

**УКРАЇНА**

(19) **UA** (11) **113715** (13) **C2**
(51) МПК (2016.01)
H01C 17/065 (2006.01)
H01C 7/02 (2006.01)
H01B 1/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: а 2016 10226	(72) Винахідник(и): Рева Володимир Іванович (UA)
(22) Дата подання заявки: 07.10.2016	(73) Власник(и): Рева Володимир Іванович, просп. Палладіна, 23, кв. 52, м. Київ, 03164 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 27.02.2017	(74) Представник: Соловйова Світлана Олександрівна, реєстр. №98
(41) Публікація відомостей про заявку: 25.11.2016, Бюл.№ 22	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 16229 U, 17.07.2006, RU 02117348 C1, 10.08.1998, US 4645621 A, 24.02.1987, US 3503801 A, 31.03.1970, US 4597897 A, 01.07.1986, US 4512917 A, 23.04.1985, EP 0008437 A, 28.04.1982, US 5204166 A, 20.04.1993,
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 27.02.2017, Бюл.№ 4	
(66) Номер та дата подання попередньої заявки, діловодство за якою припинено: u201607815, 15.07.2016	

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ КОМПОЗИЦІЙНОГО МАТЕРІАЛУ ДЛЯ ТОВСТОПЛІВКОВОГО РЕЗИСТОРА**(57) Реферат:**

Винахід належить до галузі електротехніки і може бути використаний при виготовленні товстоплівкових резисторів на підкладках для електронагрівачів та інших пристроїв спеціального та побутового призначення. Спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора полягає в отриманні окремо порошоків, що містять металоподібні бориди та склозв'язуюче, що кристалізується, шляхом розмелювання металоподібних боридів та склозв'язуючого, що кристалізується, та змішуванні з органічним зв'язуючим. Отримані окремо порошки металоподібних боридів та склозв'язуючого, що кристалізується, додатково спочатку змішують, а потім розмелюють. Відцентрове прискорення, яке при цьому розвивають мелючі тіла, складає від 12 g до 48 g протягом від 1 хв. до 30 хв. При цьому утворюється порошкова суміші з частинками металоподібних боридів розміром <1 мкм, плакованих оксидами склозв'язуючого, що кристалізується, яку змішують з органічним зв'язуючим. Технічним результатом винаходу є збільшення діапазону опору (R), інтервалу змін температурного коефіцієнта опору (ТКО), як позитивного, так і негативного та довгострокової стабільності у виготовлених товстоплівкових резисторах.

UA 113715 C2

Винахід належить до галузі електротехніки і може бути використаний при виготовленні товстоплівкових резисторів на підкладках для електронагрівачів та інших пристроїв спеціального та побутового призначення.

Відомий спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора (Патент RU № 2117348, H01C 7/00, від 10.08.1998).

Спосіб полягає в одержанні суміші, що містить бори́ди та силіциди нікелю та молібдену та склозв'язуюче, яке не містить свинцю, шляхом спочатку розмелювання бори́дів та силіцидів нікелю та молібдену в млині протягом 15-20 годин до утворення порошкової суміші з розміром часток 0,5-5 мкм, а потім змішування з додаванням склозв'язуючого, яке не містить свинцю, з додаванням органічного зв'язуючого.

Використання композиційного матеріалу забезпечує виготовлення товстоплівкових резисторів з питомим поверхневим опором 0,08-1000 Ом/□, з теплостійкістю до 600 °C та регульованим температурним коефіцієнтом опору (ТКО).

Недоліком відомого способу є тривалість процесу розмелювання, що збільшує енерговитрати.

Відомий спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора (Патент UA № 25448, H01B 1/06, від 30.10.98).

Спосіб полягає у виготовленні суміші, що містить дисиліцид хрому та склозв'язуюче, шляхом спочатку розмелювання окремо дисиліциду хрому та склозв'язуючого в планетарному млині до розмірів часток 1:10 мкм, а потім змішування утворених частинок з додаванням органічного зв'язуючого.

Використання композиційного матеріалу забезпечує виготовлення товстоплівкових резисторів з питомим поверхневим опором 3,0-5,0 Ом/□.

Проте вище зазначений спосіб не забезпечує утворення додаткових фаз сполук, які би дозволяли розширити діапазон питомих поверхонь опору резистора.

Відомий спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора (Патент UA № 16229, H01B 1/00, H05B 3/00 від 05.05.2006), що є найближчим аналогом.

Спосіб полягає в отриманні окремо порошоків, що містять металопо́дібні бори́ди та склозв'язуюче, що кристалізується шляхом розмелювання окремо металопо́дібних бори́дів та склозв'язуючого, що кристалізується спочатку в дробарці, а потім в планетарному млині до розмірів часток 1:10 мкм та змішування отриманих частинок з додаванням органічного зв'язуючого.

Використання композиційного матеріалу забезпечує виготовлення товстоплівкових резисторів з різною термостійкістю, з питомим поверхневим опором в інтервалі 0,05-1000 Ом/□ для використання в електронагрівачах з робочою температурою до 600 °C.

Недоліком найближчого аналога є відсутність можливості збільшення діапазону опору (R), інтервалу змін температурного коефіцієнта опору (ТКО), як позитивного, так і негативного, та довгострокової стабільності у виготовлених з використанням композиційного матеріалу товстоплівкових резисторів, що суттєво звужує можливості регулювання експлуатаційних параметрів нагрівальних елементів та інших електротехнічних пристроїв.

Задачею винаходу є створення способу виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора, в якому за рахунок утворення порошкової суміші, де частинки металопо́дібних бори́дів, плаковані оксидами склозв'язуючого, що кристалізується, забезпечується виготовлення композиційного матеріалу, використання якого забезпечує збільшення діапазону опору (R), інтервалу змін температурного коефіцієнта опору (ТКО), як позитивного, так і негативного, та довгострокової стабільності у виготовлених товстоплівкових резисторах.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора, який полягає в отриманні окремо порошоків, що містять металопо́дібні бори́ди та склозв'язуюче, що кристалізується, шляхом розмелювання металопо́дібних бори́дів та склозв'язуючого, що кристалізується, та змішуванні з органічним зв'язуючим, згідно з винаходом, отриманні окремо порошки металопо́дібних бори́дів та склозв'язуючого, що кристалізується, додатково спочатку змішують, а потім розмелюють при відцентровому прискоренні, яке розвивають мелючі тіла, від 12 g до 48 g протягом від 1 хв. до 30 хв., для утворення порошкової суміші з частинками металопо́дібних бори́дів розміром <1 мкм, плакованих оксидами склозв'язуючого, що кристалізується, яка змішується з органічним зв'язуючим.

Отриманий в результаті запропонованої корисної моделі композиційний матеріал забезпечує виготовлення товстоплівкових резисторів з поверхневим питомим опором в діапазоні 0,009-20000 Ом/□, заданим ТКО в діапазоні значень $\pm 3000 \cdot 10^{-6}$ 1/°C та ресурсом

експлуатації не менше 20 тис. год., внаслідок чого забезпечується можливість керування електричною потужністю товстоплівкового нагрівального елемента та створення товстоплівкових резисторів для постійного та змінного струму напругою від 1,5 В до 750 В та питомою потужністю розсіювання тепла до 50 Вт/см².

5 Спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкових резисторів здійснювали з використанням відомих технологічних операцій порошкової металургії та механосинтезу.

Приклад реалізації винаходу

Композиційний матеріал для виготовлення товстоплівкового резистора готували наступним чином:

10 - склозв'язуюче та металопоподібні бори́ди розмелювали окремо спочатку в дробарці КІД-60 до розмірів частинок 0,5-1,0 мм, а потім в планетарному млині САНД-1 для тонкого помелення при відцентровому прискоренні мелючих тіл від 7 g до 12 g протягом від 30 хв. до 6 год. в середовищі ізопропілового спирту до утворення частинок розміром в діапазоні 1-10 мкм;

15 - отримані частинки металопоподібних боридів та склозв'язуючого в розрахованій пропорції піддавали спільній обробці в високоенергетичному планетарному млині протягом від 1 хв. до 30 хв. при відцентровому прискоренні мелючих тіл від 12 g до 48 g.

20 Під час контакту металопоподібного бориду зі склозв'язуючим в високоенергетичному планетарному млині відбуваються не тільки додаткове подрібнення, але і перемішування компонентів на атомарному рівні, коли активується хімічна взаємодія та масоперенос твердих реагентів. При цьому частинки металопоподібного бориду взаємодіють з киснем оксидів склозв'язуючого за реакцією:

$\text{MeB}_x + \text{O}_2 \rightarrow \text{MeB}_x - \text{ядро частинки} + (\text{MeB}_{x-1} + \text{Me} + \text{Me}_x\text{O}_y + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{домішки оксидів склозв'язуючого})$
- плакований шар поверхні вихідної частинки металопоподібного бориду.

25 Утворений оксидний шар на поверхні металопоподібного бориду має властивості напівпровідника та виконує захисні функції для ядра частинки за умов подальшої термообробки на повітрі композиційного матеріалу при виготовленні товстоплівкового резистора. При цьому суттєво зменшується вірогідність утворення оксиду бору (B_2O_3), що має нахил до взаємодії з вологою повітря, що приводить до поступового руйнування структури резистора під час експлуатації. Використання спеціальних захисних діелектричних покриттів значно збільшує

30 собівартість виробів.
Спосіб, що заявляється, дозволяє створити композиційні матеріали для товстоплівкового резистора, які являють собою складну гетерогенну невпорядковану систему, що включає в себе області з металічним та напівпровідниковим типом струмопровідності. Струмопровідність та ТКО в таких системах є суперпозицією металічного типу - ядро частинок, напівпровідникового - оксидна оболонка на поверхні частинок металопоподібного бориду та активаційного через діелектричні прошарки, утвореного оксидами склозв'язуючого.

Приклад 1

40 Спосіб виготовлення композиційного матеріалу низькоомного діапазону опору. Вихідні порошки металопоподібного бориду та склозв'язуючого окремо подрібнили на дробарці КІД 60 до розмірів частинок 0,5-1,0 мм. Підготований порошок склозв'язуючого у кількості 150 г засипали в халцедоновий барабан з мелючими тілами сферичної форми і проводили розмелення у планетарному млині тривалістю 60 хв. при прискоренні 8 g. Співвідношення мелючі тіла:склозв'язуюче як 2:1. Після розмелення методом седиментації отриманого порошку відділяли фракцію з розміром частинок ≤ 10 мкм. Аналогічно розмелювали у планетарному

45 млині металопоподібний борид з наступним відокремленням фракції з розміром частинок ≤ 10 мкм.
Отримані порошки в співвідношенні: 97 мас. % - металопоподібний борид (Ni_3B) та 3 мас. % - склозв'язуюче, попередньо перемішали в барабанному валковому млині протягом 24 год., розмелювали в високоенергетичному планетарному млині з прискоренням 12 g протягом 30 хв. Потім отриманий порошок, який мав частинки металевих боридів розміром 0,9 мкм, змішували з органічним зв'язуючим.

50 Для оцінки параметрів одержаного композиційного матеріалу виготовляли товстоплівковий резистор методом трафаретного друку з наступною термообробкою. Питомий поверхневий опір резистора складав $R=0,009 \text{ Ом}/\square$, $\text{ТКО}=+3000 \cdot 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$, ресурс експлуатації >20000 год.

Приклад 2

55 Спосіб виготовлення композиційного матеріалу середньоомного діапазону опору. Вихідні порошки металопоподібного бориду та склозв'язуючого окремо подрібнили на дробарці КІД 60 до розмірів частинок 0,5-1,0 мм. Підготований порошок склозв'язуючого у кількості 150 г засипали в халцедоновий барабан з мелючими тілами сферичної форми і проводили розмелення у планетарному млині тривалістю 60 хв. при прискоренні 8 g. Співвідношення мелючі тіла:склозв'язуюче як 2:1. Після розмелення методом седиментації отриманого порошку

відділяли фракцію з розміром частинок ≤ 10 мкм. Аналогічно розмелювали у планетарному млині металопоподібний борид з наступним відокремленням фракції з розміром частинок ≤ 10 мкм.

Отримані порошки в співвідношенні: 60 мас. % - металопоподібний борид ($Ba_{0,76}La_{0,24}B_6$) та 40 мас. % - склозв'язуюче, попередньо перемішали в барабанному валковому млині протягом 24 год., розмелювали в високоенергетичному планетарному млині з прискоренням 12 g протягом 6 хв. Потім отриманий порошок, який мав частинки металевих боридів розміром 0,8 мкм, змішували з органічним зв'язуючим.

Для оцінки параметрів одержаного композиційного матеріалу виготовляли товстоплівковий резистор методом трафаретного друку з наступною термообробкою. Питомий поверхневий опір резистора складав $R=50 \text{ Ом}/\square$; $TKO=+150 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$, ресурс експлуатації >20000 год.

Приклад 3

Спосіб виготовлення композиційного матеріалу високоомного діапазону опору. Вихідні порошки металопоподібного бориду та склозв'язуючого окремо подрібнили на дробарці КІД 60 до розмірів частинок 0,5-1,0 мм. Підготований порошок склозв'язуючого у кількості 150 г засипали в халцедоновий барабан з мелючими тілами сферичної форми і проводили розмелення у планетарному млині тривалістю 60 хв. при прискоренні 8 g. Співвідношення мелючі тіла:склозв'язуюче як 2:1. Після розмелення методом седиментації отриманого порошку відділяли фракцію з розміром частинок ≤ 10 мкм. Аналогічно розмелювали у планетарному млині металопоподібний борид з наступним відокремленням фракції з розміром частинок ≤ 10 мкм.

Отримані порошки в співвідношенні: 50 мас. % - металопоподібний борид (CaB_6) та 50 мас. % склозв'язуюче, попередньо перемішали в барабанному валковому млині протягом 24 год., розмелювали в високоенергетичному планетарному млині з прискоренням 24 g протягом 3 хв. Потім отриманий порошок, який мав частинки металевих боридів розміром 0,7 мкм, змішували з органічним зв'язуючим.

Для оцінки параметрів одержаного композиційного матеріалу виготовляли товстоплівковий резистор методом трафаретного друку з наступною термообробкою. Питомий поверхневий опір резистора складав $R=20000 \text{ Ом}/\square$, $TKO=-3000 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$, ресурс експлуатації >20000 год.

Застосування різних за складом металопоподібних боридів, а також цілеспрямована зміна складу та товщини оксидної оболонки на поверхні частинок металопоподібних боридів дозволяє виготовити композиційний матеріал для товстоплівкового резистора з заданими електроопором і TKO для виготовлення електронагрівачів та інших пристроїв спеціального та побутового призначення з широким діапазоном експлуатаційних параметрів.

Запропонований винахід може знайти широке застосування в галузі електротехніки, зокрема для виготовлення товстоплівкових резисторів на підкладках для електронагрівачів та інших пристроїв спеціального та побутового призначення.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб виготовлення композиційного матеріалу для товстоплівкового резистора, який включає отримання окремо порошоків, що містять металопоподібні бориди та склозв'язуюче, що кристалізується, шляхом розмелювання металопоподібних боридів та склозв'язуючого, що кристалізується, та змішування їх з органічним зв'язуючим, який **відрізняється** тим, що створені окремо порошки металопоподібних боридів та склозв'язуючого, що кристалізується, додатково спочатку змішують, а потім розмелюють при відцентровому прискоренні, яке розвивають мелючі тіла, від 12 g до 48 g протягом від 1 хв. до 30 хв., для утворення порошкової суміші з частинками металопоподібних боридів розміром <1 мкм, плакованих оксидами склозв'язуючого, що кристалізується, яку змішують з органічним зв'язуючим.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601