



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253 645

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 04 86
(21) PV 2545-86.C

(51) Int. Cl.⁴

H 01 B 3/18

H 01 B 3/46

(40) Zveřejněno 12 03 87

(45) Vydáno 2.5.1989

(75)

Autor vynálezu

KUŠNÍERIK ONDREJ ing., BENÁTKY NAD JIZEROU,
BARTOŠ KAREL ing., PRAHA,
HANZLÍČEK DALIBOR ing.,
VANK JAROMÍR, BLATNÁ
ZADÁK ZDENĚK ing. CSc., KOLÍN

(54)

Způsob zhotovení povlaku pro ochranu
elektronických součástek

Řeší se vytvoření povlaku pro ochranu elektronických součástek, např. elektrických odporových tělísek, který je elektricky i tepelně izolující, je odolný proti mechanickému poškození, proti působení vlhkosti, chemických vlivů a vlivu atmosféry. Povlak je tvořen jednak základní tmelovou vrstvou, obsahující pojivovou složku a anorganická plniva a pigmenty v hmotnostním poměru 1 : 1 až 2,5 jednak obsahuje těsnicí vrstvu.

Vynález se týká způsobu zhotovení povlaku pro ochranu elektronických součástek, elektricky a tepelně izolujícího, odolného proti mechanickému poškození, proti působení vlhkosti, chemických vlivů a vlivů atmosféry.

Dosud běžně používané ochranné povlaky se zhotovují z hmot na organické nebo anorganické pojivové bázi. Nevýhodou povlaků obsahujících organická pojiva je omezená tepelná odolnost - lze je obvykle použít do teplot cca 150 °C - a často i špatná přilnavost ke kovovým složkám součástek, zejména při teplotních změnách, kdy se projeví v důsledku výrazně odlišné roztažnosti materiálů elektronické součástky a povlaku. Ani dosud používané povlaky s anorganickou pojivovou bází v plné míře nesplňují požadavky, které vyplývají z funkcí elektronických součástek. Jejich nevýhodou je zejména častá chemická interakce s podkladovým materiálem, která například mění elektrické charakteristiky odporů s aktivní vrstvou charakteru oxidů kovů nanesenou na keramickém podkladu. Anorganické povlaky bývá třeba vytvrzovat při teplotách vyšších než 300 °C, což omezuje jejich použitelnost pro součástky s nižšími nároky na tepelnou odolnost nebo výrazně mění elektrické funkční charakteristiky. To se týká povlaků z hmot obsahujících hydraulicky tuhneucí pojiva, pojiva fosforečnanová nebo křemičitanová - spékaná nebo tavená. I u těchto anorganických povlaků bývá závadou nedostatečná přilnavost k některým materiálovým složkám elektronických součástek, rozdílné roztažnosti povlaku a podkladu, které při tepelném zatížení vedou k poruchám celistvosti povlaku. Ani difuzní nebo plazmové nanášení vrstvy neřeší požadavky na ochranné povlaky, kladené na elektronické součástky, protože je při nanášení extrémně zatěžují a způsobují značné kolísání elektrických vlastností.

Tyto nedostatky do značné míry odstraňuje způsob zhotovení povlaku pro ochranu elektronických součástek podle vynálezu,

jehož podstata spočívá v tom, že se na povrch elektronické součástky nanese tmeleová vrstva, obsahující 5 až 45 % hmot. ethylsilikátu hydrolyzovaného 60-ti až 90-ti % stechiometrického množství vody potřebné pro jeho úplnou hydrolýzu, 5 až 45 % hmot. roztoku obsahujícího 35 až 45 % hmot. silikonové a/nebo methylsilikonové pryskyřice s molárním poměrem siloxy- a methoxy- skupin 1 : 1 a 50 až 70 % hmot. inertních anorganických plniv a pigmentů o zrnitosti menší než 100 μm, například oxidu železitého, oxidu chromitého, oxidu křemičitého, slídy, vzniklá vrstva se vytvrdí postupným zvyšováním teploty do maximálně 350 °C v průběhu 10 až 60 min., načež se na ni pro utěsnění nanese roztok obsahující 30 až 80 % methyltriethoxysilanu hydrolyzovaného 50 až 90 % stechiometrického množství vody, potřebného pro úplnou hydrolýzu ethoxyskupin a takto vzniklá těsnicí vrstva se vytvrdí při teplotě 10 až 60 °C po dobu 1 až 10 hod. Vlastní povlaková vrstva - tmel - se skládá z pojiva, plniv a barevných pigmentů. Pojivem je směs částečně hydrolyzovaného a polymerního ethylsilikátu alternativně:

- A) s roztokem methylsilikonové pryskyřice charakterizované molárním poměrem methoxy skupin k siloxy skupinám 1 : 1 a obsahem pryskyřice 28 až 33 % hmot. v roztoku, anebo
- B) s roztokem silikonové pryskyřice připravené esterifikací organokřemičitých sloučenin ethylalkoholem a následnou hydrolýzou vzniklých esterů s bodem varu větším než 72 °C, obsažených v destilačním zbytku po rektifikačním odstranění methylchlor-silanu a s obsahem 35 až 45 % hmot. pryskyřice v roztoku.

Oba typy pryskyřic lze jako složky pojiva kombinovat.

Plnivovou složkou vlastní vrstvy tmelu jsou směsi v daném systému chemicky inertních oxidů, křemičitanů, hlinítokřemičitanů o velikosti zrna do 100 μm. K dosažení požadovaných vzhledových vlastností jsou účelné přísady pigmentů.

Pro utěsnění povlaku se použije částečně hydrolyzovaný methyltriethoxysilan, který se nanáší poléváním. Povlak vytvořený způsobem podle vynálezu je izolantem s dostatečně vysokým průrazovým napětím, stálým i při tepelném, fyzikálním a chemickém zatížení, odpovídajícím mezním stavům, které mohou vzniknout

při užití. Při zhotovování povlaku nedochází k fyzikální nebo chemické interakci mezi povlakem a elektricky aktivní vrstvou prvku, která by nepříznivě ovlivnila jeho elektrické funkční charakteristiky. Povlak je celistvý, přilnavý ke všem materiálovým složkám prvku, a to i při tepelném zatížení odpovídajícím podmínkám užití prvku. Povlak je odolný i proti mechanickému poškození při manipulaci s prvky, proti vlhkosti a působení prostředí. Jeho zhotovení je proveditelné na kontinuálně pracujícím zařízení s co nejmenšími nároky na energii. Konečně vyhovuje i estetickým nárokům.

Vynález je blíže objasněn na připojených příkladech; byl aplikován na keramická odporová tělíska s odporevou vrstvou z oxidu ciničitého a s nominální hodnotou $R = 90$ až 100 Ohmů .

Příklad 1

Složení hmoty pro vytvoření základní vrstvy tmelu bylo:

částečně hydrolýzovaný ethylsilikát	53 g
roztok silikonové pryskyřice (A)	106 g
koleidní SiO_2 (např. Siloxid)	1 g
TiO_2 - rutil	5 g
mletý křemen	230 g
mletá slída	20 g

Tato směs byla nanosena poléváním a vytvrzena postupným zvyšováním teploty až na 160°C a při této teplotě probíhal proces 40 minut. Po samovolném zchladnutí byl poléváním nanosen utěšňovací prostředek - cca 50 %-ní roztok částečně hydrolýzovaného methytriethoxysilanu v ethylalkoholu. Jeho vytvrzení probíhalo při teplotě 20°C cca 2 hodiny.

Příklad 2

Složení hmoty pro zhotovení vrstvy tmelu bylo:

částečně hydrolýzovaný ethylsilikát	48 g
roztok pryskyřice (B)	112 g
koleidní SiO_2 (např. Siloxid)	1 g
Cr_2O_3	2 g
mletý křemen	280 g

Další postup byl obdobný jako u příkladu 1 s tím rozdílem, že

Příklad 3

Složení hmoty pro zhotovení vrstvy tmelu bylo:

částečně hydrolyzovaný ethylsilikát	58 g
reztek pryskyřice (A)	61 g
reztek pryskyřice (B)	40 g
keloidní SiO_2 (Silexid)	1 g
Fe_2O_3	5 g
mletý křemen	250 g
mletá slída	10 g

Způsob zhotovení povlaku a jeho utěsnění byl stejný jako u příkladu 1, přičemž konečná teplota vytvrzování vrstvy tmelu byla 210°C a těsnicí vrstva byla vytvrzena 1 hod. při 50°C .

S odporevými tělísky opatřenými povlaky podle příkladů 1 až 3 byly provedeny tyto zkoušky:

- zatěžovací zkouška jmenovitým stejnosměrným proudem při teplotě okolí 70°C a trvání 1000 h. Změna hodnot odporu se od výchozích nelišila více než $\pm 5\%$,
- dlouhodobá vlhkostní zkouška při relativní vlhkosti = 95 % a teplotě 40°C po dobu 56 dní, při zatížení stejnosměrným napětím hodnoty 0,1 max. povoleného. Po dvouhodinové aklimatizaci v laboratorních podmínkách byly vzorky po dobu 24 h zatíženy jmenovitým napětím s následným proměřením hodnot odporu. Výsledné změny nepřevyšovaly $\pm 5\%$ výchozích hodnot,
- zkouška mechanické pevnosti. Mechanické vlastnosti byly posuzovány standardní zkouškou přilnavosti při zatížení vzorků 1 kg. Povlaky této zkoušce vyhověly,
- varná zkouška. Vzorky byly ponořeny na dobu 10 minut do vroucí demineralizované vody. Po vyjmutí nebyly zjištěny vzhledové změny,
- zkouška ultrazvukem. Praní vzorků v ultrazvukové pračce s vodou nebo ethylalkoholem nevyvolalo žádné změny.

Vynález je možné využívat zejména v elektrotechnickém průmyslu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

253 645

Způsob zhotovení povlaku pro ochranu elektronických součástek, vyznačující se tím, že se na povrch elektronické součástky nanese tmeleová vrstva, obsahující 5 až 45 % hmot. ethylsilikátu hydrolyzovaného 60-ti až 90-ti % stechiometrického množství vody, potřebného pro jeho úplnou hydrolýzu, 5 až 45 % hmot. roztoku obsahujícího 35 až 45 % hmot. silikonové a/nebo methylsilikonové pryskyřice s molárním poměrem siloxy- a methoxy-skupin 1 : 1 a 50 až 70 % hmot. inertních anorganických plniv a pigmentů o zrnitosti menší než 100 μm , například oxidu železitého, oxidu chromitého, oxidu křemičitého, slídy, vzniklá vrstva se vytvrdí postupným zvyšováním teploty do maximálně 350 °C v průběhu 10 až 60 min., načež se na ni pro utěsnění nanese roztok obsahující 30 až 80 % methyltriethoxysilanu hydrolyzovaného 50 až 90 % stechiometrického množství vody, potřebného pro úplnou hydrolýzu ethoxyskupin a takto vzniklá těsnicí vrstva se vytvrdí při teplotě 10 až 60 °C po dobu 1 až 10 hodin.