



(51) МПК
C23C 24/04 (2006.01)
C23C 4/06 (2006.01)
C23C 4/12 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012126338/02, 22.06.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 22.06.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.06.2012

(45) Опубликовано: 10.02.2014 Бюл. № 4

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: US 4833004 A, 23.05.1989. SU 1618779 A1,
 07.01.1991. SU 1209629 A, 07.02.1986. EP
 1432510 A1, 30.06.2004.

Адрес для переписки:

630090, г.Новосибирск, 90, проспект Акад.
 Лаврентьева, 3, Институт неорганической
 химии им. А.В. Николаева, патентная группа

(72) Автор(ы):

**Мищенко Александр Васильевич (RU),
 Федоров Владимир Ефимович (RU),
 Наумов Николай Геннадьевич (RU),
 Тарасенко Мария Сергеевна (RU),
 Фомин Василий Михайлович (RU),
 Косарев Владимир Федорович (RU),
 Клинков Сергей Владимирович (RU),
 Лаврушин Виктор Владимирович (RU),
 Трубачев Георгий Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
 учреждение науки Институт неорганической
 химии им. А.В. Николаева Сибирского
 отделения Российской академии наук (RU),
 Федеральное государственное бюджетное
 учреждение науки Институт теоретической и
 прикладной механики им. А.С.
 Христиановича Сибирского отделения
 Российской академии наук (RU)**

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МЕДНОГО ПОКРЫТИЯ НА КЕРАМИЧЕСКОЙ ПОВЕРХНОСТИ
 ГАЗОДИНАМИЧЕСКИМ НАПЫЛЕНИЕМ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения адгезионно-прочных медных покрытий на керамической поверхности с использованием газодинамического напыления. Проводят предварительное напыление подслоя из оксида меди (1) с последующим напылением медного покрытия и термическую обработку покрытия. Напыление материала подслоя и медного

покрытия ведут при давлении воздуха в качестве рабочего газа в интервале 0,5-1,0 МПа, причем для подслоя при температуре в пределах 500-600°C, для медного покрытия - в пределах 300-400°C, а термическую обработку медного покрытия проводят в интервале температур 1065-1070°C в течение 1,0-3,0 часов. Обеспечивается получение медных покрытий, имеющих прочность на отрыв не ниже 50 МПа. 1 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C23C 24/04 (2006.01)
C23C 4/06 (2006.01)
C23C 4/12 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2012126338/02, 22.06.2012

(24) Effective date for property rights:
22.06.2012

Priority:

(22) Date of filing: 22.06.2012

(45) Date of publication: 10.02.2014 Bull. 4

Mail address:

630090, g.Novosibirsk, 90, prospekt Akad.
Lavrent'eva, 3, Institut neorganicheskoy khimii
im. A.V. Nikolaeva, patentnaja gruppa

(72) Inventor(s):

**Mishchenko Aleksandr Vasil'evich (RU),
Fedorov Vladimir Efimovich (RU),
Naumov Nikolaj Gennad'evich (RU),
Tarasenko Marija Sergeevna (RU),
Fomin Vasilij Mikhajlovich (RU),
Kosarev Vladimir Fedorovich (RU),
Klinkov Sergej Vladimirovich (RU),
Lavrushin Viktor Vladimirovich (RU),
Trubacheev Georgij Viktorovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut neorganicheskoy
khimii im. A.V. Nikolaeva Sibirskogo otdelenija
Rossijskoj akademii nauk (RU),
Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut teoreticheskoy i
prikladnoj mekhaniki im. A.S. Khristianovicha
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(RU)**

(54) METHOD FOR OBTAINING OF COPPER COATING ON CERAMIC SURFACE BY GAS-DYNAMIC SPUTTERING

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention refers to method for obtainment of adhesion-strong copper coating on ceramic surface using gas-dynamic sputtering. Underlayer of copper oxide (I) is preliminary sputtered followed by copper coating sputtering and coating thermal treatment. Sputtering of underlayer material and copper coating is performed under air

pressure as working gas within range of 0.5-1.0 MPa. At that for underlayer this temperature is 500-600°C, for copper coating it is 300-400°C, and thermal treatment of copper coating is performed within 1065-1070°C during 1.0-3.0 hours.

EFFECT: obtaining copper coatings with tear strength not less than 50 MPa.

1 ex

Изобретение относится к способу получения адгезионно-прочных медных покрытий на поверхности оксида алюминия с использованием газодинамического напыления. Способ может быть использован для медной металлизации керамических подложек.

5 Известен способ нанесения металлических покрытий на крупногабаритные подложки в вакууме (патент RU №2062818, МПК 6 C23C 14/34, C03C 17/06), которые используются для радиочастотного и оптического диапазона. По этому способу напыление осуществляется в вакуумной камере с использованием источника
10 металлической плазмы. Этот способ не позволяет формировать покрытия на деталях, имеющих размеры более чем габариты вакуумной камеры, имеет низкую производительность и сложен в автоматизации процесса.

Известен способ нанесения покрытий плазменным напылением (Кудинов В.В., Иванов В.И. Нанесение плазмой тугоплавких покрытий. - М.: Машиностроение, 1981.
15 - с.159-165). По этому способу материал покрытия в виде порошка либо проволоки вводится в высокотемпературную плазменную струю, где он интенсивно нагревается, плавится, распыляется и при взаимодействии с поверхностью обрабатываемой детали образует покрытие.

20 Основными недостатками являются температурные напряжения в покрытии и подложке, приводящие к температурным поводкам и искажению профиля, а также невозможность использовать высокодисперсные наноструктурные композиты, интенсивное взаимодействие частиц с окружающей средой, приводящее к окислению и испарению высокодисперсных порошков.

25 Известен способ нанесения медного покрытия с использованием газодинамического напыления меди на поверхность из оксида алюминия (Kerstin-Raffaella Donner, Frank Gaertner, and Thomas Klassen "Metallization of Thin Al₂O₃ Layers in Power Electronics Using Cold Gas Spraying" Journal of Thermal Spray Technology 2011,
30 Volume 20, Numbers 1-2, Pages 299-306). Согласно этому способу напыление меди проводят в струе азота при давлении 3,0 МПа и температуре 600°C. В качестве подслоя на поверхность оксида алюминия напылялся алюминий газодинамическим способом при температуре 420°C и давлении азота 3,5 МПа. Для увеличения адгезии медного покрытия использовали нагрев подложек в процессе напыления при
35 температуре 280°C.

Основным недостатком указанного способа является повышенные температуры напыления меди 600°C, что приводит к частичному окислению меди за счет кислорода, находящегося в азоте в качестве примеси, а также высокие значения давления азота,
40 что усложняет приборное оформление способа напыления.

Наиболее близким к предлагаемому способу является способ получения медных покрытий (B. Wielage, T. Grund, C. Rupprecht, S. Kuemmel «New method for producing power electronic circuit boards by cold-gas spraying and investigation of adhesion mechanisms» Surface & Coatings Technology 205 (2010) p.1115-1118), в котором процесс
45 газодинамического напыления подслоя алюминия и слоя меди проводят при давлении азота 2,8 МПа и температуре азота 300°C. Последующая термическая обработка подложек проводилась при 300°C в азоте в течение 10 час., что обеспечивало среднее усилие на отрыв (адгезию) медного покрытия равное 15±3 МПа.

50 Данный способ не позволяет получить прочность на отрыв (адгезию) медных покрытий больше, чем 20 МПа, что делает этот способ не востребуемым в технологии для медной металлизации керамических покрытий, для которой требуется прочность на отрыв не хуже 50МПа. Использование азота в качестве рабочего газа не

позволяет снизить затраты на производство медных покрытий по сравнению с использованием воздуха в качестве рабочего газа.

Предлагаемым изобретением решается задача создания способа, обеспечивающего получение медных покрытий газодинамическим напылением с использованием воздуха в качестве рабочего газа, для которых прочность на отрыв (адгезия) не хуже 50 МПа.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения медного покрытия газодинамическим напылением предварительно напыляется подслоя оксида меди(I), при этом в качестве рабочего газа используется воздух. Повышенные значения адгезии медного покрытия достигается термообработкой в инертном газе.

Для получения заявляемого технического результата в предлагаемом способе напыления медных покрытий, включающем напыление подслоя материала на поверхность оксида алюминия и обеспечивающего адгезию медного покрытия к поверхности оксида алюминия, используется предварительное напыление подслоя из материала, отличного от алюминия. Новым является то, что в качестве подслоя используется оксид меди(I), который напыляется в интервале давлений 0,5-1,0 МПа в интервале температур 500-600°C. Для получения адгезии более 50 МПа используют термообработку медного покрытия в инертной атмосфере в интервале температур 1065-1070°C. Увеличение прочности на отрыв (адгезии) медного покрытия за счет термообработки в инертном газе в интервале температур 1065-1070°C обусловлено образованием эвтектического расплава в системе Cu-Cu₂O при температуре 1064°C.

Указанные признаки не выявлены в других технических решениях при изучении уровня данной области техники и, следовательно, решение является новым и имеет изобретательский уровень. Пример.

Навеску оксида меди(I) 5 г помещают в дозатор известного устройства и проводят известным способом (патент RU №2399695 МПК 6 C23C 24/04, B05B 7/14) газодинамическое напыление материала на поверхность из оксида алюминия при давлении воздуха в пределах 0,5-1,0 МПа и нагретого до температуры в пределах 500-600°C. В результате получают равномерное покрытие оксида меди(I) на поверхности оксида алюминия с толщиной в пределах 5-10 мкм. Далее в дозатор помещают навеску меди 5 г и в таком же режиме напыляют медь поверх напыленного оксида меди(I) при давлении воздуха в пределах 0,5-1,0 МПа и температуры воздуха в пределах 300-400°C. В результате процесса напыления получают равномерное медное покрытие на поверхности оксида меди(I) с толщиной в пределах до 400 мкм.

Далее проводят термическую обработку медного покрытия в инертной атмосфере при температуре в пределах 1065-1070°C в течение 1-3 часов. В результате термообработки медное покрытие обладает прочностью на отрыв не хуже 50 МПа. Таким образом, в условиях заявленного способа можно получить медное покрытие на поверхности оксида алюминия, для которого прочность на отрыв (адгезия) в 4 раза больше по сравнению с прототипом. Измерение прочности на отрыв (адгезии) медных покрытий проводили на отрывной машине Zwick/Roell 005 методом нормального отрыва по ГОСТ 28089.

Источники информации:

1. Патент RU №2062818, МПК 6 C23C 14/34, C03C 17/06
2. Кудинов В.В., Иванов В.И. Нанесение плазмой тугоплавких покрытий. - М.: Машиностроение, 1981. - с.159-165;

3. Kerstin-Raffaella Donner, Frank Gaertner, and Thomas Klassen "Metallization of Thin Al2O3 Layers in Power Electronics Using Cold Gas Spraying" Journal of Thermal Spray Technology 2011, Volume 20, Numbers 1-2, Pages 299-306;

4. B. Wielage, T. Grund, C. Rupprecht, S. Kuemmel «New method for producing power electronic circuit boards by cold-gas spraying and investigation of adhesion mechanisms» Surface & Coatings Technology 205 (2010) p.1115-1118 - прототип;

5. Патент RU №2399695, МПК 6 C23C 24/04, B05B 7/14

Формула изобретения

Способ получения медного покрытия на керамической поверхности газодинамическим напылением, включающий предварительное напыление материала подслоя с последующим напылением медного покрытия и термическую обработку покрытия, отличающийся тем, что в качестве материала подслоя используют оксид меди(I), при этом напыление материала подслоя и медного покрытия ведут при давлении воздуха в качестве рабочего газа в интервале 0,5-1,0 МПа, причем для подслоя при температуре в пределах 500-600°C, для медного покрытия - в пределах 300-400°C, а термическую обработку медного покрытия ведут в интервале температур 1065-1070°C в течение 1,0-3,0 ч.