93,3	93,6	94,4	94,5
Прочность на изгиб, кг/см ²	1660	1680	1410	1720	1730

Электрические свойства изделий замеряют на образцах после обжига 2 и 5 и имеют следующие результаты, приведенные ниже.

Удельное объемное сопротивление, Ом·см.

при 200°C обжиг 2 обжиг 5
 400°C $1,4 \cdot 10^{10}$ 10^{10}
 600°C $1,7 \cdot 10^9$ $2,4 \cdot 10^8$

Коэффициент диэлектрических потерь при 3,2 МГц $12,6 \cdot 10^{-4}$ $12,0 \cdot 10^{-4}$

Пример 3. По технологии описанной в примере 1 готовят смесь циркона фракции, вес. %:

0,01-6,3 мкм 33
 6,3-30 мкм 63
 30-100 4

с измельченным фриттованным стеклом состава, мол. %: SiO_2 60,7, Al_2O_3 14,5, MgO 7,4, CaO 6,1, BaO 2,5, B_2O_3 8,3;

R_2O 0,5 и следующими физическими параметрами, приведенными ниже.

Коэффициент термического расширения при 20-400°C, КТР, град⁻¹ $3,8 \cdot 10^{-6}$
 Температура трансформ. стекла T_g , °C 738
 Температура размягчения стекла T_{soft} , °C 949
 Модуль упругости Е, кг/см² $0,9 \cdot 10^6$

Причем стекти
 Причем стекло имеет фракцию, вес. %:

0,01-2 мкм 34
 2-15 мкм 61
 15-100 мкм 5

Полученную смесь, содержащую 45,3 г стекла и 40,2 г циркона, подвергают совместному помолу и получают изделия по технологии, описанной в примере 1.

Изделия после термообработки имеют следующие свойства, приведенные в табл.3.

Т а б л и ц а 3

Свойства	Обжиг 1	Обжиг 2	Обжиг 3
Температура спекания, °C	975	975	975
Температура спекания, ч	1	2	4
Линейная усадка при обжиге по отношению к прессованному изделию - сырцу, %	11,4	11,6	11,6

Продолжение табл. 3

Свойства	Обжиг 1	Обжиг 2	Обжиг 3
Плотность сырца от теоретической, %	93,0	93,5	93,8
Прочность на изгиб, кг/см ²	1350	1420	1460
Коэффициент линейного расширения (50-400°C) 10 ⁶ град ⁻¹	3,8	3,8	3,8

Электрические свойства замерены на образцах после обжига 3 и дают следующие результаты, приведенные ниже.

Удельное объемное сопротивление, Ом·см

200°C 8,4 · 10¹¹
 400°C 2,9 · 10⁹
 600°C 5,8 · 10⁷

Коэффициент диэлектрических потерь при 3,2 МГц

9,4 · 10⁻⁴

Формула изобретения

1. Керамическая масса для изготовления плотных электроизоляционных изделий, включающая циркон и стекло, отличающаяся тем, что, с целью повышения механической прочности, она содержит магнийкальций-алюминиевосиликатное стекло следующего состава, мол. %: SiO₂ 55-65, Al₂O₃ 12-18, MgO 7-20, CaO 4-10 и по

15 крайней мере один окисел из группы В₂O₃, BaO, ZnO, R₂O 3-11,5 при следующем соотношении компонентов, вес. %:

Циркон 40-64
 Магнийкальций-алюминиевосиликатное стекло 36-60

2. Масса по п.1, отличающаяся тем, что она содержит циркон фракции, вес. %:

0,01-6,3 мкм 30-99
 6,3-30 мкм 0,5-65
 30-100 мкм 0,5-5

3. Масса по п.3, отличающаяся тем, что, она содержит стекло фракции, вес. %:

0,01-2 мкм 25-99
 2,0-15 мкм 0,5-70
 15-100 мкм 0,5-5

35 Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
 1. Патент США № 3673092, кл. 252-520, 1972.

Составитель

Редактор Л.Новожилова

Техред О.Легеза

Корректор М.Шароши

Заказ 72/18

Тираж 671

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4