



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 122573

(13) C2

(51) МПК

H01C 17/06 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

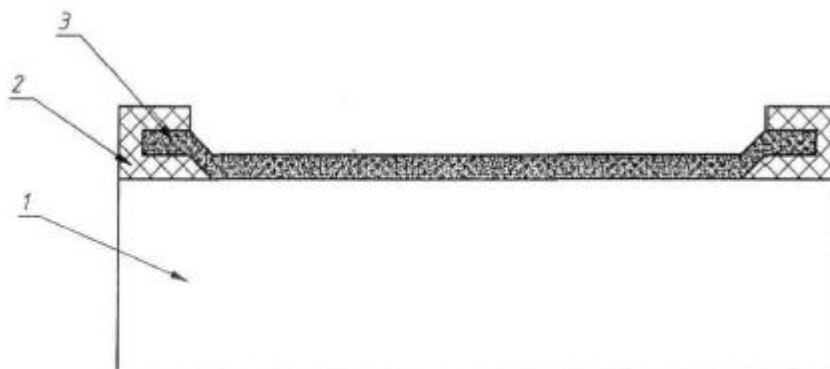
| | |
|--|---|
| (21) Номер заявки: а 2018 00918 | (72) Винахідник(и): Ротнер Сергій Михайлович (UA) |
| (22) Дата подання заявки: 01.02.2018 | (73) Володілець (володільці): Ротнер Сергій Михайлович, ж/м Райдужний, 6, кв. 149, Овідіопольський р-н, Одеська обл., 65125 (UA) |
| (24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 11.12.2020 | (74) Представник: Михайлова Тетяна Вікторівна, реєстр. №84 |
| (41) Публікація відомостей про заяву: 25.04.2018, Бюл.№ 8 | (56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: RU 2218623 C2, 10.12.2003 RU 2145744 C1, 20.02.2000 RU 2583952 C1, 10.05.2016 RU 2208256 C2, 10.07.2003 JPH 02268401 A, 02.11.1990 JPS 55162254 A, 17.12.1980 US 2012049997 A1, 01.03.2012 US 2009178271 A1, 16.07.2009 US 4894258 A, 16.01.1990 GB 1016465 A, 12.01.1966 |
| (46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 10.12.2020, Бюл.№ 23 | |

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ СУЦІЛЬНОГО РЕЗИСТИВНОГО ПОКРИТТЯ ДЛЯ НАГРІВАЛЬНИХ ЕЛЕМЕНТІВ**(57) Реферат:**

Спосіб отримання суцільного резистивного покриття для нагрівальних елементів належить до електронної техніки та призначений для виготовлення резисторів різного функціонального призначення, може використовуватися в інших областях техніки для виготовлення різних нагрівальних елементів, медичного інструменту, датчиків витрати газів і рідини. Спосіб отримання суцільного резистивного покриття для нагрівальних елементів шляхом розкладання вуглецевмісної сполуки і нанесення її на діелектричну підкладку у вакуумі в умовах впливу височастотного поля з металізацією контактів на поверхні резистивного покриття. Металізацію контактів здійснюють в два етапи: перший шар металу наносять на чисту діелектричну підкладку, другий шар металу наносять на поверхню резистивного покриття, таким чином, щоб нижній і верхній шари металізації замикалися між собою. Нанесення резистивного покриття здійснюють у вакуумній камері при наступних параметрах: тиск 2×10^{-3} - 1×10^{-1} Па, струм дуги 3-10 А, напруга височастотного поля 0,3-1,6 кВ, з одночасним легуванням металами резистивного покриття під час його утворення. При цьому розкладання вуглецевмісної сполуки у вакуумі проводять при температурі ≥ 1000 °C, а стабілізацію резистивного покриття здійснюють відпадом безпосередньо у вакуумній камері після його утворення. Нанесення резистивного покриття здійснюють щонайменше один раз. Як легуючий метал використовують один із групи: Cr або Ti, або W, або Ba, або Ta, або Al, або Nb, або Zr, або Mo. Технічним результатом є отримання суцільного, без проколів, резистивного покриття, що здатне витримувати високі електричні навантаження (більше ніж 100 Вт/см²) і пропускати

UA 122573 C2

великі струми (більше ніж 10^5 А/см²), яке має стабільний електричний опір і низький температурний коефіцієнт опору (ТКО).



Фіг. 1

Винахід належить до електронної техніки та призначений для виготовлення резисторів різного функціонального призначення, може використовуватися в інших областях техніки для виготовлення різних нагрівальних елементів, медичного інструменту, датчиків витрати газів і рідини.

Відомий нагрівач, що містить підкладку з розташованими на її поверхні резистором і контактами, при цьому підкладка виконана з діелектрика товщиною 0,2-2,0 мм, а резистор виконаний з легованої алмазоподібної плівки товщиною 0,2-2,5 мкм (див. патент RU № 5311 МПК H05B 3/08, опубл. 16.09.1997 г., бюл. № 10).

З існуючого рівня техніки, найбільш близьким до винаходу, що заявляється, є спосіб отримання резистивного матеріалу шляхом нанесення резистивного покриття на діелектричну підкладку (далі підкладку) у вакуумі в умовах дії високочастотного поля (ВЧ) і подальшого відпалу у вакуумі при 400-500 °С, для отримання резистивного покриття процес здійснюють з одночасним легуванням вуглецевмісного матеріалу металом (див. патент RU № 2218623 C2 МПК (7) H01C 17/00, опубл. 10.12.2003, бюл. № 34). Відомий спосіб вибраний як прототип.

Винахід, що заявляється, збігається з відомим способом отримання резистивного матеріалу по наступній сукупності ознак, а саме:

- розкладання вуглецевмісної сполуки і нанесення на діелектричну підкладку в вакуумі в умовах впливу високочастотного поля з наступною металізацією контактів на поверхні резистивного покриття.

Проте відомий спосіб отримання резистивного матеріалу не забезпечує отримання резистивного покриття з вуглецевмісного матеріалу без проколів, отриманий за відомим способом матеріал містить сітку проколів по всій поверхні, розміром від декількох мікрон до часток міліметра. Це дуже негативний чинник, що впливає на стійкість резистивного матеріалу до великих струмів і ефективності відведення тепла, сприяє розвитку електричного пробоя при струмових навантаженнях і обмежує розсіювання потужності. Резистивний матеріал, отриманий відомим способом, має низьку адгезію до підкладки, при його синтезі не відбувається повного розкладання вуглецевмісного матеріалу, внаслідок чого на підкладку налипають нейтральні згустки вуглецевмісного матеріалу, а на їх місцях після протирання резистивного матеріалу виникають проколи.

Супутні процеси іонного травлення при підвищеному тиску аргону і високочастотного травлення при підвищеній напрузі ВЧ поля так само сприяють появі проколів в резистивному матеріалі. Крім того, додатковий відпал резистивного матеріалу після синтезу не забезпечує релаксацію заморожених метастабільних станів його поверхні, що призводить до дрейфу провідності при електричних навантаженнях. А поверхневі контакти мають великий контактний опір, що істотно знижує експлуатаційні характеристики нагрівальних елементів, резисторів і інших виробів на основі АГМ при підвищених щільності струму (понад 10^5 А/см²) і підвищеній потужності (понад 100 Вт/см²).

В основу винаходу поставлено задачу створення способу отримання резистивного покриття для нагрівальних елементів з однорідним, суцільним, без проколів шаром та подальшою металізацією контактів на його поверхні, з низьким контактним опором, що дозволяє підвищити розсіювальну потужність і струмові навантаження на елементи, виконані на основі резистивного покриття, що заявляється.

Поставлена задача вирішена в способі отримання суцільного резистивного покриття для нагрівальних елементів шляхом розкладання вуглецевмісної сполуки і нанесення на діелектричну підкладку в вакуумі в умовах впливу високочастотного поля з металізацією контактів, тим, що металізацію контактів здійснюють в два етапи: перший шар металу наносять на чисту діелектричну підкладку, другий шар металу наносять на поверхню резистивного покриття, таким чином, щоб нижній і верхній шари металізації замикалися між собою, нанесення резистивного покриття здійснюють у вакуумній камері при наступних параметрах: тиск 2×10^{-3} - 1×10^{-1} Па, струм дуги 3-10 А, напруга високочастотного поля 0,3-1,6 кВ з одночасним легуванням металами резистивного покриття під час його утворення, при цьому розкладання вуглецевмісної сполуки у вакуумі проводять при температурі ≥ 1000 °С, а стабілізацію резистивного покриття здійснюють відпалом безпосередньо у вакуумній камері після його утворення, нанесення резистивного покриття може здійснюватися декілька разів, а як легуючий метал використовують Cr, або Ti, або W, або Ba, або Ta, або Al, або Nb, або Zr, або Mo.

Новим в винаході, що заявляється, є те, що металізацію контактів здійснюють в два етапи: перший шар металу наносять на чисту діелектричну підкладку, другий шар металу наносять на поверхню резистивного покриття, таким чином, щоб нижній і верхній шари металізації замикалися між собою, нанесення резистивного покриття здійснюють у вакуумній камері при наступних параметрах: тиск 2×10^{-3} - 1×10^{-1} Па, струм дуги 3-10 А, напруга високочастотного поля

0,3-1,6 кВ з одночасним легуванням металами резистивного покриття під час його утворення, при цьому розкладання вуглецевмісної сполуки у вакуумі проводять при температурі ≥ 1000 °С, а стабілізацію резистивного покриття здійснюють відпалом безпосередньо у вакуумній камері після його утворення, нанесення резистивного покриття може здійснюватися декілька разів, а як легуючий метал використовують Cr або Ti, або W, або Ba, або Ta, або Al, або Nb, або Zr, або Mo.

Металізацію контактів на поверхні резистивного матеріалу здійснюють до та після утворення резистивного покриття в два етапи: спочатку - перший шар металу наносять на чисту підкладку, потім другий шар металу - на поверхню резистивного покриття, так, щоби нижній і верхній шари металізації замикалися між собою (див. фіг. 1), де 1 - підкладка, 2 - металеві контакти, 3 - резистивне покриття. У прототипі металеві контакти 2 розташовуються лише на поверхні резистивного матеріалу (див. фіг. 2).

На фіг. 3 та фіг. 4 приведені варіанти нанесення декількох шарів резистивного покриття на підкладку. Металізація контактів має вигляд, наведений на фіг. 3 та фіг. 4.

При виході за параметри отримання резистивного покриття, технічний результат не досягається:

- при тиску в камері менш 1×10^{-3} Па (тиск в камері складається з парціального тиску: суміші аргону та слідів повітря) утворюється резистивне покриття з дуже дрібною і щільною сіткою проколів, оскільки виникають постійні пробої по струму, резистивне покриття має погану адгезію до підкладки, високий негативний температурний коефіцієнт опору (ТКО), резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

- при тиску в камері більше 1×10^{-3} Па утворюється резистивне покриття з крупними проколами, але з меншою щільністю, резистивне покриття має погану адгезію до підкладки, високий негативний ТКО, резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

- при струмі дуги менше 3А - утворюється резистивне покриття з дрібною і щільною сіткою проколів, має погану адгезію до підкладки, високий негативний ТКО, резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

- при струмі дуги більше 10А - утворюється резистивне покриття з крупною сіткою проколів, має погану адгезію до підкладки, високий негативний ТКО, резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

- при напрузі високочастотного поля менше ніж 300 В - утворюється резистивне покриття з дрібною і щільною сіткою проколів, резистивне покриття має погану адгезію до підкладки, високий негативний ТКО, резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

- при напрузі високочастотного поля більше ніж 1600 В - утворюється резистивне покриття з неоднорідною сіткою дрібних та крупних проколів, резистивне покриття має погану адгезію до підкладки, високий негативний ТКО, резистивне покриття, що утворюється, не стійке до електричного навантаження;

Суттєвими ознаками виконання винаходу, що заявляється, є:

- для повного розкладання у вакуумі вуглецевмісної сполуки необхідна температура ≥ 1000 °С, а для утворення однорідного резистивного покриття протягом всього процесу потрібно підтримувати постійну температуру катода.

- відпал резистивного покриття слід проводити не після витягання з вакуумної камери (далі - камери), а в кінці процесу отримання резистивного покриття, не витягуючи їх з камери за допомогою нитки розжарення катода, резистивне покриття після синтезу знаходиться в метастабільному стані, який релаксує протягом довгого часу після утворення. Час релаксації можна зменшити відпалом, проте деякі метастабільні структури зберігаються (заморожуються), що негативно позначається на електричній стійкості резистивного покриття. Значно ефективніше провести відпал безпосередньо в камері після закінчення отримання і виключити процеси релаксації резистивного покриття після витягання з камери;

- при нанесенні, як мінімум, двох шарів резистивного покриття на діелектричну підкладку з очищенням поверхні плівки після кожного процесу можна отримати плівки без проколів з необхідними електричними характеристиками.

Отримання резистивного покриття здійснюється наступним чином:

Приклад 1.

У вакуумній камері, що містить реактор, через який надходить вуглецевмісна сполука, термокатод - для створення плазми, підкладкотримач з розміщеними на ньому діелектричною підкладкою з металізованими контактами, магнетрон для легування резистивного покриття металом в процесі його отримання з мішенню, наприклад, з Cr, Ti, W, Ba, Ta, Al, Nb, Zr, Mo,

створюють вакуум 8×10^{-4} Па, потім в камеру вводять аргон, підпалюють дугу плазми, здійснюють іонне очищення підкладки, включають магнетрон, потім через натікач вводять у вакуумну камеру вуглецевмісну сполуку і здійснюють отримання резистивного покриття на діелектричну підкладку при: тиску ($P=2 \times 10^{-3}$ Па), струмі дуги ($I=3$ А), напрузі височастотного поля ($U_{вч}=0,3$ кВ). Температуру катода підтримують більш 1000 °С. Після отримання резистивного покриття підкладку з покриттям відпалюють, не витягуючи з камери при тому ж струмі катода. На отриманих підкладках на поверхню резистивного покриття наносять металеві контакти. Після чого виріб використовують для виготовлення нагрівачів, резисторів і ін.

Отримане резистивне покриття має наступні характеристики:

- не має проколів, при електричному навантаженні з питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с, необоротні зміни опору резистивного покриття не відбуваються ($\Delta R=0$), ($TKO \leq \pm 5 \times 10^{-5}$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F > 100$ кг/см²).

Приклад 2.

Отримання резистивного покриття здійснюють аналогічно прикладу 1, але при: $P=1 \times 10^{-1}$ Па, $I_d=10$ А, $U_{вч}=1,6$ кВ.

Отримане за запропонованим способом резистивне покриття має наступні характеристики:

- не має проколів, при електричному навантаженні з питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с, необоротні зміни опору резистивного матеріалу не відбуваються ($\Delta R=0$), ($TKO \leq \pm 5 \times 10^{-5}$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F > 100$ кг/см²).

Приклад 3.

Отримання резистивного покриття здійснюють аналогічно прикладу 1, але при: $P=1 \times 10^{-3}$ Па, $I_d=2$ А, $U_{вч}=0,2$ кВ.

Отримане резистивне покриття має наступні характеристики:

- є щільна сітка дрібних проколів, при електричному навантаженні питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с, опір резистивного покриття необоротно зростає $\Delta R=+(0,5-3,0)$ Ом, $TKO > 3 \times 10^{-4}$ 1/К, адгезія до підкладки ($F < 40$ кг/см²).

Приклад 4.

Отримання резистивного покриття здійснюють аналогічно прикладу 1, але при: $P=2 \times 10^{-1}$ Па, $I_d=11$ А, $U_{вч}=1,7$ кВ.

Отримане резистивне покриття має наступні характеристики:

- є неоднорідна, сітка крупних та дрібних проколів, при електричному навантаженні питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с необоротні зміни опору резистивного покриття ($\Delta R=+(0,5-10,0)$ Ом, температурний коефіцієнт опору резистивного покриття ($TKO > 6 \times 10^{-4}$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F < 40$ кг/см²).

Приклад 5.

Отримання резистивного покриття здійснюють аналогічно прикладу 1 при температурі катода 900 °С.

Резистивне покриття має наступні характеристики:

- є неоднорідна сітка крупних проколів, при електричному навантаженні питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с необоротні зміни опору резистивного покриття ($\Delta R=+(0,5-10,0)$ Ом, температурний коефіцієнт опору резистивного покриття ($TKO > 6 \times 10^{-4}$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F < 40$ кг/см²).

Приклад 6.

Отримання резистивного покриття здійснюють аналогічно прикладу 1, але в кінці отримання резистивного покриття відпал не проводять, а проводиться після отримання, як в прототипі.

Резистивне покриття має наступні характеристики:

- проколів мало, але при електричному навантаженні питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с є необоротні зміни опору резистивного покриття $\Delta R=+(0,1-1,0)$ Ом, температурний коефіцієнт опору резистивного покриття ($TKO > 6 \times 10^{-5}$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F < 100$ кг/см²).

Приклад 7.

Здійснюють отримання резистивного покриття аналогічно прикладу 1, але після синтезу підкладка з резистивним покриттям витягують з вакуумної камери, промивають в ультразвуковій ванні, потім знову завантажують в камеру, здійснюють ще один процес отримання резистивного покриття аналогічно прикладу 1.

Резистивне покриття має наступні характеристики:

- проколів немає, при електричному навантаженні питомою потужністю 230 Вт/см² в перебігу 3 с не має необоротних змін опору резистивного покриття ($\Delta R=0$), температурний коефіцієнт опору резистивного покриття ($TKO > (0+2 \times 10^{-5})$ 1/К), адгезія резистивного покриття до підкладки ($F > 100$ кг/см²).

Сукупність істотних ознак, що заявляється, забезпечує отримання суцільного, без проколів, резистивного покриття, здатного витримувати високі електричні навантаження (більше ніж 100 Вт/см²) і пропускати великі струми (більше ніж 10⁵ А/см²), має стабільний електричний опір і низький температурний коефіцієнт опору (ТКО).

5

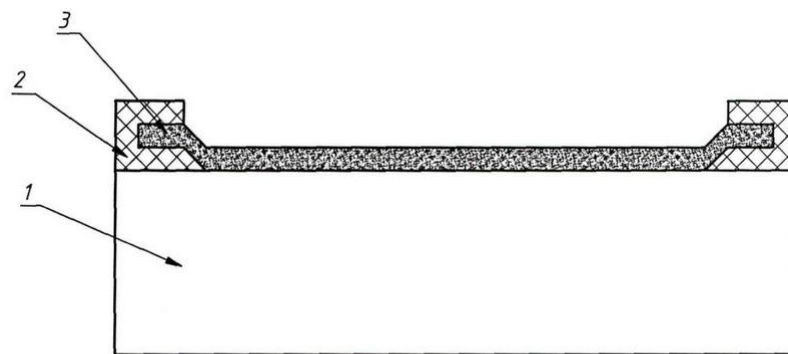
ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

10

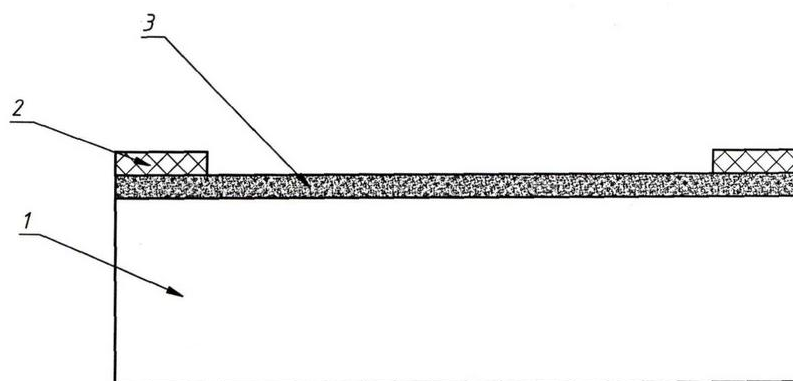
Спосіб отримання суцільного резистивного покриття для нагрівальних елементів шляхом розкладання вуглецевмісної сполуки і нанесення її на діелектричну підкладку у вакуумі в умовах впливу високочастотного поля з металізацією контактів на поверхні резистивного покриття, який відрізняється тим, що металізацію контактів здійснюють в два етапи: перший шар металу наносять на чисту діелектричну підкладку, другий шар металу наносять на поверхню резистивного покриття, таким чином, щоб нижній і верхній шари металізації замикалися між собою, нанесення резистивного покриття здійснюють у вакуумній камері при наступних параметрах: тиск 2×10^{-3} - 1×10^{-1} Па, струм дуги 3-10 А, напруга високочастотного поля 0,3-1,6 кВ, з одночасним легуванням металами резистивного покриття під час його утворення, при цьому розкладання вуглецевмісної сполуки у вакуумі проводять при температурі ≥ 1000 °С, а стабілізацію резистивного покриття здійснюють відпалом безпосередньо у вакуумній камері після його утворення, причому нанесення резистивного покриття здійснюють щонайменше один раз, а як легуючий метал використовують один із групи: Cr або Ti, або W, або Ва, або Та, або Al, або Nb, або Zr, або Мо.

15

20



Фіг.1



Фіг.2

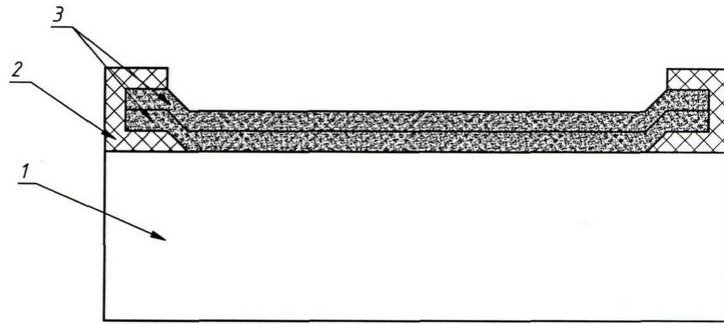


Fig.3

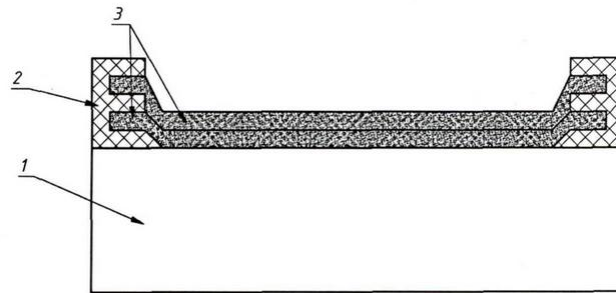


Fig.4