

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

49004

**Patent dodatkowy
do patentu** _____

Zgłoszono: 28.V.1963 (P 101 725)

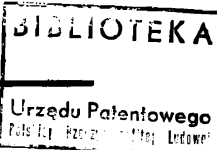
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.I.1965

Kl. 21 g, 10/02

MKP H 01 g

UKD



Twórca wynalazku: mgr inż. Jan Bekisz

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Podstawowych Problemów Techniki), Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania bardzo cienkich elementów ceramicznych grubości poniżej 100 mikronów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bardzo cienkich elementów ceramicznych grubości poniżej 100 mikronów.

Do tworzyw ceramicznych zalicza się tworzywa, które odznaczają się wysoką twardością, wysoką temperaturą topnienia, kruchością, zdolnością spiekania się, otrzymywane np. z tlenków, węglików, siarczków, borków na drodze odpowiednich reakcji w fazie stałej lub w stanie stopionym.

Znany sposób otrzymywania cienkich elementów ceramicznych polega na przygotowaniu cienkich warstw ceramicznych z wodnej zawiesiny odpowiednich surowców ceramicznych z dodatkiem polimerów organicznych. Cienkie warstwy ceramiczne otrzymuje się wylewając odpowiednio przygotowaną zawiesinę ceramiczną na płyty pokryte folią organiczną. Po wysuszeniu naniesionej warstwy ceramicznej oddziela się ją od folii organicznej. Z otrzymanej cienkiej warstwy ceramicznej w stanie surowym wycina się żądanej wielkości elementy i poddaje odpowiedniej obróbce termicznej. Sposób ten nie pozwala otrzymywać folii ceramicznej grubości poniżej 100 mikronów, ze względu na duże trudności jakie następuje oddzielenie cienkiej warstwy ceramicznej od podłoża, którym jest folia organiczna.

Sposób według wynalazku usuwa te trudności i pozwala na otrzymanie bardzo cienkich warstw ceramicznych grubości poniżej 100 mikronów.

2

Odpowiednie materiały lub surowce ceramiczne rozdrabnia się w młynku koloidalnym do uziarnienia poniżej 0,5 mikrona, a następnie przygotowuje się zawiesinę rozdrobnionego materiału w wodnym roztworze alkoholu poliwinylowego, z której przygotowuje się cienkie warstwy metodą malowania lub natryskiwania na cienkiej elastycznej folii z tworzywa organicznego o gładkiej powierzchni, niskiej temperaturze topnienia i odpowiednio małej zawartości popiołu np. na folii polietylenowej z polietylenu wysokociśnieniowego. Naniesioną warstwę materiału ceramicznego na powierzchnię folii z tworzywa organicznego suszy się, a następnie nie oddzielając warstwy ceramicznej od folii organicznej tną na żądanej wielkości elementy. Wycięte elementy umieszcza się między dwiema porowatymi płytami ceramicznymi i poddaje odpowiedniej obróbce termicznej właściwej dla danego materiału ceramicznego. Otrzymane w ten sposób bardzo cienkie elementy ceramiczne mogą mieć zastosowanie jako bardzo cienkie elementy dielektryczne, ferromagnetyczne lub półprzewodnikowe.

Sposób wytwarzania bardzo cienkich elementów ceramicznych grubości poniżej 100 mikronów bliżej jest opisany na przykładzie otrzymywania bardzo cienkich półprzewodnikowych elementów oporowych z tlenków manganu i kobaltu.

Przy wytwarzaniu półprzewodnikowych elementów oporowych mogą mieć zastosowanie różne materiały oporowe posiadające duży ujemny współ-

czynnik temperaturowy oporności np. tlenki manganu, niklu, kobaltu, miedzi i żelaza. Zwykle stosuje się mieszaniny dwóch lub trzech tlenków, między innymi mieszaninę tlenków manganu i kobaltu.

Tlenki manganu i kobaltu zmieszane w odpowiednim stosunku rozdrabnia się w młynku koloidalnym do uziarnienia poniżej 0,5 mikrona, a następnie przygotowuje się zawiesinę tlenków w 5% roztworze alkoholu poliwinylowego w wodzie, przy czym najkorzystniejszy stosunek wagowy tlenków do 5% wodnego roztworu alkoholu poliwinylowego w zawiesinie wynosi 1:2. Na folię polietylenową z polietylenu wysokociśnieniowego grubości 10–20 mikronów o odfuszczonej powierzchni nakleja się na płytkę szklaną, nakładając się metodą malowania lub natryskiwania warstwę z wymienionej zawiesiny tlenków żądanej grubości. Po wysuszeniu naniesionej warstwy tlenków w temperaturze do 50°C, folię polietylenową wraz z naniesioną warstwą tlenków zdejmuję się z płytki szklanej i nie oddzielając warstwy tlenków od folii polietylenowej tnąc na odpowiedniej wielkości elementy, które poddaje się właściwej obróbce termicznej.

Istotą wynalazku jest opisany sposób ułożenia elementów podczas obróbki termicznej przedstawiony na rysunku. Na środkowej części powierzchni płyty 4 z ceramiki wysokoglinowej o dużej porowatości i odpowiednio płaskiej powierzchni układa się wycięte elementy 2 stanowiące warstwę tlenków wraz z podłożem w postaci folii polietylenowej. Na brzegach płyty ceramicznej 4 układa się podkładki ceramiczne 3 grubsze od wypalonych elementów o kilka do kilkunastu mikronów. Następnie nakłada się górną płytę 1 z ceramiki wysokoglinowej o dużej porowatości i dostatecznie płaskiej powierzchni, która spoczywa na podkładkach 3 i nie naciska na elementy 2, po czym ułożone elementy poddaje się obróbce termicznej. W pierwszym okresie ogrzewania folia polietylenowa ulega stopieniu, a następnie częściowemu rozkładowi i wsiąka w porowatą płytę z ceramiki wysokoglinowej. W miarę dalszego ogrzewania do temperatury około 600°C produkty rozkładu folii polietylenowej ulegają zwęgleniu i spalaniu w porach płyty z ceramiki wysokoglinowej nie niszcząc cienkiej warstwy tlenków. W tym samym czasie ulega rozkładowi, zwęgleniu i spalaniu alkohol poliwinylowy wprowadzony jako składnik zawiesiny

tlenków. W drugim okresie obróbki termicznej istotnej dla danego półprzewodnikowego materiału oporowego następuje synteza odpowiednich związków typu spinel. Końcowa temperatura spiekania mieszaniny tlenków manganu i kobaltu wynosi od 1150 do 1250°C.

Opisany sposób ułożenia elementów między dwiema płytami z ceramiki wysokoglinowej zapewnia spiekaniem elementom swobodne spiekanie i dostatecznie płaską powierzchnię po obróbce termicznej.

Wykonane w powyższy sposób półprzewodnikowe elementy oporowe grubości 10 do 20 mikronów wykazują dużą jednorodność budowy i bardzo korzystne parametry elektryczne np.: opór powierzchni elementu 1×1 mm przy grubości 15 mikronów jest równy w 25°C 1 Mom, współczynnik temperaturowy oporności w 25°C $-4,6\%/^{\circ}\text{C}$, gęstość mocy szumów nie większa od $2 \cdot 10^{-20}$ W/Hz przy częstotliwości 800 Hz. Wykonany z tych elementów termistorowy detektor podczerwieni może wykryć w układzie mostka Wheatstone'a z galwanometrem $1,1 \times 10^{-9}$ A/dz moce rzędu $7 \cdot 10^{-8}$ W. W zakresie fal 1,3 do 24 mikronów nie wykazuje on selektywności.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania bardzo cienkich elementów ceramicznych grubości poniżej 100 mikronów, polegający na nakładaniu bardzo cienkiej warstwy z materiału ceramicznego na elastyczną folię organiczną, cięciu folii organicznej z naniesioną warstwą ceramiczną na odpowiedniej wielkości elementy, wypalaniu wyciętych elementów między porowatymi płytami ceramicznymi, **znamienny tym**, że wycięte elementy (2) stanowiące warstwę ceramiczną wraz z podłożem w postaci folii organicznej np. folii polietylenowej, umieszcza się na porowatej płycie ceramicznej (4), gdzie dodatkowo układa się podkładki (3) o większej grubości od spiekanych elementów (2), a następnie nakłada się górną porowatą płytę ceramiczną (1), która spoczywa na podkładkach (3) i nie naciska na spiekane elementy (2), po czym ułożone elementy poddaje się obróbce termicznej, podczas której podłoże z folii organicznej topi się, wsiąka w porowatą płytę ceramiczną, gdzie spala się nie niszcząc spiekanej cienkiej warstwy ceramicznej.

