

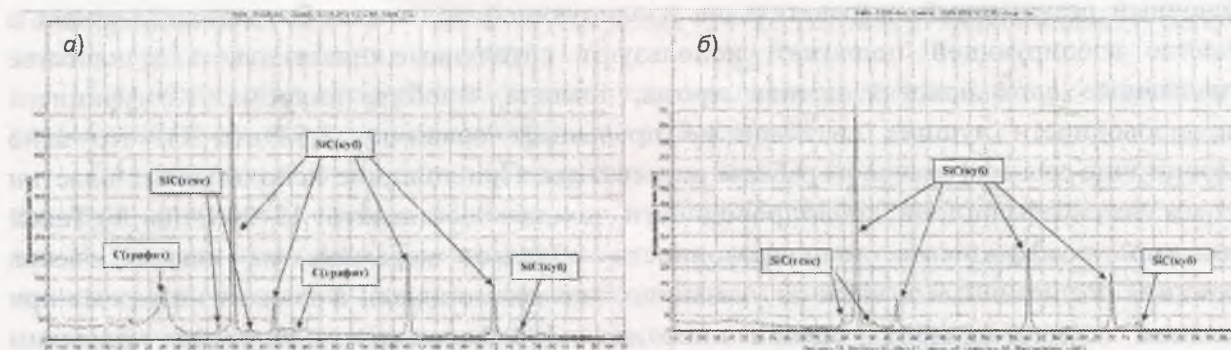


Рисунок 4 – РФА-спектры получаемых в ЭТКС мелкозернистых образцов шихты (а) и карбида кремния SiC (б)

Экспериментальные результаты показывают, что образование SiC начинается при 1400°C и выше после плавления и испарения SiO_2 .

Образующийся в реакторе ЭТКС мелкозернистый карбидокремниевый порошок имеет широкие области практического применения.

Список литературы

1. Порада А. Н., Гасик М. И. Электротермия неорганических материалов. М.: Металлургия, 1990. – 232 с.
2. Лучинин В., Таиров Ю. Отечественный полупроводниковый карбид кремния: шаг к паритету // Электроника. 2009. № 7. С. 12–15.
3. Ермакова Ж. С., Мансуров З. А., Абдулкаримова Р. Г., Мукасян А. С. Карбид кремния: способы получения и применение (обзор) // Горение и плазмохимия. 2010. Т 8, № 1. С. 32–54.
4. Руднева В. В., Галевский Г. В., Юркова Е. К. Компактирование карбида кремния и композиций на его основе: анализ отечественного и зарубежного опыта // Изв. Вузов. Цветная металлургия. 2009. № 3. С. 56–60.
5. Goldberger W. M., Hanway J. E., Langston B. G. The electrothermal fluidized bed. // Chem. Engng. Prog. 1965. Vol. 61. № 2. P. 63–67.
6. Бородуля В. А., Виноградов Л. М., Гребеньков А. Ж., Михайлов А. А., Сидорович А. М. Исследование получения карбида кремния восстановлением кремнезёма нефтекоксом в электротермическом кипящем слое // Тепло- и массоперенос–2011: Сб. науч. тр. / Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси. Минск, 2011. С. 74–80.
7. Забродский С. С. Высокотемпературные установки с псевдоожиженным слоем. М.: Энергия. 1971. – 328 с.
8. Бородуля В. А. Высокотемпературные процессы в электротермическом кипящем слое. Минск: Наука и техника. 1973. – 176 с.

РАЗРАБОТКА ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЛЕНОЧНЫХ НАГРЕВАТЕЛЕЙ НА КЕРАМИЧЕСКОЙ ВЫСОКОТЕПЛОПРОВОДНОЙ ОСНОВЕ

Астапчик С.А., Волочко А.Т., Марков Г.В.

ГНУ "Физико-технический институт НАН Беларуси", г. Минск, Беларусь
volochkoat@mail.ru

Создание новых объектов техники (в том числе компьютерных устройств, систем авионики и др.), эксплуатирующихся при низких температурах требует использования высокоэффективных нагревательных устройств [1], где основным элементом является

пленочный резистивный нагреватель на изолирующей подложке. В настоящее время в качестве изолирующей подложки используют ситалловые пластины, а в качестве резистивного слоя наносят пленки хрома, тантала, ниобия, нихрома. Коэффициент теплопроводности лучших ситаллов не превышает величину $2,5 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, что явно недостаточно для эффективной работы нагревателя. При толщине используемых пластин в 1 мм их коэффициент теплопроводности должен составлять $15\text{--}20 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$. Такой величиной коэффициента теплопроводности обладает керамика на основе оксида алюминия. Резистивные пленки из указанных чистых металлов, а также из нихрома при удельном сопротивлении пленки порядка 300 Ом/квadrat обладают большим температурным коэффициентом электрического сопротивления, что зачастую создает трудности при адаптации такого нагревателя в электронных устройствах.

Исходя из требований к керамической подложке [2,3] в качестве основного керамического материала для подложек применялись промышленные порошки оксида алюминия: электрокорунд белый марки 25А зернистостью М1 (размер частиц $< 1 \text{ мкм}$, массовая доля $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ – 99,0 %, SiO_2 – 0,53 %, Na_2O – 0,25 %, Fe_2O_3 – 0,065 %) и глинозем марки ГН (размер частиц $< 5 \text{ мкм}$, массовая доля $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ – 95,0 %, SiO_2 – 0,1 %, Fe_2O_3 – 0,03 %), в качестве легирующих добавок использовались оксиды TiO_2 , MgO , ZnO и MnO_2 . Исследования проводились на образцах в виде пластинок размером $60\times 24\times 2 \text{ мм}$, спрессованных при давлении $60\text{--}120 \text{ МПа}$ и спеченных на воздухе при $T=1450\text{--}1550^\circ\text{C}$. При введении легирующих добавок смешивание проводили в планетарной мельнице САНД с керамическими шарами в среде этилового спирта в течение 40–60 мин.

Резистивные пленки на основе Cr-Ni наносились электроннолучевым методом при давлении остаточных газов в вакуумной камере не более $(5\text{--}8)\cdot 10^{-3} \text{ Па}$. Хром и никель наносились послойно и толщина слоя не превышала 10 нм. Температура подложки, поддерживалась на уровне $180\text{--}220^\circ\text{C}$, что позволяло диффузионно перемешивать слои прямо в процессе нанесения. Исследовались удельное электрическое сопротивление R и температурный коэффициент сопротивления α , структура и фазовый состав полученных пленок. Для этих целей использовались четырех точечный метод измерения сопротивления, электронограф ЭМР-102 и электронный микроскоп SEM 515.

При полусухом статическом прессовании в жестких матрицах порошков корунда и глинозема с различными добавками установлено, что наилучшей уплотняемостью обладают композиции на основе М1, содержащие в качестве добавок TiO_2 и MgO . Это обусловлено тем, что введение 1–2 % TiO_2 снижает температуру обжига на $150\text{--}200^\circ\text{C}$. Активирующее действие TiO_2 проявляется уже при температуре ниже 1200°C , т.е. на начальной стадии спекания в период образования контактов, и зависит от дисперсности зерен Al_2O_3 . Если они $\sim 1 \text{ мкм}$ и менее, то введение TiO_2 в решетку корунда приводит к образованию контактов по механизму объемной диффузии вакансий. При дисперсности $> 2 \text{ мкм}$, независимо от количества легирующей добавки TiO_2 , контакты образуются за счет поверхностной диффузии. При промежуточных размерах зерен реализуются оба механизма. Таким образом, с использованием легирующих добавок TiO_2 и MgO удалось при относительно малых энергетических затратах ($T=1450^\circ\text{C}$, $\tau=2 \text{ ч}$) при спекании на воздухе получить высокоплотный ($3,70\text{--}3,75 \text{ г/см}^3$) материал на основе Al_2O_3 .

На экспериментальных образцах исследованы физико-механические свойства полученного материала. При усадке 17–18 % достигнута кажущаяся плотность $3,75\text{--}3,80 \text{ г/см}^3$. Коэффициент вязкости разрушения составил $2,5\text{--}2,7 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, твердость 86,5–87,9 НРА, микротвердость 11–14 ГПа, предел прочности при изгибе 256–267 МПа.

Теплопроводность при $T = 20^\circ\text{C}$ в пределах $24\text{--}28 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$. Максимальная рабочая температура такого материала 1600°C .

Для получения электрических пленочных нагревателей изготовлены подложки из разработанного материала размером $60 \times 24 \times (1,5\text{--}2,0) \text{ мм}$.

Для определения качества подложки исследовали шероховатость поверхности, на которую напыляется слой резистивного материала. Из результатов исследований следует что R_a не превышает 1,85. Для повышения класса шероховатости поверхности пластинок на них наносился слой глазури толщиной порядка $100\text{--}120 \text{ мкм}$. Такой слой полностью скрадывал дефекты поверхности и класс шероховатости увеличивался до 10.

Исследования удельного электрического сопротивления R и температурного коэффициента сопротивления α проводились на пленках, нанесенных на ситалловые пластинки марки СТ-50-1-1-1,0 размером $60 \times 24 \times 1 \text{ мм}$. В долях конкретно применения полученных результатов требовалось, чтобы удельное электрическое сопротивление R находилось в области $320\text{--}370 \text{ Ом/квadrat}$, а α было меньше $1 \cdot 10^{-4} \text{ 1/К}$.

Исследования начались с нанесения пленки нихрома стандартного состава и исследования её R и α . Анализ полученных значений R и α показал, что удовлетворить требования к пленке, когда $\alpha < 1 \cdot 10^{-4} \text{ 1/К}$, возможно при увеличении содержания хрома. Последовательное нанесение пленок с R , лежащим в области $320\text{--}370 \text{ Ом/квadrat}$ и исследования их термического коэффициента сопротивления α привёл к следующему результату: плёнка составом $80\%\text{Cr} + 20\%\text{Ni}$ имеет α меньше $1 \cdot 10^{-5} \text{ 1/К}$. Для данного состава пленок были проведены исследования зависимости $\alpha(R)$. Из них следует, что если удельное электрическое сопротивление $R < 350 \text{ Ом/квadrat}$, то α -положителен. В зависимости $\alpha(R)$, выделена только область, где преимущественно располагаются полученные экспериментальные точки. Более точной вид зависимости $\alpha(R)$ получить не удалось [4].

Были проведены исследования фазового состава пленки составом $80\%\text{Cr} + 20\%\text{Ni}$, нанесенных на сколы NaCl . Из результатов исследований следует, что на электронограмме присутствует одно ядро выраженное кольцо и три кольца с немного меньшей интенсивностью. Для хрома характерны кольца 1,3, а для Ni – 2,4. Отжиг данной пленки при температурах 200 и 300°C приводит к уменьшению диаметров колец, что является следствием увеличения межплоскостных расстояний. Это также может свидетельствовать об образовании твердого раствора Cr-Ni . Кроме того с увеличением температуры отжига плёнки на электронограмме становится виден полученный эффект колец, характерных для Cr . Это говорит об ориентированном росте зерен.

Исследовалось влияние отжига плёнки, нанесенной на ситалловые пластинки, на величины R и α . Отжиг проводили пропусканием электрического тока через пленку и с использованием печи на воздухе. Измерения величин R и α проводились при комнатной температуре после отжига. Как следует из результатов, при отжиге в печи удельное электросопротивление R увеличивается, а при отжиге проходящим электрическим током наоборот, уменьшается. По-видимому, это объясняется тем, что при отжиге пленки в печи идет некоторое окисление хрома по границам зерен пленки, что повышает её R . Пропускание же и нагрев пленки электрическим током приводит к появлению дополнительных межзеренных перемычек, что понижает R пленки. Об этом говорит и такой экспериментально обнаруженный эффект, что если пленку, последующую термообработку в печи, нагреть проходящим электрическим током, то её R уменьшится на $\sim 10\text{--}20 \text{ Ом/квadrat}$.

Оба рассмотренных вида отжига пленки не приводят к изменению величины термического коэффициента сопротивления α . Также величины R и α не изменяются при термоциклировании в интервале температур (-30°C , $+200^{\circ}\text{C}$). Продолжительность обоих видов отжига не превышает 3–5 минут. Большая продолжительность отжига оказывает пренебрежимо малое влияние на R и α .

Исследованные резистивные пленки состава $80\%\text{Cr} + 20\%\text{Ni}$ были нанесены на глазурованную поверхность 10 класса шероховатости разработанных и изготовленных высокотеплопроводных керамических пластин (основа Al_2O_3) размером $60 \times 24 \times 2$ мм. Как следует из результатов исследований R и α нанесенных пленок данные характеристики практически ничем не отличаются от таких же характеристик для использованных ситалловых пластин при общих параметрах и условиях нанесения и отжига. Исходя из этого, был сделан вывод, что разработанные высокотеплопроводная керамика на основе Al_2O_3 и резистивная пленка состава $80\%\text{Cr} + 20\%\text{Ni}$ подходят для изготовления пленочных резистивных нагревателей.

Была изготовлена опытная партия резистивных пленочных нагревателей на высокотеплопроводных керамических пластинах размером $60 \times 24 \times 2$ мм, которые прошли опытно-промышленные испытания при обогреве электронных объектов систем авионики в течение ~ 1000 часов. После проведения испытаний нагреватели были осмотрены и их параметры протестированы. Практически никаких значимых отклонений параметров и характеристик нагревателей от первоначальных не выявлено.

Для получения керамического высокотеплопроводного материала с теплопроводностью до $28 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$ можно использовать промышленный порошок электрокорунда марки 25А зернистостью М1, легированный оксидами титана и магния. На спеченных подложках размерами $60 \times 24 \times 2$ мм достигнута кажущаяся плотность $3,75\text{--}3,80 \text{ г}/\text{см}^3$, коэффициент вязкости разрушения $2,5\text{--}2,7 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, твердость $86,5\text{--}87,9 \text{ НРА}$, микротвердость $11\text{--}14 \text{ ГПа}$, предел прочности при изгибе $256\text{--}267 \text{ МПа}$, что позволяет использовать их в качестве основы для керамических пленочных нагревателей.

Резистивная пленка состава $80\%\text{Cr} + 20\%\text{Ni}$ с удельным сопротивлением $R \approx 350 \text{ Ом}/\text{квадрат}$ и термическим коэффициентом сопротивления $\alpha < 1 \cdot 10^{-4} \text{ 1}/\text{К}$ может использоваться как нагревательный элемент резистивных нагревателей на высокотеплопроводной керамической подложке.

Список литературы

1. Пятин Ю.М. Материалы в приборостроении и автоматике. Справочник. –М.: Машиностроение, 1982. – 528с.
2. Флоренцев С.Н. Тенденции развития силовой электроники начала тысячелетия / Электроника.– 2003.– № 6.– С. 3–9.
3. Состояние и направление дальнейшего развития в сфере разработки, производства и применения полупроводниковых приборов / Л.Лоренц // Электротехника.- 2002.- № 3. - С. 2–16.
4. Волочко А.Т., Марков Г.В., Ралько А.П., Букато Н.Ю., Тимошенко Т.В. Тонкопленочные резистивные нагреватели на основе системы Ni-Cr // Весці НАН Беларусі Сер. фіз.-тэхн. навук. 2012. № 3.– С.10–12.