



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61 444

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 80 b, 8/03

Zgłoszono: 29.II.1968 (P 125 533)

Pierwszeństwo:

MKP C 04 b, 35/10

Opublikowano: 31.X.1970

UKD

Współtwórcy wynalazku: Maria Bogdańska, Wacław Babiński, Witold Henning

Właściciel patentu: Przemysłowy Instytut Elektroniki, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania cienkich płytek ceramicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cienkich płytek ceramicznych o dużej gładkości powierzchni, stosowanych jako podłoża do wytwarzania mikroukładów elektronicznych.

Podłoża do mikroukładów elektronicznych powinny mieć ściśle określone własności fizyczne, elektryczne, cieplne i inne. Szczególnie cienkie płytki ceramiczne o grubości poniżej 1 mm przeznaczone do wytwarzania na nich obwodów elektronicznych, powinny odznaczać się dużą jednorodnością i gęstością oraz dużą wytrzymałością dielektryczną i małą stratnością niezależną od temperatury i częstotliwości.

Własności materiałów ceramicznych zależą od szeregu czynników a zwłaszcza od składu chemicznego i procesu przygotowania masy ceramicznej oraz obróbki cieplnej i mechanicznej obróbki powypalowej.

Znane sposoby wytwarzania cienkich płytek ceramicznych polegają na wstępnym formowaniu kształtek ceramicznych przez prasowanie z mas sypkich lub wyciskanie mas plastycznych względnie odlewanie w stanie płynnym kształtek lub warstw, z których po wyschnięciu wykrawa się płytki o żądanych wymiarach.

Tak przygotowane kształtki wypala się w określonych warunkach a następnie w celu uzyskania gładkich powierzchni, poleruje się przy pomocy szlifówek do płaszczyzn lub polerek obrotowych.

Prasowanie z mas sypkich jak i wyciskanie w

2

stanie plastycznym wymaga stosowania specjalnych urządzeń i oprzyrządowania zarówno do formowania płytek ceramicznych jak i do ich obróbki po wypaleniu. Jest to pracochłonne i kosztowne a przy tym nie uzyskuje się płytek o wystarczającej jednorodności struktury.

Płytki jak i inne kształtki z ceramiki korundowej zawierającej powyżej 90% tlenku glinu (Al_2O_3), ze względu na bardzo małą plastyczność tego materiału, wykonuje się najczęściej sposobem odlewania warstwy ceramicznej o określonej grubości, z której po wysuszeniu wycina się kształtki przy pomocy wykrojników.

W celu uzyskania dostatecznie płynnej masy umożliwiającej odlanie folii ceramicznej o wytrzymałości i plastyczności umożliwiającej dalszą obróbkę materiału a szczególnie wycinanie płytek, dodaje się do masy ceramicznej zwilżacze i plastyfikatory, których ilości dobiera się zależnie od wymagań.

Najczęściej jako zwilżacze stosuje się detergenty na przykład produkty reakcji alkilofenoli i tlenku etylenu — alfenole a jako upłynniacze glikole lub glicerynę. Spośród wielu plastyfikatorów mas ceramicznych, do uplastycznienia mas zawierających duże ilości tlenku glinu, stosuje się najczęściej roztwór wodny alkoholu poliwinylowego z niewielkim dodatkiem dekstryny.

Masa uplastyczniona za pomocą alkoholu poliwinylowego łatwo się pieni i jest trudna do odpowiet-

rzenia, a poza tym wymaga długiego czasu suszenia co powoduje segregację składników tworzywa, wskutek czego płytki z ceramiki korundowej wykonane z masy uplastycznionej alkoholem poliwinylowym wykazują dużą porowatość niejednorodność tekstury, a tym samym są nieprzydatne jako podłoża do mikromodułów elektronicznych.

Celem wynalazku jest uzyskanie jednorodnych bardzo cienkich płytek ceramicznych szczególnie z ceramiki korundowej lub podobnej o dużym zagęszczeniu i dużej gładkości powierzchni.

Stwierdzono, że dodanie do masy z ceramiki korundowej jako plastyfikatora roztworu wodnego 6÷8-procentowego alkoholu poliwinylowego zmieszanego w stosunku objętościowym 1:1 z alkoholem etylowym lub metylowym, ułatwia odpowiedzenie masy i przyspiesza jej suszenie, co w konsekwencji zapobiega segregacji składników tworzywa i umożliwia uzyskanie leejnej masy ceramicznej odznaczającej się krótkim czasem schnięcia.

Z tak przygotowanej leejnej masy formuje się kształtki, które po wysuszeniu wypala się w temperaturze około 1750°C.

Płytki formuje się wylewając ciekłą warstwę masy na folię z tworzywa sztucznego na przykład na folię polietylenową najlepiej o grubości poniżej 0,1 mm, naciągniętą na równym podłożu na przykład na płycie drewnianej lub metalowej.

W celu uzyskania warstwy ceramicznej o wymaganej grubości układa się ramkę metalową na brzegach płyty, a nadmiar masy zgadnia się za pomocą listwy.

Po wyschnięciu masy, oddziela się tak uzyskaną folię ceramiczną od folii polietylenowej przez delikatne oderwanie folii polietylenowej a następnie z folii ceramicznej wykrawa się płytki o żądanych wymiarach, które układa się na płytach korundowych w stosach po kilka sztuk a następnie płyty korundowe wraz z płytami ceramicznymi umieszcza się w piecu o atmosferze utleniającej i wypala się wstępnie w czasie około 8 godzin. Wstępnie wypalone płytki ceramiczne zdejmuje się z płyt korundowych i układa się warstwami w łożkach molibdenowych, przekładając każdą warstwę płytek ceramicznych polerowanymi płytkami molibdenowymi.

Łódki wypełnione płytkami umieszcza się w piecu z atmosferą ochronną na przykład w piecu wodorowym lub w piecu w atmosferze mieszaniny gazowej azotu i wodoru, o stosunku objętościowym tych składników 3:1, i wypala się w temperaturze około 1750°C w czasie około 4 godzin.

Po wypaleniu płytki ceramiczne poddaje się polerowaniu, myje się i suszy.

Przykład

W celu uzyskania 1 kg masy ceramicznej odważono 552,40 gramów suchego tworzywa korundowego i umieszczono w młynku kulowym a następnie dodano 0,08 g Alfenolu Nr 8 i 0,12 g gliceryny oraz 5,10 g dekstryny zmieszanej z 10 ml wody.

Odważono 442,30 gramów mieszaniny 6% alkoholu poliwinylowego z alkoholem etylowym zmieszanych w stosunku 1:1 i dodano do masy.

Masę mieszano przez 3 godziny, po czym przelano ją przez sito o prześwicie oczek 0,1 mm i umieszczono w mieszadle odpowietrzającym. Masę odpowietrzano 1 godzinę.

Odpowietrzoną masę wiano w ramkę metalową ustawioną na płaskiej poziomej metalowej płycie pokrytej folią polietylenową. Nadmiar masy wystający powyżej ramki zgarnięto za pomocą listwy. Wylaną warstwę ceramiczną suszono na płycie przez 24 godziny, po czym ostrożnie zdjęto ramkę z płyty oraz folię polietylenową z warstwą wyschniętej masy ceramicznej. Folię polietylenową delikatnie oderwano od warstwy ceramicznej. Z uzyskanej w ten sposób folii ceramicznej wykrojono płytki o wymaganych wymiarach za pomocą wykrojnika. Następnie płytki ułożono w stosy po kilka sztuk na płytach korundowych i umieszczono w piecu silitowym o atmosferze utleniającej i wypalano wstępnie w temperaturze około 1300°C. Temperaturę pieca podnoszono do temperatury otoczenia z szybkością około 150°C na godzinę, aż do uzyskania temperatury 1300°C, po uzyskaniu której płytki wraz z piecem ostudzono do temperatury otoczenia. Po ostygnięciu ułożono płytki ceramiczne warstwami w łożkach molibdenowych przekładając każdą warstwę płytek ceramicznych polerowanymi płytkami molibdenowymi.

Łódki umieszczono w piecu z atmosferą gazu brązowego, w którym wypalono płytki, podnosząc temperaturę pieca od temperatury otoczenia do temperatury około 1750°C z szybkością około 500°C na godzinę, po czym płytki wraz z piecem ostudzono do temperatury otoczenia. Po wystudzeniu płytki polerowano i myto.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania cienkich płytek ceramicznych o dużej gładkości powierzchni, zwłaszcza z ceramiki korundowej na drodze formowania ich z leejnej masy ceramicznej zawierającej zwilżacz i plastyfikatory, suszenia ich i wypalania, **znamiennie tym**, że płytki formuje się z ceramicznej masy leejnej zawierającej jako plastyfikator wodny 6—8-procentowy roztwór polialkoholu winylowego i alkoholu etylowego lub metylowego, zmieszanych w stosunku objętościowym 1:1, przy czym po wysuszeniu, płytki układa się w stosy na gładkich płytach z molibdenu w ten sposób, że między dwoma płytkami ceramicznymi ułożonymi jedna nad drugą w stosie znajduje się jedna płytka metalowa, po czym płytki w stosach wypala się w piecu z atmosferą ochronną, na przykład w atmosferze mieszaniny gazowej azotu i wodoru, w stosunku objętościowym tych składników 3:1, w temperaturze około 1750°C.