

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

118 006

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29.01.79 (P. 213151)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.80

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1982

CZYTELNIJA

Int. Cl.². H01C 7/00

Twórcy wynalazku: Irena Barycka, Barbara Hołodnik, Benedykt Licznarski,
Leszek Galonka, Andrzej Misiuk

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania warstw przewodzących, zwłaszcza dla grubowarstwowych mikroukładów hybrydowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania warstw przewodzących, zwłaszcza dla grubowarstwowych mikroukładów hybrydowych, jak np. gazowanych wskaźników hybrydowych i grubowarstwowych termistorów liniowych.

Dotychczas znane sposoby wytwarzania warstw przewodzących polegają na sporządzeniu mieszaniny elektroizolacyjnych proszków szkieł ołowiuowo-borokrzemowych, z ewentualnym dodatkiem proszku tlenku borowego lub równoważnej ilości proszku kwasu borowego względnie innego związku boru, z drobnodispersyjnymi proszkami takich metali, ich tlenków, ich stopów, jak złoto, srebro, pallad, platyna, miedź, nikiel, kobalt i glin. Mieszaniny te po dodaniu organicznych substancji nanosi się na podłoże ceramiczne lub szklane znanymi metodami, jak np. metodą sitodruku, natrysku, malowania.

Tak naniesione warstwy suszy się i wypala w temperaturze 600–900°C w zależności od zastosowanego metalu, w wyniku czego tworzy się warstwa przewodząca przylegająca w sposób trwały do podłoża, stanowiąca bezpostaciową fazę szklistą, w której zawieszone są cząstki metali, tlenków metali, stopów metali.

W przypadku typowej pasty przewodzącej ilość fazy szklistej wynosi do 45%. Warstwy wykonane z pasty zawierającej proszki takich metali, ich tlenków, ich stopów, jak złoto, srebro, pallad i platyna wypala się w powietrzu w temperaturze rzędu 800°C, natomiast warstwy wykonane z pasty zawierającej proszki takich metali, ich tlenków, ich stopów jak miedź, nikiel, kobalt i glin wypala się w temperaturze 600–1000°C w atmosferze ochronnej, tj. redukcyjnej lub obojętnej.

Zasadniczą niedogodnością techniczno-użytkową tego sposobu wytwarzania warstw przewodzących jest to, że w przypadku stosowania jako składniki przewodzące takich metali, ich tlenków, ich stopów jak miedź, nikiel i glin konieczne jest stosowanie w czasie wypału atmosfery ochronnej, tj. redukcyjnej lub obojętnej. Dalszą niedogodnością jest to, że dla uzyskania dyspersji mniejszej od 60 μm składnik przewodzący musi być poddawany specjalnym zabiegom, jak np. mielenie, sedymentacja.

Istota wynalazku polega na tym, że jako składnik przewodzący pasty nanoszonej na podłoże stosuje się 30–90 części wagowych proszku fosforo-niklu, zawierającego fosfor w ilości 5–20 procent wagowych, otrzymanego z roztworu soli niklu przez redukcję podfosforinami metali alkalicznych przy pH=3–8.

Zasadniczą korzyścią techniczno-użytkową wynikającą ze stosowania sposobu wytwarzania według wynalazku jest możliwość wypalania warstw w atmosferze utleniającej. Następną korzyścią jest możliwość wypału w niższych temperaturach, a mianowicie w zakresie 450–700°C. Kolejna korzyść wynika z łatwości otrzymywania proszku fosforo-niklu o uziarnieniu odpowiednim do zastosowania w paście.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. 50 części wagowych proszku fosforo-niklu, zawierającego fosfor w ilości 9 procent wagowych, otrzymanego z roztworu siarczanu niklowego przez redukcję podfosforynem sodowym przy pH = 5,6 w temperaturze 95°C, oraz 40 części wagowych proszku szkła ołowiowo-borokrzemowego o uziarnieniu poniżej 10 μm i 17 części wagowych proszku kwasu borowego poddaje się mieleniu w młynie kulowym przez kilka godzin dla rozdrobnienia i wymieszania. Następnie do 75 części wagowych tak otrzymanej mieszaniny dodaje się 25 części wagowych nośnika składającego się z 92 procent wagowych terpineolu i 8 procent wagowych etylocelulozy, po czym dokładnie miesza się. Tak otrzymaną pastę nanosi się w znany sposób, np. metodą sitodruku na podłoże ceramiczne lub szklane, po czym suszy się przez 10 minut w temperaturze 130°C, a następnie wypala w temperaturze 600°C przez 10 minut. Otrzymuje się warstwę przewodzącą o rezystancji na kwadrat $R_{\square} = 100 \text{ m}\Omega/\square$.

Przykład II. 40 części wagowych proszku fosforo-niklu, zawierającego fosfor w ilości 16 procent wagowych, otrzymanego z roztworu siarczanu niklowego przez redukcję podfosforynem sodowym przy pH = 3 w temperaturze 95°C, oraz 50 części wagowych proszku szkła ołowiowo-borokrzemowego o uziarnieniu poniżej 10 μm i 17 części wagowych proszku kwasu borowego poddaje się mieleniu w młynie kulowym przez kilka godzin dla rozdrobnienia i wymieszania. Następnie postępuje się jak w przykładzie I. Otrzymuje się grubowarstwowy termistor liniowy o wartości współczynnika zmian rezystancji $\alpha = +0,4\%/^{\circ}\text{C}$ i rezystancji na kwadrat $R_{\square} = 10\Omega/\square$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania warstw przewodzących, zwłaszcza dla grubowarstwowych mikroukładów hybrydowych, polegający na nanoszeniu na podłoże pasty składającej się z nośnika oraz z proszku stanowiącego mieszaninę składnika przewodzącego i składników izolacyjnych, przy czym jako składnik izolacyjny stosuje się 70–10 części wagowych proszku szkła ołowiowo-boro-krzemowego i 10–40 części wagowych proszku tlenku borowego lub równoważnej ilości proszku kwasu borowego, względnie innego związku boru, a następnie poddawaniu jej procesowi obróbki termicznej w powietrzu, w temperaturze 550–800°C, z n a m i e n n y t y m, że jako składnik przewodzący stosuje się 30–90 części wagowych proszku fosforo-niklu zawierającego fosfor w ilości 5–20 procent wagowych, otrzymanego z roztworu soli niklu przez redukcję podfosforynami metali alkalicznych przy pH = 3–8.