



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 18.III.1963 (P 101 038)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 27.IV.1964

Kl. 21 c 54/05

MKP H 01 c

UKD

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej L

Twórca wynalazku: mgr inż. Czesław Kuźma

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

Sposób wytwarzania termistorowych, kobaltowo-manganowych elementów mierniczych

1

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób wytwarzania termistorowych kobaltowo-manganowych elementów mierniczych o oporności właściwej w temperaturze 25°C, ρ_{25} rzędu $10^3 \Omega \text{cm}$.

Jak wiadomo, termistory są to półprzewodnikowe oporniki o ujemnym temperaturowym współczynniku oporności, które mają rozległe i różnorodne zastosowanie, a szczególnie jako elementy miernicze w termometrii oporowej.

Znane sposoby technologicznego wytwarzania termistorów metodą spiekania sproszkowanych materiałów półprzewodnikowych polegają na przygotowaniu tworzywa termistorowego, formowaniu elementów termistorowych, obróbce cieplnej oraz pracach wykończeniowych. Decydującą rolę w procesie wytwarzania termistorów odgrywa sposób obróbki cieplnej. W dotychczas stosowanych sposobach wytwarzania, obróbka cieplna dokonywana była przez ogrzewanie termistorów od temperatury pokojowej do maksymalnej temperatury spiekania i po utrzymaniu tej temperatury w odpowiednim czasie następowało studzenie pieca do temperatury pokojowej wraz ze spiekami.

Zasadniczym warunkiem, który winny spełnić termistory jako elementy miernicze powinna być ich stabilność parametrów elektrycznych w czasie oraz niski poziom szumów własnych.

Jako materiał do wytwarzania termistorowych

2

kobaltowo-manganowych elementów mierniczych według wynalazku używa się mieszaninę tlenków kobaltu CoO i manganu Mn_2O_3 . Stosunek wagowy tlenków zależy od żądanej oporności elementów, jednakże ilości atomów poszczególnych składników winny spełniać nierówność $0,5 \leq \text{Co} : \text{Mn} \leq 2$.

Przygotowanie tworzywa termistorowego oraz sposób formowania elementów odbywa się znanym, powszechnie stosowanym sposobem. Obróbkę cieplną formowanych elementów przeprowadza się w atmosferze powietrza w piecu silitowym. Optymalną dla danego składu tworzywa termistorowego temperaturę spiekania określa się na podstawie charakterystyki skurczliwości spieków w funkcji temperatury spiekania. Wartość optymalnej temperatury odpowiada temperaturze, począwszy od której wartość skurczliwości spieków jest już niezmienna. Czas spiekania w tak wyznaczonej temperaturze winien być dłuższy od jednej godziny, gdyż czas krótszy nie gwarantuje prawidłowego spiekania.

Sposób studzenia spieczonych elementów termistorowych według wynalazku różni się zasadniczo od znanych sposobów tym, że elementy stygną powoli wraz z piecem w warunkach naturalnej konwekcji cieplnej do temperatury 600° C, po czym wyjmują się je z pieca i szybko studzi na powietrzu do temperatury pokojowej. Tak przeprowadzony

sposób studzenia powoduje odprężenie strukturalne spieczonego elementu oraz utrwalenie otrzymanej przy spiekaniu struktury krystalograficznej.

Spieczone według podanego sposobu elementy w zależności od składu tworzywa termistorowego posiadają strukturę spinelu kubicznego typu MnCo_2O_4 , bądź też spinelu tetragonalnego typu CoMn_2O_4 , albo składają się z mieszaniny stałych roztworów tych spineli.

Miernicze elementy termistorowe wykonuje się w postaci perełek lub też w postaci elementów masywnych.

Sposób obróbki cieplnej przy wykonywaniu okładzin elementów masywnych dokonuje się w znany sposób z ceramiki. Powleczone elementy pastą srebrową suszy się w temperaturze około 200°C , a następnie umieszcza w piecu w temperaturze 600°C na przeciąg czasu nie dłuższy od 10 minut, po czym wyjmuje się i szybko studzi do temperatury pokojowej.

Miernicze elementy termistorowe wykonane według wynalazku z materiału, w którym stosunek atomów kobaltu do manganu wynosi jak 7:5, w postaci pastylek o średnicy 10 mm, ciężarze 0,5 G, prasowane pod ciśnieniem 2000 kg/cm^2 i spiekane w temperaturze 1050°C przez 3 godziny odznaczają się następującymi własnościami: oporność $R_{25} =$

$= 750 \pm 30 \Omega$ i temperaturowy współczynnik oporności $\alpha_{25} = -4,6\%/^\circ\text{C}$. Skurczliwość elementów wynosi 15%, przy czym odznaczają się one dużą stabilnością parametrów. Zmiany oporności w czasie 70-dniowego starzenia w temperaturze 200°C są mniejsze od 3%, przy czym zmiany te następują już w pierwszych dniach starzenia. Gęstość mocy szumów przy częstotliwości 800 Hz jest mniejsza od 10^{-18} W/Hz .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania termistorowych kobaltowo-manganowych elementów mierniczych, polegający na termicznej obróbce sproszkowanych materiałów półprzewodnikowych, znamienny tym, że uformowane elementy, w których stosunek atomów Co do Mn spełnia nierówność $0,5 \leq \text{Co}:\text{Mn} \leq 2$ umieszcza się w piecu o temperaturze pokojowej, a następnie podnosi się temperaturę do wartości temperatury optymalnej, tj. temperatury począwszy od której skurczliwość spieków jest już niezmienna i po utrzymaniu tej temperatury w czasie dłuższym od jednej godziny obniża się temperaturę pieca, a wraz z nim spiekanych elementów do temperatury 600°C po czym wyjmuje się je i szybko studzi na powietrzu.