РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 516 532** (13) **C1**

(51) МПК
H01G 4/12 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2012147494/07, 07.11.2012**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.11.2012

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **07.11.2012**

(45) Опубликовано: **20.05.2014** Бюл. № **14**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **US 3769008 A1, 30.101973. RU 2162457 C1, 27.01.2001. RU 2075462 C1, 20.03.1997. US 4579594 A1, 01.04.1986. US 4640905 A1, 03.02.1987**

Адрес для переписки:
634050, г.Томск, пр. Ленина, 40, ТУСУР, патентно-информационный отдел

(72) Автор(ы):
Бурдовицин Виктор Алексеевич (RU),
Двилис Эдгар Сергеевич (RU),
Зенин Алексей Александрович (RU),
Климов Александр Сергеевич (RU),
Окс Ефим Михайлович (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники" (RU)

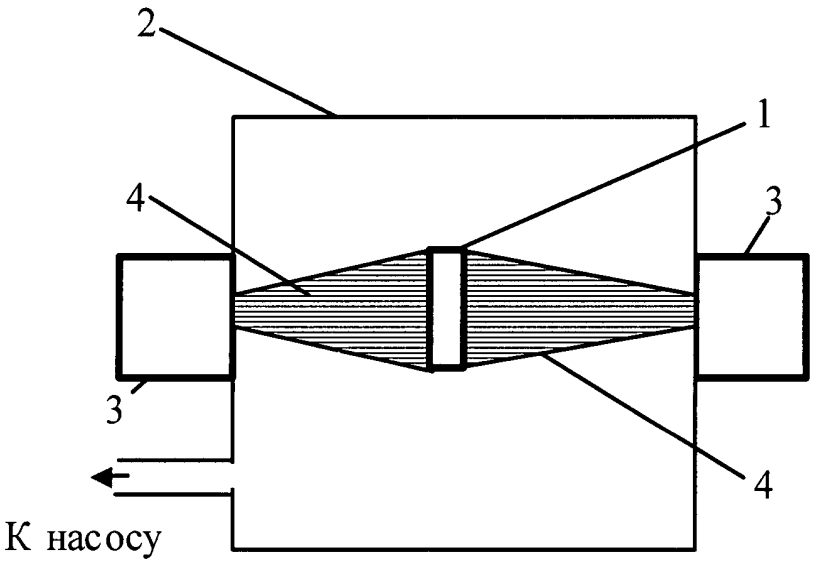
(54) СПОСОБ СПЕКАНИЯ ИЗДЕЛИЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области технологии материалов. Техническим результатом является обеспечение высокой скорости спекания и равномерной усадки спекаемой диэлектрической керамики. Способ спекания содержит операции компактирования порошка и облучения более одной стороны компакта электронными пучками, формирование электронных пучков с энергией 10-15 кэВ производят отдельными источниками, а облучение компакта осуществляют при давлении газа 5-20 Па. Температуру компакта при облучении задают плотностью мощности пучков. Формирование пучков отдельными источниками в сочетании с давлением газа 5-20 Па. 1 ил.

RU 2516532 C1

RU 2516532 C1



1-спекаемое керамическое изделие, 2-вакуумная камера, 3-электронные источники, 4-электронные пучки.

Схема реализации способа изготовления изделий из керамики.

Фиг.1

RU 2516532 C1

RU 2516532 C1

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 516 532** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
H01G 4/12 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2012147494/07, 07.11.2012**

(24) Effective date for property rights:
07.11.2012

Priority:
(22) Date of filing: **07.11.2012**

(45) Date of publication: **20.05.2014** Bull. № **14**

Mail address:
634050, g.Tomsk, pr. Lenina, 40, TUSUR, patentno-informatsionnyj otdel

(72) Inventor(s):
Burdovitsin Viktor Alekseevich (RU),
Dvilis Ehdgar Sergeevich (RU),
Zenin Aleksej Aleksandrovich (RU),
Klimov Aleksandr Sergeevich (RU),
Oks Efim Mikhajlovich (RU)

(73) Proprietor(s):
Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego professional'nogo obrazovanija "Tomskij gosudarstvennyj universitet sistem upravlenija i radioehlektroniki" (RU)

(54) METHOD TO SINTER PRODUCTS OF DIELECTRIC CERAMICS

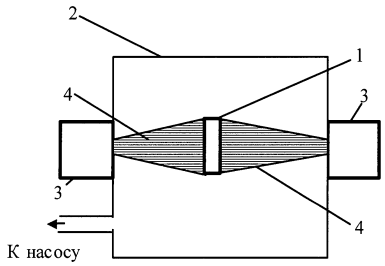
(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method of sintering includes operations of powder compaction and radiation of more than one side of the compact by electronic beams, formation of electronic beams with energy of 10-15 keV is carried out in separate sources, and radiation of the compact is carried out with gas pressure of 5-20 Pa. Compact temperature during radiation is set by density of beams capacity. Beams are formed in separate sources in combination with gas pressure of 5-20 Pa.

EFFECT: provision of high speed of sintering and even subsidence of sintered dielectric ceramics.

1 dwg



1-спекаемое керамическое изделие, 2-вакуумная камера, 3-электронные источники, 4-электронные пучки.

Схема реализации способа изготовления изделий из керамики.

Фиг.1

RU 2516532 C1

RU 2516532 C1

Изобретение относится к технологии материалов, а именно к технологии керамических материалов, и может быть использовано при изготовлении керамических изделий различной формы. Известен способ изготовления полупроводниковой керамики на основе титаната бария [Патент РФ №2162457], включающий компактирование образцов и спекание в вакууме, проводимое в закрытом графитовом тигле путем его нагрева электронным лучом. Согласно изобретению проведение спекания в вакууме уменьшает длительность процесса получения полупроводниковой керамики. Недостаток указанного способа состоит в одностороннем нагреве тигля, что может вызвать неравномерную усадку спекаемых изделий и, как следствие, их деформацию. Известен также способ изготовления изделий из керамики [Ю.М.Анненков, А.С.Ивашутенко. Технология получения оксидной нанокерамики методами высокоинтенсивного воздействия. Известия высших учебных заведений. Физика. 2011. №1/2], включающий компактирование изделия и спекание пучком электронов с энергией 2-4 МэВ.

Равномерность нагрева сформованного этим способом изделия достигается выполнением условия R>d, где R - длина пробега электронов в веществе, d - толщина изделия, что накладывает ограничения на размеры изделий. Другой существенный недостаток указанного способа состоит в дороговизне оборудования и сложности его эксплуатации. Наиболее близким по технической сущности к предполагаемому изобретению является способ спекания порошка из тугоплавкого металла [Патент США №3,769,008]. В указанном способе спекание изделия, полученного компактированием металлического порошка, производится в вакууме 10^{-5} Па путем всестороннего облучения ускоренными электронами, причем электроны эмитируются накаленным катодом, а их ускорение производится разностью потенциалов между изделием и катодом. Способ обеспечивает равномерную усадку спекаемых изделий, однако он пригоден только для обработки проводящих материалов.

Цель настоящего изобретения состоит в обеспечении высокой скорости спекания и равномерной усадки спекаемой диэлектрической керамики. Указанная цель достигается тем, что в предлагаемом способе, включающем компактирование порошкового материала и облучение электронными пучками более одной стороны компакта, формирование электронных пучков производят отдельными источниками, облучение компакта осуществляют при давлении газа в интервале 5-20 Па, а необходимую температуру процесса задают удельной плотностью мощности пучков. Формирование электронных пучков отдельными источниками дает возможность концентрации энергии при облучении диэлектрической керамики с учетом того, что подача потенциала на диэлектрический объект невозможна. Облучение более одной стороны компакта обеспечивает его равномерную усадку. Проведение процесса спекания при давлении в вакуумной камере, равном 5-20 Па, исключает накопление электрического заряда на керамическом изделии, поскольку заряд стекает на стенки камеры через плазму, образующуюся вдоль траекторий пучков. В свою очередь, отсутствие накопления заряда позволяет избежать торможения электронных пучков и дает возможность передавать энергию каждого пучка спекаемому изделию. При давлениях меньших 5 Па не удается эффективно снимать заряд, вследствие чего возможно торможение электронного луча и, следовательно, снижение энергии, передаваемой спекаемому изделию, что неизбежно снизит скорость спекания. Давления газа, большие 20 Па, стимулируют электрический пробой ускоряющего промежутка электронных источников. Это, в свою очередь, не позволяет формировать электронные пучки требуемой энергии и конфигурации. Использование диапазона энергий 10-15 кэВ обусловлено достижением в электронных пучках плотности мощности, необходимой для спекания. Ускорение

электронов до энергий больших 15 кэВ в диапазоне давлений 5-20 Па затруднительно из-за большой вероятности пробоя ускоряющего промежутка электронных источников. Различные виды керамик требуют разных температур спекания. В предлагаемом способе температуру устанавливают регулировкой общей мощности электронных пучков. Указанная совокупность и последовательность операций позволяет достичь цели изобретения - обеспечения высокой скорости спекания и равномерной усадки спекаемого керамического изделия.

На Фиг.1 изображена схема реализации предлагаемого способа спекания изделий из диэлектрической керамики. Скомпактированное изделие 1 помещают в вакуумную камеру 2, которую откачивают вакуумным насосом. По достижении рабочего давления включают источники 3, генерирующие электронные пучки 4. Регулируя общую мощность электронных пучков, температуру спекаемого изделия выбирают максимально возможной, но не достигающей температуры плавления облучаемого материала. Длительность облучения определяется материалом изделия, а также его формой и размерами. По завершении спекания электронные источники выключают, после чего изделие выдерживают в вакууме 10-15 минут и извлекают из вакуумной камеры.

Пример. Для испытаний была взята таблетка скомпактированного порошка диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия. Размеры таблетки: диаметр 15 мм, толщина 3 мм. Таблетка была закреплена в держателе так, что электронные пучки были направлены по нормали к ее плоским поверхностям. Держатель с таблеткой помещали в вакуумную камеру, оснащенную двумя плазменными электронными источниками, после чего камеру откачивали механическим форвакуумным насосом АВЗ-20 до давления 3 Па. Напуском воздуха в камеру устанавливали давление 5,5-6 Па, а затем включали оба электронных источника так, что электронные пучки облучали две противоположные плоские поверхности таблетки. На первом этапе параметры электронных пучков в течение 70 минут увеличивали: ток - от 0,02 до 0,1 А, энергия - от 5 до 11 кэВ. Диаметр пучка превышал диаметр таблетки в 1,5 раза. К концу первого этапа таблетку разогревали до температуры 1100-1150°С и на втором этапе выдерживали в таком состоянии в течение 40 минут. На третьем этапе ток и энергию обоих пучков в течение 30 минут снижали до 0,02 А и 5 кэВ соответственно, затем источники выключали, а таблетку остужали в вакууме в течение 10 минут. После этого таблетку извлекали из камеры и производили измерения ее размеров и характеристик. Размеры таблетки после спекания составили: диаметр 12 мм, толщина 2 мм. Рассчитанная плотность составила 95% от теоретической плотности обрабатываемого материала. Оцененный по наблюдению в сканирующем электронном микроскопе размер зерна составил 0,5-0,6 мкм, что дает основания характеризовать структуру керамики как субмикронную. Трещины не наблюдались.

Формула изобретения

Способ спекания изделий из диэлектрической керамики, включающий компактирование порошкового материала и последующее облучение электронными пучками более одной стороны компакта, отличающийся тем, что электронные пучки с энергией в диапазоне от 10 до 15 кэВ формируют отдельными источниками, облучение проводят в вакууме при остаточном давлении в диапазоне от 5 до 20 Па, а необходимую температуру компакта при облучении задают удельной плотностью мощности пучков.