



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38936 (13) A

(51) 7 C03C17/30, H01B17/62

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ПЛІВКОУТВОРЮЮЧИЙ РОЗЧИН

(21) 2000116738

(22) 28.11.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Ящишин Йосип Миколайович, Вахула Яро-
слав Іванович, Васійчук Віктор Олексійович, Рома-
нів Анна Степанівна

(73) Державний університет "Львівська політехніка"

(57) Плівкоутворюючий розчин, що містить водорозчинний силіційвмісний компонент та борну кислоту, який **відрізняється** тим, що він додатково містить гідроксид літію, алюмінат калію і каталіза-

тор кристалізації - або молібденову кислоту, або амоній ванадієвокислий, а як силіційвмісний компонент - калієве і літєве рідке скло, при такому співвідношенні компонентів, мас%:

Калієве рідке скло - 0,4 - 2,9

Літєве рідке скло - 1,3 - 3,0

Гідроксид літію - 0,01 - 0,6

Алюмінат калію - 0,4 - 0,8

Борна кислота - 0,4 - 2,2

Каталізатор кристалізації - 0,01 - 0,04

Вода - решта.

Винахід відноситься до плівкоутворюючих складів і може використовуватись для отримання склокристалічних покриттів з пониженими температурами формування і одностадійним режимом кристалізації з метою формування на поверхні металічних виробів електроізоляційних склоплівок (покриттів), які, в тому числі, використовуються для гібридних інтегральних схем (ГІС).

Відомий плівкоутворюючий розчин, що містить водорозчинний силіційвмісний компонент та борну кислоту [Патент, Україна, №20732 А, кл. C03 C17/30, 1998]. Як силіційвмісний компонент він містить тетраетоксисилан (ТЕОС) при такому співвідношенні компонентів, мас %:

Тetraетоксисилан - 57 - 60

Нітрат кальцію - 5 - 7

Нітрат літію - 14 - 17

Борна кислота - 1 - 2

Нітрат міді - 1 - 3

Перманганат калію - 0,7 - 3,0

або біхромат калію - 0,9 - 2,0

Спирт етиловий - решта.

З нього на поверхні сталей виробів після нанесення і нагріву утворюються склоподібні плівки товщиною 20 мкм.

Однак, внаслідок використання як активаторів адгезії оксидів марганцю і міді хімічна стійкість і діелектричні властивості склоплівки невисокі. Значна кількість Li_2O без вмісту інших лужних оксидів, погіршує формувальні властивості (високі температура опалення, в'язкість, поверхневий натяг) і не дозволяє повною мірою використати полілужний ефект. Відсутність в складі важкотопких модифіка-

торів кремнекисневого каркасу з низькими парціальними коефіцієнтами ТКЛР і високими термомеханічними властивостями не дозволяє, навіть при застосуванні активаторів адгезії, отримати термостійку плівку товщиною, достатньою для використання її як електроізоляційний матеріал. Отримання склокристалічної плівки з підвищеними термомеханічними і діелектричними властивостями при такому вмісті Li_2O неможливе. Застосування ТЕОС, як силіційвмісного компонента, потребує значних затрат часу і дорогих реактивів.

В основу винаходу поставлене завдання створити плівкоутворюючий розчин, в якому заміна старих і введення нових компонентів та встановлення їх співвідношення, спростили б процес його приготування і забезпечили б використання полілужного ефекту і утворення дрібнокристалічної структури плівки, що дало б можливість підвищити термомеханічні і електроізоляційні властивості плівки без використання активаторів адгезії.

Поставлене завдання вирішується тим, що плівкоутворюючий розчин, що містить водорозчинний силіційвмісний компонент та борну кислоту, згідно з винаходом, додатково містить гідроксид літію, алюмінат калію, каталізатор кристалізації - молібденову кислоту або амоній ванадієвокислий, а як силіційвмісний компонент - калієве і літєве рідке скло при такому співвідношенні компонентів мас %:

Калієве рідке скло - 0,4 - 2,9

Літєве рідке скло - 1,3 - 3,0

Гідроксид літію - 0,01 - 0,6

Алюмінат калію - 0,4 - 0,8

(19) UA (11) 38936 (13) A

Борна кислота - 0,4 - 2,2
Каталізатор кристалізації - 0,01 - 0,04
Вода - решта.

Використання цих сполук у вказаному співвідношенні дозволяє досягнути полілужного ефекту, зменшити поверхневий натяг при температурах формування, а також отримати дрібнокристалічну структуру поверхні плівки, що забезпечує підвищення термомеханічних та електроізоляційних властивостей. А використання, замість ТЕОС, таких силіційвмісних компонентів, як калієве і літієве рідке скло, значно спрощує процес приготування такого плівкоутворюючого розчину. В результаті оброблення поверхні виробів плівкоутворюючим розчином приведених складів значно продовжується термін їх експлуатації як електроізоляційних матеріалів в умовах підвищених температур.

Для синтезу плівкоутворюючого розчину використовували такі матеріали:

Калієве рідке скло - ОСТ 21-3-86

Літієве рідке скло - одержане за методикою [Емельянова О.Н., Бромберг А. В. Григорьева И.К., Севастьянов В.Г. Получение и свойства жидкого литиевого стекла высокой чистоты //Высокочистые вещества-1988.- №2.-с.75-79.]

Гідроксид літію – ТУ 6-09-2557-83

Алюмінат калію - одержаний за методикою [Карапетьянц М.Х., Дракин С.И. Общая и неорганическая химия с.341]

Борна кислота-ГОСТ 18704-78

Молібденова кислота – ТУ 6-09-2154-77

Амоній ванадієвокислий- ГОСТ 9336-75

Вода дистильована – ГОСТ 6709-72

Підклад - сталь X18H10T

Дослідження хімічної стійкості плівок проводили згідно з ГОСТ 24788-81, термостійкості - ГОСТ 25525-82, адгезії - ГОСТ 14019-80, товщини - ГОСТ 24788-81, діелектричну проникність і тангенс кута діелектричних втрат визначали резонансним методом [Саркизов П.Д., Агарков А.С. Технический анализ и контроль производства стекла и изделий из него.- М.: Стройиздат.-1976. -224с.].

Для приготування плівкоутворюючого розчину розчиняють у воді кожен компонент окремо і приливають один до одного.

Для експериментальної перевірки складу, що пропонується, були приготовлені 6 розчинів (табл. 1).

Приклад 1. Для отримання плівкоутворюючого розчину компоненти беруть в таких кількостях (мас. %): калієве рідке скло – 2,9, літієве рідке скло – 2,0, алюмінат калію – 0,4, гідроксид літію – 0,3, борна кислота – 0,4, молібденова кислота - 0,01, H₂O - до 100% і приливають один до одного з одержанням гомогенної розчинної системи [склад 1, табл. 1]. Одержаний плівкоутворюючий розчин пульверизацією наносять на нагріту до 400°C поверхню виробу зі сталі чотирма шарами. Після цього виріб додатково нагрівають в електричній печі до 800°C і витримують 10 хвилин. При цьому протягом 3 хвилин утворюється скляна плівка, яка при подальшому витримуванні кристалізується. Наступний етап - повільне охолодження до кімнатної температури протягом 10 хв.

В результаті термообробки на поверхні виробу утворюється склокристалічна плівка товщиною 80 мкм такого складу (мас. %):

SiO₂ - 63,0

Al₂O₃ - 2,5

B₂O₃ - 4,0

K₂O - 22,9

Li₂O - 7,3

MoO₃ - 0,2

Утворена склокристалічна плівка є матовою, суцільною і рівною за товщиною. Фізико-хімічні властивості плівки наведені в табл. 2.

Приклади 2-6 здійснювали аналогічно, тільки в прикладах 4-6 замість молібденової кислоти вводили амоній ванадієвокислий (табл. 1). Плівка, утворена в усіх випадках, є матовою, суцільною і рівною за товщиною. Фізико-хімічні властивості наведені в табл.2, у порівнянні з прототипом. Отримані результати свідчать, що утворена плівка має вищу хімічну стійкість, термостійкість (520°C) і адгезійні властивості (4 бали) порівняно з прототипом. Поряд з тим плівка володіє високими електроізоляційними властивостями.

Таблиця 1

Склади плівкоутворюючих розчинів, мас. %.

Склад	Калієве рідке скло	Літієве рідке скло	Алюмінат калію	Гідроксид літію	Борна кислота	Молібденова кислота	Амоній ванадієвокислий	Вода
1.	2,9	2,0	0,4	0,3	0,4	0,01	-	До 100%
2.	1,5	2,8	0,4	0,01	1,3	0,02	-	
3.	2,5	1,3	0,4	0,6	1,2	0,03	-	
4.	0,4	3,0	0,7	0,01	1,9	-	0,01	
5.	0,4	2,8	0,6	0,01	2,2	-	0,02	
6.	0,9	2,3	0,8	0,2	1,8	-	0,04	

Таблиця 2

Фізико-хімічні властивості плівок

Властивості плівок	прототип		запропоновані склади					
	I	II	1	2	3	4	5	6
Хімічна стійкість (втрата ваги), мг/см ² год.	0,18	0,14	0,12	0,18	0,10	0,18	0,08	0,18
Термостійкість, °С	450	480	520	500	530	500	520	500
Адгезія, бал	2	1	4	3	4	4	3	4
Діелектрична проникність	-	-	6,6	7,5	8,0	7,8	9	8,5
Тангенс кута діелектр. втрат., $\cdot 10^4$	-	-	25	20	30	22	40	30

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
 Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
 (044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
 Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
 (044) 268-25-22
