

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология  
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ Кижнера Н.М.

### БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
<b>Разработка стеклоприпоя для керамики на основе нитрида алюминия</b>

УДК 666.651:546.62'17:666.11.016.2

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Сурудина Елена Александровна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Дитц Александр Андреевич	д.т.н., доцент		

### КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОГН ШБИП	Маланина Вероника Анатольевна	к.э.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Черемискина Мария Сергеевна			

### ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Ревва Инна Борисовна	к.т.н., доцент		

**Министерство науки и образования Российской Федерации**  
 Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
 высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа: Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки: 18.03.01 Химическая технология  
 Отделение школы: (НОЦ) НОЦ Кижнера Н.М.

УТВЕРЖДАЮ:  
 Руководитель ООП

\_\_\_\_\_  
 (Подпись) (Дата) (Ревва И.Б.)

**ЗАДАНИЕ  
 на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме: **Бакалаврская работа**

Студенту:	
<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
4Г7А	Сурудина Елена Александровна

Тема работы:

Разработка стеклоприпоя для керамики на основе нитрида алюминия	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	
Срок сдачи студентом выполненной работы:	

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

Исходные данные к работе	Данные литературного обзора
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	
Перечень графического материала	Презентация
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
<b>Раздел</b>	<b>Консультант</b>
Литературный обзор; Методы исследования; Экспериментальный анализ	Дитц А.А.
Финансовый менеджмент	Маланина В.А.
Социальная ответственность	Черемискина М.С.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы	
---	--

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Дитц А. А.	д.т.н., доцент		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4Г7А	Сурудина Елена Александровна		

Планируемые результаты освоения ООП  
Технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов

Код компетенции	Наименование компетенции
<b>Универсальные компетенции</b>	
УК(У)-1	Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач
УК(У)-2	Способен определять круг задач в рамках поставленной цели и выбирать оптимальные способы их решения, исходя из действующих правовых норм, имеющихся ресурсов и ограничений
УК(У)-3	Способен осуществлять социальное взаимодействие и реализовывать свою роль в команде
УК(У)-4	Способен осуществлять деловую коммуникацию в устной и письменной формах на государственном и иностранном (-ых) языке
УК(У)-5	Способен воспринимать межкультурное разнообразие общества в социально-историческом, этическом и философском контекстах
УК(У)-6	Способен управлять своим временем, выстраивать и реализовывать траекторию саморазвития на основе принципов образования в течение всей жизни
УК(У)-7	Способен поддерживать должный уровень физической подготовленности для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности
УК(У)-8	Способен создавать и поддерживать безопасные условия жизнедеятельности, в том числе при возникновении чрезвычайных ситуаций
<b>Общепрофессиональные компетенции</b>	
ОПК(У)-1	Способность и готовность использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности
ОПК(У)-2	Готовность использовать знания о современной физической картине мира, пространственно-временных закономерностях, строении вещества для понимания окружающего мира и явлений природы
ОПК(У)-3	Готовность использовать знания о строении вещества, природе химической связи в различных классах химических соединений для понимания свойств материалов и механизма химических процессов, протекающих в окружающем мире

ОПК(У)-4	Владение пониманием сущности и значения информации в развитии современного информационного общества, осознания опасности и угрозы, возникающих в этом процессе, способностью соблюдать основные требования информационной безопасности, в том числе защиты государственной тайны
ОПК(У)-5	Владение основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации, навыками работы с компьютером как средством управления информацией
ОПК(У)-6	Владение основными методами защиты производственного персонала и населения от возможных последствий аварий, катастроф, стихийных бедствий
<b>Профессиональные компетенции</b>	
ПК(У)-1	Способность и готовность осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции
ПК(У)-2	Готовность применять аналитические и численные методы решения поставленных задач, использовать современные информационные технологии, проводить обработку информации с использованием прикладных программных средств сферы профессиональной деятельности, использовать сетевые компьютерные технологии и базы данных в своей профессиональной области, пакеты прикладных программ для расчета технологических параметров оборудования
ПК(У)-3	Готовность использовать нормативные документы по качеству, стандартизации и сертификации продуктов и изделий, элементы экономического анализа в практической деятельности
ПК(У)-4	Способность принимать конкретные технические решения при разработке технологических процессов, выбирать технические средства и технологии с учетом экологических последствий их применения
ПК(У)-5	Способность использовать правила техники безопасности, производственной санитарии, пожарной безопасности и нормы охраны труда, измерять и оценивать параметры производственного микроклимата, уровня запыленности и загазованности, шума, и вибрации, освещенности рабочих мест
ПК(У)-6	Способность налаживать, настраивать и осуществлять проверку оборудования и программных средств

ПК(У)-7	Способность проверять техническое состояние, организовывать профилактические осмотры и текущий ремонт оборудования, готовить оборудование к ремонту и принимать оборудование из ремонта
ПК(У)-8	Готовность к освоению и эксплуатации вновь вводимого оборудования
ПК(У)-9	Способность анализировать техническую документацию, подбирать оборудование, готовить заявки на приобретение и ремонт оборудования
ПК(У)-10	Способность проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа
ПК(У)-11	Способность выявлять и устранять отклонения от режимов работы технологического оборудования и параметров технологического процесса
<b>Профессиональные компетенции университета</b>	
ДПК(У)-1	Способность планировать и проводить химические эксперименты, проводить обработку результатов эксперимента, оценивать погрешности, применять методы математического моделирования и анализа при исследовании химико-технологических процессов

**Министерство науки и образования Российской Федерации**  
**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение**  
**высшего образования**  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ**  
**ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа Инженерная школа новых производственных технологий  
 Направление подготовки 18.03.01 Химическая технология

Отделение школы (НОЦ) НОЦ Кижнера Н.М.

Уровень образования – бакалавр  
 Период выполнения – осенний/весенний семестр 2017/2018 учебного года

Форма представления работы:

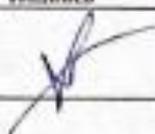
бакалаврская работа

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН**  
**выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
	Основная часть	60
	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	20
	Социальная ответственность	20

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Учебная степень	Подпись	Дата
Доцент	Дитц А. А.	д.т.н., доцент		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Учебная степень	Подпись	Дата
Доцент	Рева И.Б.	к.т.н.		

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 101 страница, 20 рисунков, 27 таблиц, 23 литературный источник.

Ключевые слова: стеклоприпой, керамика, нитрид алюминия, оксид иттрия, спекание.

Объектом исследования - стеклоприпой нанесенный на керамический материал на основе нитрида алюминия с применением спекающей добавки в виде оксида иттрия .

Цель работы – исследование процесса спайки керамических образцов на основе нитрида алюминия с помощью стеклоприпоя. В процессе исследования проводились: приготовление порошковой смеси и получение гранулята на основе порошка нитрида алюминия и оксида иттрия, спекание сформованных образцов, изготовление стеклоприпоя.

Область применения: электроника и электротехника.

## Определения, обозначения и сокращения

БСС боросиликатное стекло;

ИПС изопропиловый спирт;

ПВБ поливинилбутираль;

ТКЛР – темический коэффициент линейного расширения

ФСС фосфоросиликатное стекло;

ЧС – чрезвычайная ситуация.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	12
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	14
1.1 Легкоплавкие стекла.....	14
1.1.1 Общие сведения.....	14
1.2 Стеклоприпой.....	15
1.2.1 Общие сведения.....	15
1.2.2 Способы получения стеклоприпоя.....	16
1.3 Нитрид алюминия.....	17
1.3.1 Общие сведения.....	17
1.3.2 Способы получения.....	17
1.4 Керамика на основе нитрида алюминия.....	18
1.4.1 Общие сведения.....	18
1.5 Металлизация.....	19
1.5.1 Природа сил сцепления при металлизации керамики.....	19
1.5.2 Состав и назначение компонентов.....	23
1.5.3 Органические связующие и растворители.....	33
1.5.4 Приготовление металлизационных паст.....	35
1.5.5 Способы нанесения.....	37
2 МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	39
2.1 Цели и задачи.....	39
2.2 Измерение удельной поверхности.....	39
2.3 Измерение угла смачивания.....	40
2.4 Дилатометрический анализ.....	44
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.....	45
3.1 Описание материалов.....	45

3.2	Помол порошков .....	46
3.3	Приготовление пасты .....	50
3.4	Определение угла смачивания .....	53
3.5	Термообработка .....	56
3.6	Определение прочности .....	58
4	ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	61
4.1	Предпроектный анализ.....	61
4.1.1	Потенциальные потребители результатов исследования .....	61
4.2	Анализ конкурентных технических решений.....	64
4.3	SWOT-анализ .....	65
4.4	Планирование научно-исследовательских работ .....	66
4.4.1	Структура работ в рамках научного исследования.....	66
4.4.2	Определение трудоемкости выполнения работ.....	67
4.4.3	Разработка графика проведения научного исследования .....	68
4.5	Бюджет научно-технического исследования.....	72
4.5.1	Расчет материальных затрат НТИ .....	72
4.5.2	Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ .....	72
4.5.3	Основная заработная плата исполнителей темы.....	73
4.5.4	Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления) ...	75
4.5.5	Накладные расходы.....	75
4.6	Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта ...	76
4.7	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования .....	76
5	СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	79

Введение.....	79
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности .....	80
5.1.1 Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства .....	80
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны...	81
5.2 Производственная безопасность .....	82
5.2.1 Анализ вредных и опасных производственных факторов .....	82
5.3 Обоснование мероприятий по снижению воздействия .....	84
5.3.1 Вредные вещества .....	84
5.3.2 Метеорологические условия производственной среды .....	85
5.3.3 Шумы.....	88
5.3.4 Освещение.....	88
5.3.5 Электробезопасность .....	89
5.3.6 Механические опасности.....	90
5.3.7 Пожарная безопасность .....	91
5.3.8 Экологическая безопасность.....	92
5.3.9 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	93
Вывод по разделу .....	96
Список использованных источников .....	97

## ВВЕДЕНИЕ

Формирование современных устройств, специализированных для различных областей науки и техники, нередко требует использования плотного надежного соединения деталей из различных материалов друг с другом. В частности, с целью соединения различных неметаллических деталей необходимы стеклоприпоечные материалы, основу которых составляют легкоплавкие стекла [1].

Стеклоприпой применяются в сборке и герметизации микросхем и полупроводниковых приборов, также используется для защиты микросхем от внешних воздействий, за счет своей газопроницаемость, которая возможно и уступает некоторым металлам, но существенно превосходит полимерные материалы.

Основные преимущества стеклянных припоев перед металлическими:

- 1) Высокая адгезия, нет необходимости металлизировать поверхности.
- 2) Герметизация осуществляется без специальной атмосферы и флюса.
- 3) Позволяют автоматизировать процесс герметизации.

Соединение керамики с металлами тонкими прослойками стекла - наиболее старый способ получения металлокерамических неразъемных соединений. Вначале для этих целей использовали стекла промышленных марок, эмали или глазури, затем были разработаны специальные составы высоко- и низкотемпературных стеклоприпоев.

Получение металлокерамических соединений стеклоприпоем основывается, с одной стороны, на хорошей адгезии керамики и стеклоприпоя, которая обусловлена тем, что керамика содержит окислы, близкие по свойствам, или те же, что и припой, а с другой стороны, на том, что процессы пайки проводят в таких условиях, когда на металле появляется тонкая пленка

окисла, которая способствует хорошему адгезионному сцеплению стеклоприпоя с металлом.

В настоящее время одним из материалов, перспективных и применяемых в электронике и электротехнике в качестве диэлектрических теплоотводящих подложек, является нитрид алюминия (AlN) и керамические материалы на его основе. Свойства исходных порошков, температура спекания, продолжительность спекания - важные технологические факторы, которые оказывают влияние на процесс спекания и свойства спеченных керамических материалов. Для улучшения процесса спекания к нитриду алюминия добавляют оксид иттрия, для обеспечения плотности, близкой к теоретической, чтобы устранить поры.

## 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

### 1.1 Легкоплавкие стекла

#### 1.1.1 Общие сведения

Легкоплавкие стекла (стекла, температура размягчения которых находится ниже 600 °С) используются с целью изоляции полупроводниковых устройств с целью защиты их от механических воздействий и химической коррозии, попадания влаги и примесей, ухудшающих их электрические характеристики.

Низкая температура размягчения зависит от степени поляризуемости катиона. То есть чем выше степень поляризуемости, тем ниже температура плавления, и наоборот соответственно. Стекла, содержащие катионы  $Zn^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $As^{3+}$ ,  $Sb^{3+}$  отличаются, как правило, пониженной температурой размягчения из-за своей высокой поляризуемости.

В целом, стекла с высоким значением ТКЛР имеют относительно низкую температуру размягчения и рабочих температур, в то время как стекла с низким значением ТКЛР имеют более высокие температуры размягчения.

Легкоплавкие стекла позволяют осуществлять спаи различных материалов при низких температурах. Низкая температура спаивания предотвращает окисление и деформацию металлических деталей, которые находятся в области спаивания и могут быть повреждены при повышенных температурах. Спаи с помощью легкоплавких стекол однородны и при соответствующем подборе коэффициентов термического расширения свободны от напряжений.

Доказано, что сильное химическое связывание может быть получено благодаря физико-химическим взаимодействиям на поверхности металла и стекла. В работе [2] исследовали механизм спаивания металлической фольги и стеклянной порошкообразной подложки. С помощью просвечивающего электронного микроскопа, картирования элементов, комбинационной и

энергетической дисперсионной рентгеновской спектроскопии было установлено, что произошла перекрестная диффузия атомов/ионов от металла к стеклу и в обратном направлении.

## 1.2 Стеклоприпой

### 1.2.1 Общие сведения

По химическому составу стеклоприпои представляют собой смеси окислов металлов, имеющие температурные коэффициенты линейного расширения такие же как у керамики и необходимые температуры размягчения.

Подбором стекол и стеклокомпозиций, а также специальной обработкой соединяемой поверхности кремния, можно добиться смачивания расплавленным стеклом предварительно отполированной поверхности керамического образца. В качестве стекол используются легкоплавкие стекла типа БСС, формируемые в виде пленки толщиной несколько мкм на поверхности керамического образца. Основными достоинствами соединения с использованием фосфоросиликатного (ФСС) и боросиликатного (БСС) является их согласованность по КТЛР, а также сравнительно низкая температура плавления. (в зависимости от содержания в стекле фосфора или бора) [3].

Для создания прочного спая деталей между собой необходимо, чтобы соединяющее их стекло отвечало ряду требований – его расплав должен хорошо смачивать поверхности деталей, обладать значениями температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) близкими к значениям этого свойства у спаиваемых материалов, стеклоприпой должен хорошо растекаться при температурах спаивания, ограничиваемых функциональными возможностями соединяемых деталей. Помимо этого, в различных случаях

стеклоприпой должны отвечать целому ряду других требований – иметь высокую химическую стойкость.

В настоящее время легкоплавкие припоечные стекла и композиты исследуются применительно к различным конструкциям в оптоэлектронике, микроэлектронике, волоконной оптике, производстве элементов солнечных батарей и др. [4].

Стеклообразные припои обладают рядом существенных недостатков. Прочность соединения при их использовании существенно ниже, чем при использовании стеклокристаллических и стеклокомпозиционных материалов. Даже незначительная неконтролируемая кристаллизация вызывает изменение значения ТКЛР, что затрудняет их практическое применение. Возможности управляемого варьирования ТКЛР при сохранении невысоких температур размягчения ограничены. ЛС с  $T_g$  ниже  $400^{\circ}\text{C}$  обладают высокими значениями ТКЛР, зачастую не согласующимися с ТКЛР материалов (полупроводниковых устройств, корпусов интегральных схем, кинескопов и др.), подлежащих соединению [5].

#### 1.2.2 Способы получения стеклоприпоя

Получение стеклоприпоев сводится к приготовлению шихты, варке и измельчению стеклообразной массы в порошок. Припои варят в корундовых или платиновых тиглях. После осветления массы жидкий стеклоприпой выливают в холодную воду. Затем гранулы припоя размалывают в спирте в фарфоровых или яшмовых барабанах. Из тонкоизмельченного порошка стеклоприпоя изготавливают припойные кольца путем протягивания, прессования или прокатывания ленты и последующей штамповки.

Однако чаще всего стеклоприпои используют в виде пастообразных смесей, которые наносят на поверхности сопрягаемых деталей.

При изготовлении узлов наносят 1-2 слоя стеклоприпоя на керамическую и металлическую детали в месте соединения. Затем оплавливают каждый слой в печи. После этого наносят последний тонкий слой стеклоприпоя и без спекания производят сборку по коническим поверхностям.

Собранный узел поступает на окончательную пайку. Под действием сжимающего груза в момент размягчения стеклоприпоя происходит посадка конусных обжимов на изолятор с образованием тонкого слоя припоя между металлом и керамикой.

При высокой температуре плавления стеклоприпоев пайку производят в восстановительной или нейтральной среде с использованием манжет из тугоплавких металлов и сплавов, например, вольфрама, молибдена и сплавов вольфрама и молибдена с рением. Последние предпочтительнее, так как обладают более высокой температурой рекристаллизации.

### 1.3 Нитрид алюминия

#### 1.3.1 Общие сведения

Нитрид алюминия (алюмонитрид) — неорганическое бинарное химическое соединение Al с N. Химическая формула —  $AlN$  [6]. На рисунке 1 изображена структура нитрида алюминия

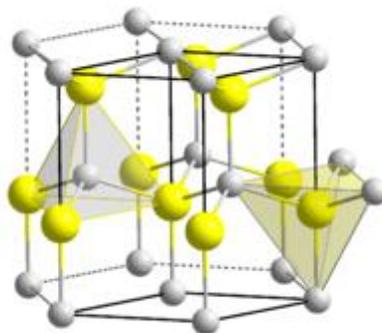


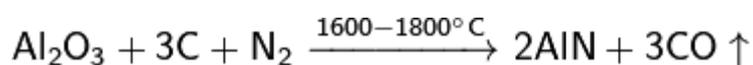
Рисунок 1 – Структура нитрида алюминия.

### 1.3.1 Способы получения

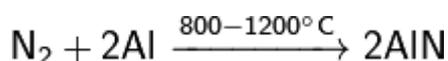
Рассмотрим такие способы получения нитрида алюминия как [7]:

- Карботермическое восстановление;
- Азотирование оксида алюминия аммиаком;
- Азотирование металлического Al;
- Азотирование металлического Al в плазме;
- Самораспространяющийся высокотемпературный синтез;
- Разложение  $\text{AlCl}_3 \cdot \text{NH}_3$  и других прекурсоров в газовой фазе.

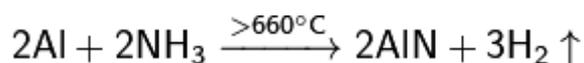
Нитрид алюминия получается в процессе восстановления  $\text{Al}_2\text{O}_3$  углем в атмосфере азота [6]:



В процессе азотирования алюминиевой пудры также получается нитрид алюминия [2]:



Получение нитрида алюминия в виде осадка происходит при пропускании через алюминий аммиака получается водород и, в виде осадка, нитрид алюминия [2]:



## 1.4 Керамика на основе нитрида алюминия.

### 1.4.1 Общие сведения

Алюмонитридная керамика является тем материалом, который открывает перспективу в космической технике, приборостроении в наше время. Такие свойства как высокая теплопроводность открывает широкое применение алюмонитридной керамике в изделиях с большим количеством теплонагруженных элементов [8]

Керамика на основе нитрида алюминия обладает уникальным сочетанием физических и электрических характеристик:

- 1) Высокая теплопроводность

- 2) Хорошие электроизоляционные свойства
- 3) Умеренный коэффициент теплового расширения
- 4) Фотоэлектрические свойства
- 5) Работоспособность в широком диапазоне температур

За счет этих свойств алюмонитридная керамика востребована в разных областях. В микроэлектронике ее используют преимущественно для изготовления подложек и корпусов электронных схем, светодиодов. Также она может быть использована в качестве изолирующих прокладок в системах отвода тепло от конструкционных узлов.

### 1.5 Металлизация

Уникальные механические, теплофизические, электрические и физико-химические свойства керамики могут быть в полной мере реализованы только в сочетании ее с металлами. Поэтому значительную часть изделий технической керамики, главным образом конденсаторы, резисторы, пьезоэлементы, интегральные схемы и т.д. подвергают металлизации, а в ряде случаев - и последующей пайке с металлоконструкциями.

Назначение металлизации - изготовление электрических контактов, металлокерамических конструкций, декоративных эффектов.

#### 1.5.1 Природа сил сцепления при металлизации керамики

Основным показателем качества металлизации является прочность сцепления (адгезия) металлизационного слоя с керамикой.

На практике, в зависимости от назначения металлизации, удовлетворительной считают прочность сцепления от нескольких МПа до 170 - 200 МПа.

Исследования внутренней границы металла и неорганического диэлектрика, соединенных в единое целое, позволили выделить следующие основные типы структур и характер сил сцепления.

1. Простейший случай - внутренняя граница четко выражена, на ней не обнаруживаются новые соединения, твердые растворы, т.е. в сцеплении участвуют только силы на поверхности металл - диэлектрик.

2. Между металлом и диэлектриком имеется переходная зона, состоящая из одного или более слоев, образованных:

- в результате химических реакций;
- в результате взаимной или односторонней диффузии.

3. На внутренней границе переходные зоны отсутствуют, значительно развит её рельеф, наблюдаются пластическое течение и макроскопические включения одного или обоих материалов, т.е. создаются условия для механического сцепления материалов.

Также в процессе металлизации возможно сосуществование различных механизмов сцепления.

Первый из них представляет собой одну из форм адсорбции металла на поверхности керамики: физической или химической, природа сил связи для которых не отличается от широко известных сил, действующих в межатомном масштабе. При физической адсорбции - это силы Ван-дер-Ваальса, при хемосорбции - это ковалентные, ионные, металлические связи. Поэтому все технологические приемы металлизации направлены на то, чтобы обеспечить контакт на атомарном уровне между металлом и керамикой.

На практике бывает, что кислород воздуха, проникающий между пленкой и подложкой, окисляет металл на внутренней границе раздела и связь металла с подложкой теряется, металлизационное покрытие отслаивается (например, система Au - Ta - стекло). Поэтому стремятся процесс провести дальше, не останавливаясь на стадии физической адсорбции.

Следующим этапом взаимодействия может быть либо растворение металла в керамике, либо образование поверхностного слоя химического соединения. Оба процесса могут проходить одновременно.

Характер сил, действующих в атомарном масштабе, при этом не изменяется и представляет собой обмен электронами между атомами металла и атомами или молекулами компонентов, входящих в состав керамики.

В зоне соединения керамики с металлом могут наблюдаться новые фазовые границы, переходные слои, включения металла в керамику и наоборот (рис. 2 и 3).

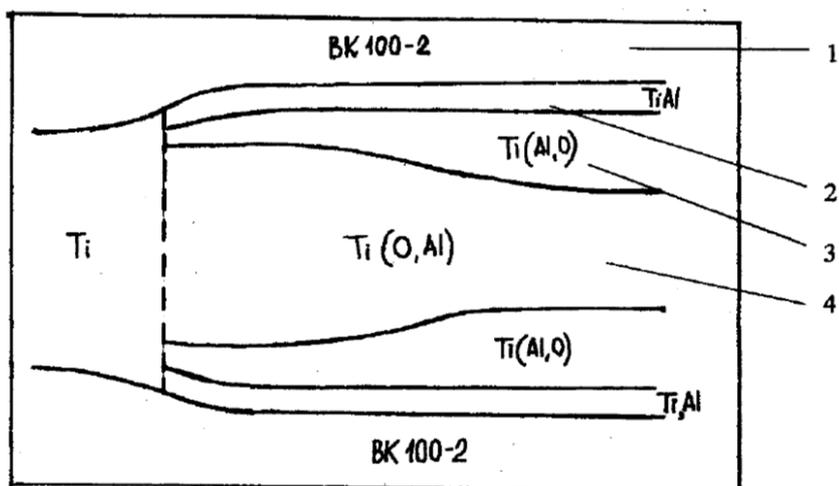


Рисунок 2 - Схема строения зоны соединения титана с керамикой ВК 100-2, полученного термокомпрессионной сваркой: 1 - керамика ВК 100-2; 2 - интерметаллическое соединение  $Ti$  и  $Al$ , 3 - твердый раствор алюминия и кислорода в титане (преобладание алюминия); 4 - твердый раствор кислорода и алюминия в титане (преобладание кислорода)

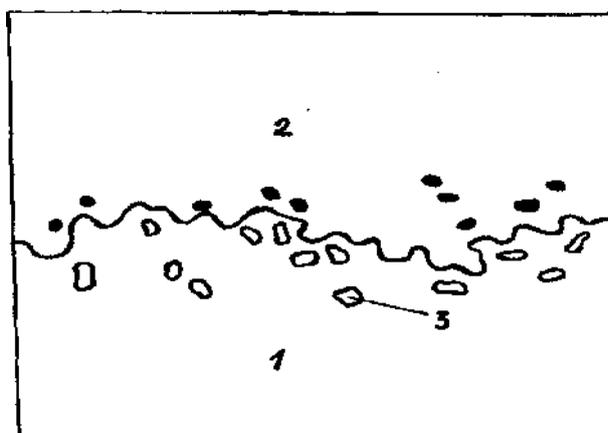


Рисунок 3 - Структура зоны соединения керамики ВК 94-1 с медью, полученного компрессионной сваркой: 1 - керамика, 2 - медь, 3 - включения меди в керамику

Направление процесса химического взаимодействия металла с керамикой и образующиеся продукты взаимодействия могут быть предсказаны на основании термодинамического анализа вероятности протекания возможных химических реакций.

Силы физической адсорбции играют определенную роль в условиях взаимного механического зацепления, при заклинивании участков поверхности керамики и металла, пропитке, обволакивании затвердевающей стекломассой отдельных частиц, заполнения пор металлического покрытия.

Возможность создания механического зацепления между керамикой и металлом при металлизации схематически показана на рисунке 4

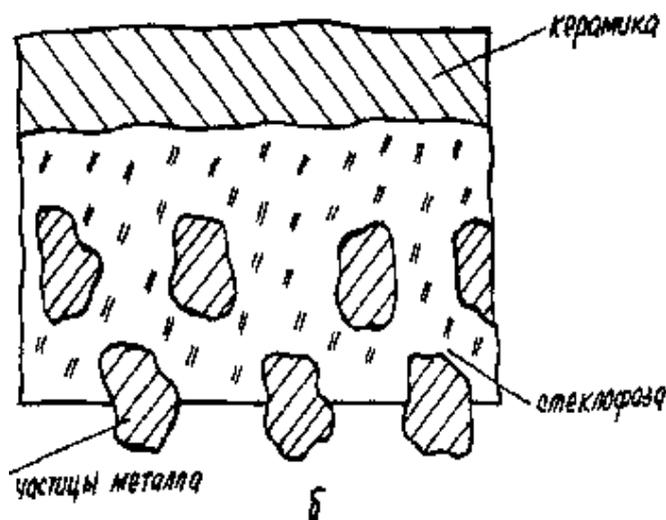


Рисунок 4 - Схема создания механического зацепления слоя металлизации с керамикой при толсто пленочной металлизации.

С целью повышения прочности такого сцепления при металлизации по толсто пленочной технологии в состав паст вводят легкоплавкие добавки в виде стеклоприпоев, эмалей, плавней и т.п. Добавка, расплавляясь, смачивает поверхности металла и керамики, заполняет поры между частицами металла. Таким образом, прочность стеклофазы определяет прочность всего

металлизационного слоя в целом. Источником легкоплавкой фазы может быть и сама керамика, при условии, что объемное содержание стеклофазы в ней превышает 10 %.

В чистом виде каждый из рассмотренных механизмов взаимодействия встречается редко. Чаще всего имеет место комбинированная схема с участием процессов физической адсорбции, хемосорбции, механического сцепления, диффузионных и миграционных процессов. Вопросы химического взаимодействия при металлизации в связи с их важностью требуют особого рассмотрения.

### 1.5.2 Состав и назначение компонентов

Проводящие пасты состоят из мелкодисперсных порошков металлов, диспергированных в органических связующих веществах.

Для металлизации широко используются тугоплавкие металлы такие как молибден или вольфрам с различными добавками, снижающими температуру формирования покрытия, повышающими прочность связи покрытия с керамикой, улучшающими смачиваемость покрытия расплавленными припоями и снижающими температуру вжигания покрытия. В общем случае в состав металлизационного покрытия, наносимого на керамику, входят порошок молибдена (вольфрама) в количестве 70 - 95% (по массе) и активные добавки марганца, кремния, титана (гидрида титана), железа, бориды молибдена, ферросилиция и др.

Выбор добавок зависит от химического и фазового составов керамического материала, а также температуры спекания покрытия.

Если керамика не содержит в своем составе стеклофазу, то вжиганием порошка молибдена нельзя добиться плотного металлизационного покрытия, обладающего хорошей адгезией.

Введение добавок марганца в металлизационную пасту приводит к значительному повышению адгезии. При вжигании в увлажненном водороде

с точкой росы 25 °С металлический марганец окисляется до MnO, которая вступает в реакцию с алюмооксидной керамикой при температурах выше 1000°С с образованием марганцево-алюминиевой шпинели (MnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>). При дальнейшем развитии процесса во времени образуется переходной слой шпинели, обеспечивающий связь зерен молибдена с материалом керамики. Температура плавления эвтектики (MnO - 23 мас. %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 77 мас. %) 1510 °С, поэтому реакция вжигания является твердофазной. Для повышения скорости взаимодействия необходимо введение жидкой фазы, которая хорошо смачивает контактирующие поверхности.

При введении в состав пасты для металлизации керамики ВК 100-2 борид молибдена в ходе вжигания образуется В<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, который дает эвтектику с оксидом марганца (температура плавления - 750 °С).

В процессе вжигания появляется жидкая фаза, которая хорошо смачивает как поверхность керамики, так и зерна молибдена.

В работе предлагается состав, содержащий 70% молибдена, 20% марганца и 10% MoB<sub>4</sub>, обеспечивающий вакуум - плотное соединение с высокими термомеханическими свойствами керамики А-995 с металлами. Борид молибдена в качестве добавки к молибдено-марганцевым пастам при металлизации керамики 22ХС дает возможность снизить температуру вжигания на 30 - 50°С, обеспечивая при этом достаточно высокое качество спаев.

Также, в качестве добавки большое распространение получила марганцевотитановая добавка, причем титан может вводиться в виде металла, окиси или гидрида, что существенно улучшает качество металлизационных слоев и приводит к увеличению выхода высокопрочных и вакуум-плотных композиций.

Например, в работе повышение прочности сцепления достигается тем, что состав содержит в качестве добавок  $MnO_2$ ,  $TiH_2$ ,  $Cu_2O$  при следующем соотношении указанных компонентов, вес. %:

$MoO_3$  75 – 90

$MnO_2$  3 – 12

$TiH_2$  3 – 12

$Cu_2O$  5 – 1,5

Использование оксидов молибдена, марганца и меди улучшает сцепление покрытия с керамикой. Среднее значение механической прочности соединения составляет  $2100 \text{ кг/см}^2$ . Гидрид титана обеспечивает интенсивную взаимную диффузию компонентов.

При металлизации изделий из керамики «Сапфирит-16» используется паста на основе молибдена и марганца с добавками пятиокиси ванадия, что позволяет получать прочные металлокерамические спаи, причем наилучшие результаты получены на составе: 75%  $Mo$ , 20%  $Mn$  и 5%  $V_2O_5$ . Прочная связь металлизационного покрытия с керамикой в данном случае достигается в результате химического взаимодействия компонентов покрытия окиси марганца и пятиокиси ванадия с керамикой и образования в поверхностном слое керамики сложной шпинели  $(MnV) \cdot Al_2O_4$ , которая более устойчива, чем алюмомарганцевая.

В работе увеличение механической прочности металлокерамических соединений достигается тем, что состав для металлизации керамики на основе молибдена или вольфрама с добавкой активного металла содержит в качестве последнего ванадий при следующем соотношении компонентов, вес. %:

молибден или вольфрам 90 – 95

ванадий 5 – 10.

Выбор добавки ванадия был произведен на основе его высокой адгезионной способности к керамике при напылении; способности

образовывать при термообработках соединения, являющиеся активаторами взаимодействия металлизационного слоя с керамикой. Механическая прочность спаев в этом случае достигает 200 МПа.

В работе для металлизации высокоглиноземистой керамики, авторами предлагается паста содержащая (в масс. %):

W 70-95

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3-20

Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2-10

Введение в пасту Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> способствует образованию твердого раствора Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, который проявляет наибольшую активность при получении прочных металлокерамических соединений.

Так же существует состав для металлизации керамики, содержащий, вес. %:

молибден 80 – 90

марганец 9 – 17

хром 1 – 4

Выбор добавки хрома обусловлен его высокой адгезионной способностью, а также способностью образовывать при термообработках соединения, являющиеся активаторами взаимодействия металлизационного слоя с керамикой.

Для металлизации алюмооксидной керамики предлагается состав. С целью повышения механической прочности и термостойкости металлокерамического спая, паста включающая молибден, марганец и кремний, дополнительно содержит окись галлия при следующем соотношении компонентов (в масс. %):

молибден основа

марганец 15 - 20

кремний 3 - 6

окись галлия 0,5 - 2

В ряде случаев повышение прочности сцепления металлизующего покрытия с керамикой достигается путем введения в покрытие специальных адгезионных добавок в виде стекла, спека или стеклообразующих компонентов. Особое значение добавки приобретают при металлизации высокоглиноземистых керамических материалов, содержащих более 98%  $Al_2O_3$  и имеющих плотнокристаллическую структуру с незначительным количеством стеклофазы. После вжигания таких металлизующих композиций образуется прочносцепленное с керамикой покрытие, состоящее из частичек тугоплавкого металла и алюмосиликатного стекла.

Комбинация основных двух компонентов пасты - металла и стекла определяет такие важные свойства как проводимость, возможность пайки, адгезию к подложке, совместимость с резистивными, диэлектрическими составами и др.

Предлагается металлизировать алюмооксидную керамику пастой, состоящей из (в масс. %):

стеклофритта	10-15
молибден	0,8-18
каборнильный никель	остальное

Стеклофритта содержит оксид лантана при следующем соотношении ингредиентов (в масс. %):

$MnO_2$	26-29
$SiO_2$	31-34
$Al_2O_3$	19-21
$La_2O$	16-24

Отличительной особенностью предлагаемой пасты является то, что после её вжигания не требуется нанесение дополнительного никелевого покрытия по металлизированному слою при пайке медно - серебрянными

припоями. Обеспечивается получение вакуумплотного спая, имеющего высокую механическую и термическую прочность.

Для металлизации керамики из оксида берилля авторы работы предлагают состав, включающий молибден, марганец, плавень и оксид лантана при следующем соотношении компонентов, (в масс. %):

марганец	0,5 – 2,0
плавень	15 – 18
оксид лантана	1 – 2
молибден	80 – 82

причем плавень содержит компоненты при следующем соотношении (в масс. %):

оксид алюминия	46 – 47
оксид кальция	44,4 – 45,2
оксид магния	8,6 – 8,8

Авторами работы предлагается паста для металлизации сапфира следующего состава (в масс. %):

Mo	75
стекло Ст-1	20
MoO <sub>3</sub>	5

Так как в сапфире отсутствует стеклофаза, то в металлизационный состав кроме молибдена входит стекло Ст-1, содержащее (в масс. %):

MnO	50
SiO <sub>2</sub>	30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20
TiO <sub>2</sub>	1

Стекло выполняет две функции: обеспечивает прочное сцепление металлизационного покрытия с сапфиром и создаёт вакуумную плотность, заполняя поры между зёрнами металла в металлизационном слое. Во

избежание остекловывания металлизационного покрытия в состав пасты введена добавка  $\text{MoO}_3$ . Вжигание покрытия проводится в газовой смеси:  $\text{H}_2/\text{N}_2=1/2$  при температуре  $1350\pm 25^\circ\text{C}$ . Важность термообработки в водородной среде обусловлена тем, что  $\text{MoO}_3$  восстанавливается до  $\text{Mo}$  в несколько этапов. Таким образом, во всём интервале температур вжигания триоксид молибдена  $\text{MoO}_3$  является источником кислорода, обеспечивая полноту выгорания биндера и способствует образованию на поверхности  $\text{Mo}$  низших окислов ( $\text{MoO}$ ), что создаёт прочную связь молибдена и стекла.

Известна также паста для металлизации керамики, которая дополнительно содержит  $\text{Mo}$ ,  $\text{WO}_3$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , при следующем соотношении компонентов, вес. %:

$\text{MoO}_3$	40 – 65
$\text{MnO}_2$	5 – 15
$\text{Cu}_2\text{O}$	0,5 – 1,5
стекло	3 – 15
$\text{Mo}$	20 – 40
$\text{WO}_3$	3,5 – 15
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,5 – 2,5

Выбранные соотношения компонентов, входящих в состав пасты, обеспечивают быстрое протекание реакции в процессе металлизации, а также образование мелких участков стекла и равномерное распределение их в области металлизационного слоя. Использование оксида молибдена (VI) определяется его высокой реакционной способностью вступать в химическое взаимодействие с компонентами металлизационной пасты и керамического материала, а также высокой поверхностной активностью продуктов, образующихся при восстановлении оксида молибдена (VI). Для снижения летучести оксида молибдена (VI) при температурах свыше  $600^\circ\text{C}$  в состав пасты вводят металлический молибден, что способствует восстановлению

оксида молибдена (VI) до менее летучей двуокиси молибдена. В процессе жигания металлизационного слоя  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  восстанавливается до  $\text{FeO}$  и в интервале температур 500-700 °С, взаимодействуя с  $\text{MoO}_3$ , образует молибдат железа. Образование молибдата железа дополнительно уменьшает возгонку  $\text{MoO}$ ; приблизительно в два раза. Введение в состав  $\text{WO}_3$  приводит к образованию вольфрамата и фольфрамита марганца, который при 1000°С образует твердый раствор с молибдатом (молибдитом) марганца. Образование твердых растворов облегчает процесс спекания частиц твердой фазы металлизационного слоя.

При пайке медью и медными припоями алюмооксидной керамики, металлизированной составами, содержащими добавки стекол, спеков или фритты, может происходить ухудшение свойств металлокерамических спев. При пайке медью наблюдается вытеснение из металлизующей слоя размягченной стеклофазы расплавом припоя, что ослабляет сцепление металлизующего покрытия с керамикой и препятствует образованию спая. Чтобы избежать этого рекомендуется в металлизующие составы вводить добавки, повышающие вязкость стеклофазы или вызывающие её кристаллизацию. Эффективным оказалось использование в молибденовых металлизующих пастах кристаллизующихся стекол, состав которых лежит в системе  $\text{MnO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ . В качестве инициаторов кристаллизации в такие стекла вводят  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ . Образующиеся металлизующие покрытия можно паять медью. Паяные детали имеют прочность при изгибе до 160 МПа.

Для металлизации высокоглиноземистой керамики предлагается паста состава (в масс. %):

спек 10,5-11,2

CaO 4,0-4,8

Mo остальное

Состав спека (в масс. %):

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	94,4
SiO <sub>2</sub>	2,76
MnO	2,35
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,49

По вожженному металлизующему покрытию производится пайка медью. Спай вакуумплотен, имеет высокую механическую и термическую прочность.

Для металлизации муллитокорундовой керамики, авторами работы предлагается состав, включающий тугоплавкий металл, марганец и оксид титана. С целью увеличения механической прочности спаев при пайке медью и снижения температуры вжигания, в качестве тугоплавкого металла содержится вольфрам и дополнительно оксид железа и/или никеля при следующих соотношениях компонентов (в масс. %):

вольфрам	75,2 – 81,7
марганец	4,0 – 10,0
оксид титана	3,5 – 10,0
оксид никеля и/или железа	4,8 – 9,6

Добавки оксидов никеля и железа приводят к активной ситаллизации стеклофазы, что обеспечивает резкое уменьшение ее вязкости и затрудняет вытеснение ее расплавленной медью, а также препятствует образованию интерметаллидов железа и никеля с вольфрамом в процессе пайки.

В настоящее время в электронной технике все большее применение находит высокотеплопроводная алюмонитридная (AlN) керамика. При этом особенное внимание уделяется решению вопросов, связанных с ее металлизацией. Безуспешными оказались попытки металлизировать AlN керамику известными пастами для металлизации алюмооксидной керамики.

Известен способ металлизации алюмонитридной керамики, согласно которому с помощью эвтектики оксид алюминия - медь непосредственно на

поверхность AlN керамики наносят слой меди. Однако данный процесс пригоден только для металлизации пластин. Также в этом процессе формируется сплошное покрытие без формирования топологического рисунка металлизации. Для получения топологического рисунка металлизации необходимо проводить последующее фотолитографическое травление. Кроме того, изделия, получаемые таким способом, не допускают высокотемпературную пайку в среде водорода из-за восстановления адгезионного эвтектического слоя.

В работе предлагается металлизационная паста, предназначенная для металлизации алюмонитридной керамики, включающая (в масс. %): молибден 90, марганец 5 и SiO<sub>2</sub> 5. Пасту наносят на алюмонитридную керамику и обжигают при 1200-1400°C в неокислительной среде.

Данный состав пасты практически не может создавать с керамикой из нитрида алюминия переходный адгезионный слой. Данную пасту можно использовать для металлизации алюмооксидной керамики. При обжиге пасты в неокислительной среде также нельзя получить качественного металлизационного покрытия, поскольку вжигание металлизующих покрытий, основными компонентами которых являются тугоплавкие металлы, проводится в увлажненной газовой среде. Данное техническое решение не может обеспечить достаточную адгезию металлизации к алюмонитридной керамике при пайке высокотемпературным припоем, в то время как во многих случаях, например, в корпусах полупроводниковых приборов, требуется адгезия 200 кг/см<sup>2</sup> и более.

Также металлизационные пасты на основе Mo и W для AlN-керамики часто смешивают с Ti и вжигают при температуре 1850 – 1880 °C в атмосфере азота, после чего покрывают никелем (3...5 мкм) и золотом (1...1,5 мкм). Однако такая высокая температура вжигания данной смеси связана с

большими затратами и может использоваться только в тех случаях, когда это действительно экономически оправданно.

### 1.5.3 Органические связующие и растворители

Органические связующие и растворители вводятся для обеспечения равномерного распределения частиц порошков различных компонентов в процессе приготовления пасты, для получения определенной консистенции и для придания пасте необходимой вязкости. При нанесении пасты на подложку органические связующие полностью удаляются в процессе термообработки.

В качестве органических связующих и растворителей паст может применяться широкий набор материалов: этилцеллюлоза, воски, ланолин, вазелиновое масло, циклогексан, жидкие смолы, органические растворители. Органические связующие можно разделить на маслянно-жировые, т.е. изготавливаемые на основе ланолина, вазелинового масла, циклогексанола, и полимерные - жестко структурированные системы, каркас которых образуют молекулы полимера (метилцеллюлозы, нитроцеллюлозы, бутилцеллюлозы и особенно этилцеллюлозы). В качестве растворителя чаще всего используют низкокипящие органические жидкости: спирты, эфиры, кетоны, испаряющиеся до начала вжигания при незначительном нагреве. Маслянно-жировые связующие проявляют ярко выраженную зависимость вязкости от температуры, это может привести к большой растекаемости отпечатка на начальной стадии термообработки. Исследования полимерных связующих показали, что с повышением температуры полимерные связующие теряют массу быстрее, чем ланолиновые, поэтому, по мере удаления растворителя, относительная концентрация этилцеллюлозы возрастает и компенсирует влияние температуры на вязкость. Это дает возможность уменьшить растекаемость отпечатков.

Например, в работе предлагается органическое связующее для электропроводящих и диэлектрических паст, содержащее полимерное

связующее и растворители. С целью улучшения надежности изделий на основе пасты путем уменьшения ее растекаемости, увеличения адгезии и технологичности, она содержит в качестве полимерного связующего поливинилбутираль, в качестве растворителей - дибутилфталат, терпинеол или бензиловый спирт при следующем содержании компонентов, (в масс. %):

Поливинилбутираль	3 - 11
Дибутилфталат	10 - 70
Терпинеол или бензиловый спирт	27 - 81

Авторы работы предлагают органическое связующее пасты для трафаретной печати, содержащее этилцеллюлозу и терпинеол, отличающееся тем, что, с целью увеличения жизнеспособности, улучшения печатных свойств пасты путем повышения температуры кристаллизации связующего и уменьшения скорости испарения растворителя, оно дополнительно содержит полибутилметакрилат и изоамилсалицилат при следующем соотношении компонентов, мас.

Этилцеллюлоза	2,5 - 10,0
Полибутилметакрилат	0,5 - 7,0
Изоамилсалицилат	12,0 - 47,5
Терпинеол	Остальное

Положительный эффект достигается за счет снижения температуры кристаллизации и уменьшения скорости испарения органического связующего. Сочетание этилцеллюлозы, изоамилсалицилата, полибутилметакрилата и терпинеола в заданных количествах позволяет получить органическое связующее с низкой температурой кристаллизации и малой скоростью испарения, обеспечивая за счет этого высокую жизнеспособность пасты. Кроме того, данное связующее позволяет повысить когезию пасты.

#### 1.5.4 Приготовление металлизационных паст

Пасты представляют собой суспензии из металлизующих порошков, взвешенных в жидкой вязкой фазе.

При выборе порошков металлов для паст рекомендуется:

- использовать металлические порошки с минимально возможными размерами зерен, чтобы обеспечить максимально возможную поверхность их соприкосновения с поверхностью керамики (экспериментально установлено, что размер частиц порядка 1 мкм, способствует образованию прочного сцепления);
- использовать порошок с различным гранулометрическим составом (так как порошок, состоящий из одинаковых по размеру зерен, спекается с меньшей скоростью, чем порошок из разных размеров зерен), что способствует более прочному сцеплению проводящего слоя с керамической поверхностью;
- металлические зерна должны иметь максимально нарушенную решетку;
- поверхность зерен должна быть очищена от веществ, которые обладают повышенной диффузионной способностью.

Зернистость порошков, употребляемых для металлизации керамики, оказывает большое влияние на качество металлизующего слоя. Пасты, изготовленные из крупнозернистого порошка, требуют более высокой температуры вжигания, чем пасты из мелкозернистого порошка. Кроме того, между крупными зёрнами металлического порошка могут остаться большие сообщающиеся между собой поры, вызывающие вакуумные микропоры. Поверхность металлизующего слоя в этом случае будет иметь губчатую структуру.

Возможны также случаи расслоения металлизационных покрытий, возникающие вследствие того, что металлизационные пасты на основе

мелкозернистых порошков образуют очень плотную пленку, которая затрудняет выгорание биндера и приводит к вспучиванию металлизирующего слоя.

Металлизационные пасты готовят обычно из материалов методом их размола и смешения на органическом связующем (биндере) с использованием растворителей [14]. Помол компонентов металлизационной пасты осуществляют отдельно или совместно в шаровых или вибрационных мельницах. Длительность измельчения металлических порошков в мельницах колеблется от 1,5 до 24 часов и более. После помола порошки сушат и производят контроль их удельной поверхности. Размер частиц порошков для металлизационных паст не должен превышать 3 - 5 мкм [14]. Приготовление самих металлизационных паст, т.е. их смешение, производят в шаровых мельницах, в которые загружают металлизационный порошок, связующее (биндер) и растворитель в соответствии с рецептурой конкретной пасты.

Длительность процесса смешивания составляет 16 - 24 ч. Полученную массу протирают через сито. Вязкость пасты контролируют по времени истечения определенного ее объема через калиброванное отверстие. При этом консистенция пасты подбирается в зависимости от метода ее нанесения на керамическое изделие. Измеряют также растекаемость пасты по величине диаметра ее пятна между двумя предметными стеклами, нагруженными гирькой 150 - 200 г. Пасту хранят в герметичной стеклянной посуде с притертой пробкой. Срок хранения пасты ограничен и составляет около 8 часов, так как с течением времени паста быстро портится (коагулирует). Так как мелкодисперсные металлические порошки, растворители и связка огнеопасны, то работы с ними проводят в вытяжном шкафу с соблюдением соответствующих правил по технике безопасности. Готовую пасту наносят на керамическую деталь, прошедшую обжиг и шлифовку.

### 1.5.5 Способы нанесения

Технология металлизации керамики и условия формирования покрытия, оказывают существенное влияние на качество образующегося металлизированного слоя, а в результате на качество спая керамики с металлом. На поверхность керамической детали металлизующий состав наносят в виде паст, суспензий порошков, расплавов и т.п. Наиболее распространенным является нанесение покрытия в виде паст или суспензий, состоящих из металлических порошков, связующего и растворителя.

Существует ряд методов нанесения пасты. Выбор метода определяется конструкцией изделия, требуемой точностью поддержания толщины и ширины слоя, объемами производства и другими технико-экономическими показателями.

Нанесение кистью. Метод наиболее широко распространен для деталей малых и средних размеров при небольших размерах партий изделий. Производительность 8 - 10 деталей в час при нанесении на неподвижные детали, до 20 деталей в час - на вращающиеся. Необходимы непрерывный контроль вязкости пасты и хорошая вентиляция. Ошибка в толщине наносимого слоя 10 - 12 мкм (при толщине 25 - 60 мкм). При нанесении пасты на вращающиеся детали применяют ролик, который частично погружен в пасту и одновременно соприкасается с цилиндрической поверхностью детали.

Пульверизация. Метод аналогичен распылению красящих веществ пульверизатором через трафарет. Применяют для металлизации плоских или торцевых поверхностей деталей. Толщина слоя пасты 40 - 60 мкм обеспечивается с разбросом 3 - 7 мкм. Пасты расходуется больше, чем в предыдущем методе.

Окунание. Инструмент намазки - вращающийся столик, совершающий возвратно-поступательные движения в пасту и из неё. В верхнем положении на тисненой поверхности столика остается тонкий слой пасты, на который

накладывается деталь. Вращение столика способствует перемешиванию при погружении в пасту и сбрасыванию излишков пасты при выходе из неё. Метод используется для торцевых поверхностей небольших деталей. В автоматическом исполнении производительность метода составляет более 1000 деталей в час.

Металлизация с ленты. Паста вначале равномерно наносится на движущуюся полиэтиленовую ленту и высушивается. Поверхности керамической детали, например, торцы цилиндров смачиваются раствором и прижимаются к слою пасты. После выдержки, определяемой длительностью высыхания растворителя, деталь отделяют от ленты, причем паста остается приклеенной к детали. Цилиндрические поверхности можно покрывать пастой путем обертывания металлизационной ленты вокруг детали. Достоинствами метода являются высокая производительность, точность контроля толщины, простота, возможность длительного хранения ленты и транспортировки.

Нанесение пасты через трафарет (шелкография). Для получения определенного рисунка, особенно в технологии гибридных интегральных схем (ГИС), используют капроновые или металлические сетчатые трафареты. Пасту продавливают роликом или ракелем - гибким резиновым шпателем. Метод позволяет получать очень тонкие линии (шириной до 0,05 мм) .

## 2 МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Цели и задачи

Цель работы – определить состав стекла, наиболее подходящий для использования в качестве стеклоприпоя керамики на основе нитрида алюминия.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Изучение составов стекол марки.
2. Исследование физико-химических характеристик стекол и процесса смачивания.
3. Обработка экспериментальных данных.

### 2.2 Измерение удельной поверхности

По значению удельной поверхности можно судить о некоторых физико-химических свойствах порошкообразных материалов. Например, о степени дисперсности, а также рассчитать размер частиц.

Для измерения удельной поверхности и газопроницаемости пользовались прибором ПСХ, который не нуждается в специальных эталонах сравнения или в эталонных образцах. В нём использованы обычные меры измерения: длина, масса и. На рисунке 5 приведена схема экспериментальной установки измерения удельной поверхности.

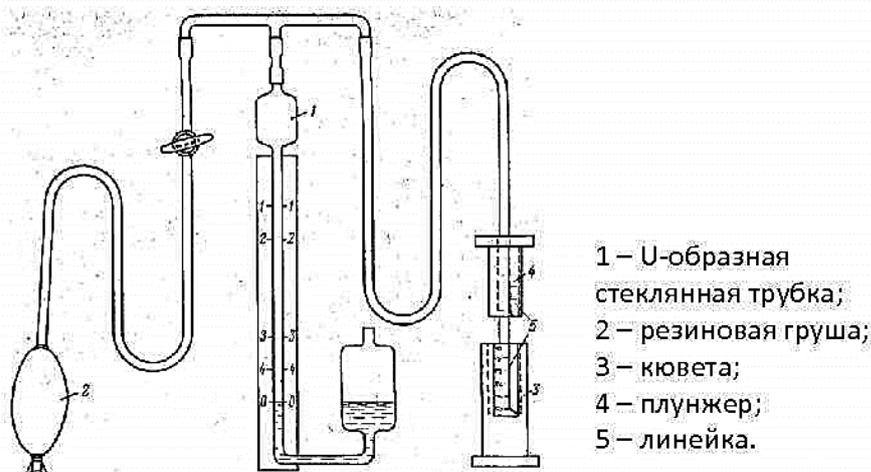


Рисунок 5 – Технологическая схема прибора ПСХ

Удельная поверхность равна:

$$S = \frac{KM\sqrt{\tau}}{\rho\sqrt{\mu}}$$

### 2.3 Измерение угла смачивания

Угол смачивания обычно измеряется для жидкости, в которой граница раздела жидкость/газ встречается с твёрдой поверхностью. Он количественно определяет смачиваемость твердой поверхности жидкостью через уравнение Юнга. Данная система на границе твёрдой, жидкой и газовой фаз имеет уникальный равновесный угол смачивания при данной температуре и давлении. Однако на практике наблюдается гистерезис угла смачивания от так называемого опережающего (максимального) угла смачивания до отстающего (минимального) угла смачивания. Равновесный угол смачивания находится в пределах этих значений и может быть вычислен на их основе. Равновесный угол смачивания отражает соотношение сил молекулярного взаимодействия в жидкой, твёрдой и газовой фазах.

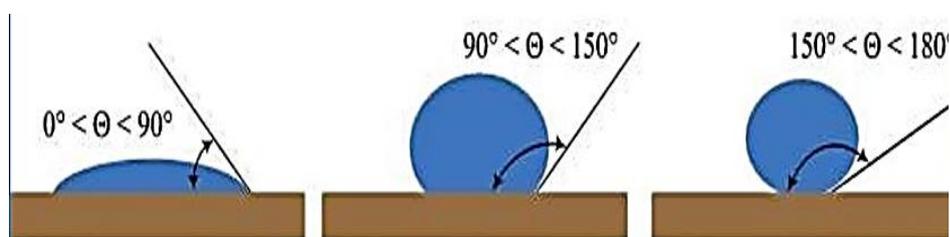


Рисунок 6 – Углы смачивания

### Термодинамика

Форма границы раздела жидкость/газ определяется уравнением Юнга-Лапласа, с углом смачивания, являющимся граничным условием в уравнении Юнга. Теоретическое описание контакта возникает из рассмотрения термодинамического равновесия между тремя фазами: жидкой фазы (Ж), твёрдой фазы (Т) и газовой/паровой фазы (Г). Если поверхностная энергия (т.е. поверхностное натяжение) на границе твёрдое тело-газ обозначается  $\gamma_{ТГ}$ ,

твёрдое тело-жидкость –  $\gamma_{ТЖ}$ , а жидкость-газ –  $\gamma_{ЖГ}$ , то равновесный угол смачивания  $\theta_C$  определяется из этих величин по уравнению Юнга:

$$\gamma_{ТГ} - \gamma_{ТЖ} - \gamma_{ЖГ} \cos\theta = 0$$

Угол смачивания также может быть связан с силами адгезии через уравнение Юнга-Дюпре:

$$\gamma(1 + \cos\theta_C) = \Delta W_{SLV}$$

где  $W_{SLV}$  энергия адгезии на границе твёрдое тело-жидкость на единицу площади при среднем объёме  $V$ .

Уравнение Юнга-Лапласа для трёхмерной капли является нелинейным. Это связано с основным пределом кривизн, который включает производные первого и второго порядка функции формы капли  $F(x, y)$ :

$$\kappa_m = \frac{1}{2} \frac{(1 + f_x^2) f_{yy} - 2f_x f_y f_{xy} + (1 + f_y^2) f_{xx}}{(1 + f_x^2 + f_y^2)^{3/2}}$$

Решение этого частного дифференциального уравнение, определяющего форму трёхмерной капли, в сочетании с соответствующими граничными условиями, чрезвычайно сложно, и это обычно применяют альтернативный подход минимизации энергии.

### Гистерезис

Добавив достаточно небольшое количество жидкости в каплю, линия контакта ещё будет удерживаться, и угол смачивания будет увеличиваться. Удалив достаточно небольшое количество жидкости из капли, линия контакта будет по-прежнему на месте, и угол смачивания будет уменьшаться. Следовательно, капля, помещённая на поверхность, имеет набор углов смачивания в пределах от так называемого опережающего (максимального) угла смачивания,  $\theta_A$ , до так называемого до отстающего (минимального) угла смачивания,  $\theta_R$ . Юнговский равновесный угол смачивания находится где-то

между этими значениями, и гистерезис угла смачивания обычно определяется как  $\theta_A - \theta_R$ .

Уравнение Юнга предполагает совершенно плоскую поверхность. Даже на такой гладкой поверхности капля будет проявлять гистерезис угла смачивания. Равновесный угол смачивания ( $\theta_C$ ) может быть рассчитан на основе  $\theta_A$  и  $\theta_R$ , что было показано теоретически Тадмором и экспериментально подтверждено Чибовским, как,

$$\theta_c = \arccos \left( \frac{r_A \cos \theta_A + r_R \cos \theta_R}{r_A + r_R} \right)$$

где

$$r_A = \left( \frac{\sin^3 \theta_A}{2 - 3 \cos \theta_A + \cos^3 \theta_A} \right)^{1/3} ; \quad r_R = \left( \frac{\sin^3 \theta_R}{2 - 3 \cos \theta_R + \cos^3 \theta_R} \right)^{1/3}$$

На грубой или загрязнённой поверхности также будет наблюдаться гистерезис угла смачивания, но теперь локальный равновесный угол смачивания (уравнение Юнга в данном случае действует только локально) может варьироваться от места к месту на поверхности. Исходя из уравнения Юнга-Дюпре, это означает, что энергия адгезии меняется локально – таким образом, жидкость должна преодолеть локальные энергетические барьеры для того, чтобы смочить поверхность.

#### Динамические углы смачивания

Для жидкости, быстро движущейся по поверхности, угол смачивания может изменяться от его значения в состоянии покоя. Опережающий угол смачивания увеличится со скоростью, а отстающий угол смачивания будет уменьшаться.

#### Методы измерения:

##### Статический метод сидячей капли

Угол смачивания сидячей капли измеряется с помощью гониометра, используя оптическую подсистему для захвата профиля чистой жидкости на

твёрдой подложке. Угол, образованный между границей раздела жидкость/твёрдое тело и границей раздела жидкость/газ, – и есть угол смачивания. В старых системах использовалась оптическая система микроскопа с подсветкой. Системы текущего поколения используют камеры высокого разрешения и программное обеспечение для сбора данных и анализа угла смачивания. Углы измеряются таким образом, что часто довольно близки к возникающим углам смачивания. Равновесные углы смачивания могут быть получены путём применения чётко определенных колебаний.

#### Метод подвесной капли

Измерение углов смачивания для подвесных капель гораздо сложнее, чем для сидячих капель из-за присущего ему нестабильного характера перевёрнутых капель. Эта сложность далее усиливается при попытке наклонить поверхность. Экспериментальная установка для измерения углов смачивания для подвесных капель на наклонных подложках была разработана в последнее время. Этот метод позволяет проводить осаждение нескольких микрокапель на нижней стороне текстурированной подложки, которая может быть отображена с помощью ПЗС-камеры с высоким разрешением.

#### Динамический метод сидячей капли

Динамический метод сидячей капли похож статический метод сидячей капли, но требует, чтобы капля была изменена. Распространённый тип динамического исследования сидячей капли определяет наибольший угол смачивания, возможный без увеличения площади границы раздела твёрдое тело/жидкость путём динамического добавления объёма. Этот максимальный угол является опережающим углом. Затем объём уменьшают, чтобы произвести измерение наименьшего возможного – отстающего – угла. Разница между опережающим и отстающим углами смачивания - гистерезис угла смачивания.

## 2.4 Дилатометрический анализ

Для определения ТКЛР силикатных материалов используется дилатометрический анализ. Суть которого заключается в установлении изменения длины образцов при нагреве и последующем охлаждении при изотермической выдержке .

Дилатометр – прибор, измеряющий изменения размеров тела, вызванные воздействием температуры, давления, электрического и магнитного полей, ионизирующих излучений или каких-либо других факторов. На рисунке 7 приведен пример цифрового дилатометра.

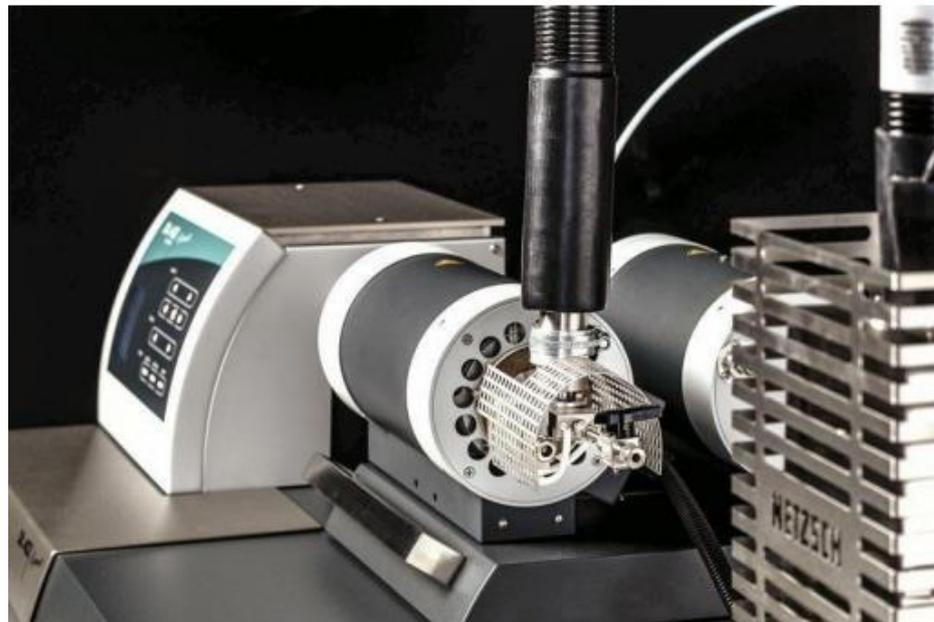


Рисунок 7– Цифровой дилатометр

Истинным термическим коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) определяется по формуле:

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{dl}{dt}, \text{ град}^{-1}$$

Средний ТКЛР в заданном интервале температур называется отношением длины образца к заданному интервалу изменения температуры и определяется уравнением:

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{l_1 - l_0}{t_1 - t_0}, \text{ град}^{-1}$$

## 4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

В данном разделе ВКР выполняется анализ и расчёт основных параметров для реализации конкурентоспособного продукта, который приносит доход и отвечает современным требованиям ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Продуктом, для запуска на рынок, является стеклоприпой для керамики из AlN и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Стоит отметить, стеклоприпои представляют собой смеси окислов металлов, имеющие температурные коэффициенты линейного расширения такие же как у керамики и необходимые температуры размягчения, а также должны выдерживать конкуренцию на рынке. В данной части происходит определение возможных альтернатив разработки, которые будут отвечать требованиям финансовой и ресурсной эффективности.

Для того чтобы решить задачи, связанные с финансовой оценкой продукта, его ресурсоэффективностью и ресурсосбережением, в данном разделе ВКР нужно:

- оценить коммерческий потенциал и перспективность проведения научного исследования;
- определить возможность альтернативного проведения научных исследований, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения;
  - спланировать научно-исследовательскую работу;
  - определить ресурсную (ресурсосберегающую), финансовую, бюджетную эффективность исследования

### 4.1 Предпроектный анализ

#### 4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Стеклоприпои находят широкое применение в сборке и герметизации микросхем и полупроводниковых приборов. Стёкла активно используется для защиты микросхем от внешних воздействий, поскольку их газопроницаемость

лишь немногим уступает металлам, и существенно превосходит полимерные материалы.

Стеклянные припои оплавляются при относительно низких температурах и хорошо подходят как для корпусной герметизации (пайка крышек), так и для бескорпусной герметизации, где требуется защита при повышенных температурах (300-400С). Стеклоприпои могут поставляться в виде паст, порошков или готовых прокладок. Стеклянный порошок, как правило, смешивается с органическими связующими для получения пастообразной массы, которая впоследствии используется в производстве.

Главные сферы применения:

1. В электронике — получение герметичных спаев с металлами и керамикой. Такие спаи применяют при изготовлении транзисторов, диодов, тиристоров, корпусов интегральных схем, низкочастотных и высокочастотных вводов, коаксиально-микроразъемных переходов и др.

2. Стеклоприпои различных размеров и формы применяют для герметизации откачиваемых электронных приборов, для герметичной установки зеркал лазеров, панелей дисплеев и др.

3. Специальные стеклянные порошки используют в составе серебряных и алюминиевых паст для солнечных батарей.

4. Порошки стекол с низкими диэлектрической проницаемостью и тангенсом угла диэлектрических потерь применяют при создании многослойной низкотемпературной керамики.

5. Стекло также применяют для изготовления чип-компонентов (индуктивностей, резисторов, конденсаторов).

6. Порошковое стекло входит в состав различных паст для толсто пленочной металлизации диэлектриков.

7. Пассивирующие стекла с низким содержанием щелочей и железа применяют в производстве высоковольтных транзисторов, диодов, тиристоров, термисторов для механической и химической защиты поверхностей полупроводниковых структур.

8. Стекланные подложки и окна выводов энергии применяют в изделиях микроэлектроники.

Зарубежные компании-конкуренты — производители стекла для электроники:

1. sem-com company inc;
2. viox corporation;
3. schott electronics;
4. electro-glass products.

Основные потенциальные потребители результатов исследования:

1. ООО Компания «Кондор» (Москва) - комплексные поставки химии для промышленных предприятий;
2. ООО «Остек-Интегра» (Москва) - подразделение Группы компаний, специализирующееся на повышении эффективности производств передовой техники путем комплексного обеспечения материалами и предоставлении технологических сервисов.;
3. Nexterion® (Москва) - Специальные стекла для развивающихся областей биотехнологий, исследований и диагностики

## 4.2 Анализ конкурентных технических решений

В ходе исследования были рассмотрены 3 различных припоя:

- 1) стеклоприпой;
- 2) металлический припой;
- 3) полимерный клей

В таблице 9 показано сравнение разработок стеклоприпоев разных составов с точки зрения технических и экономических критериев оценки эффективности. Экспертная оценка производится по техническим характеристикам и экономическим показателям по 5 бальной шкале, где 1 – наиболее низкая оценка, а 5 – наиболее сильная.

Таблица 9 – Сравнение конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентноспособность		
		B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1.Термическая стойкость	0,12	4	3	2	0,48	0,36	0,24
2.Высокая теплопроводность	0,10	5	5	5	0,5	0,5	0,5
3.Удельное электрическое сопротивление	0,05	3	2	3	0,15	0,1	0,15
4.Экологичность	0,014	2	1	3	0,28	0,14	0,42
5.Коэффициент теплового расширения	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3
6.Механическая и химическая стойкость, стойкость при высоких температурах	0,1	5	4	4	0,5	0,4	0,4
7.Стоимость сырьевых материалов	0,06	4	4	4	0,24	0,24	0,24
8.Безопасность при использовании	0,05	5	5	4	0,25	0,25	0,2
9. Хорошая изоляция	0,06	3	5	5	0,18	0,3	0,3
Экономические критерии оценки эффективности							
10.Цена	0,13	4	3	3	0,52	0,39	0,39
11.Предполагаемый срок эксплуатации	0,09	2	4	3	0,18	0,36	0,27
Итого	1	42	40	38	3,78	3,44	3,41

Расчет конкурентоспособности, на примере стабильности срабатывания, определяется по формуле:

$$K = \sum V_i \cdot B_i$$

Где  $K$  – конкурентоспособность проекта;  $V_i$  – вес показателя (в долях единицы);  $B_i$  – балл показателя.

Проведенный анализ конкурентных технических решений показал, что целесообразно изготавливать стеклоприпой.

### 4.3 SWOT-анализ

Произведем SWOT-анализ, выделив слабые стороны, недостатки, возможности и сильные стороны научного проекта.

#### *1. Сильные стороны*

Сильными сторонами данного проекта являются новые технические возможности, которые даст его продвижение и отсутствие массового производства стеклоприпоя особенно на отечественном рынке. Так же преимуществом является эффективное применение с керамикой, в особенности на основе нитрида алюминия и оксида иттрия.

#### *2. Слабые стороны*

Недостаток научно-исследовательских данных о процессах изготовления стеклоприпоя для керамики на основе нитрида алюминия и изучение физико-химических характеристик полученного продукта- это недостаток времени и оборудования для исследований.

#### *3. Возможности*

Главным благоприятным условием для продвижения проекта является сочетание двух факторов – это возрастающий спрос на керамические изделия из нитрида алюминия и низкое на данный момент предложение на рынке стеклоприпоев, пригодных для данной керамики.

#### *4. Угрозы*

Хотя на данный момент процесс изготовления стеклоприпоев не до конца, исследования в этой области активно ведутся, и если сейчас нет

большой конкуренции в производстве стеклоприпоя для нитрида алюминия, они могут появиться в ближайшем будущем.

Таблица 10 – SWOT-анализ реализации проекта.

	<b>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</b> 1. Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии. 2. Экологичность технологии. 3. Наличие бюджетного финансирования. 4. Квалифицированный персонал. 5. Новизна проекта на рынке.	<b>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</b> 1. Недостаток научной базы в области исследования 2. Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца 3. Большой срок поставок материалов и комплектующих, используемых при проведении научного исследования
<b>Возможности:</b> 1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ 2. Появление дополнительного спроса на новый продукт 3. Отсутствие прямых конкурентов	1. Разработка стекла из более качественного сырья 2. Новые технологии в производстве	1. Нарботка и укрепление конкурентных преимуществ 2. Производство из разнообразного сырья 3. Введение новых бизнес единиц
<b>Угрозы:</b> 1. Возможность появления прямых конкурентов 2. Высокие требования к техническим характеристикам продукции 3. Сложность получения керамики на основе нитрида алюминия	1. Расширить каналы распределения продукции 2. Разработать программу по упрощению технологии производства для молодых специалистов	1. Нарастить объемы производства, занять новые ниши сбыта 2. Расширить каналы закупки материалов и комплектующих 3. Нарботка и укрепление конкурентных преимуществ

В результате SWOT-анализа показано, что на преимущества разрабатываемой технологии преобладают над ее недостатками. Для улучшения и устранения слабых сторон необходимо: усовершенствовать свойства продукта и технологию изготовления.

#### 4.4 Планирование научно-исследовательских работ

##### 4.4.1 Структура работ в рамках научного исследования

Для выполнения научных исследований формируется рабочая группа, в состав которой могут входить научные сотрудники и преподаватели,

инженеры, техники и лаборанты. По каждому виду запланированных работ устанавливается соответствующая должность исполнителей.

Порядок этапов работы и распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 11.

Таблица 11 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Руководитель, инженер
	3	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	4	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Инженер
	5	Подготовка рабочего места: подготовка исходных веществ, растворителей и вспомогательных веществ	Инженер
	6	Проведение экспериментов	Инженер
	7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель, инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер
Проведение ВКР			
Изготовление и испытание опытного образца	9	Получение опытных образцов	Инженер
	10	Лабораторные испытания опытных образцов	Инженер
Оформление комплекта документации по ВКР	11	Составление пояснительной записки	Инженер

#### 4.4.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Трудовые затраты в большинстве случаев образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования.

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов.

Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости  $t_{ожi}$  используется следующая формула:

$$t_{ожi} = \frac{3 \cdot t_{min i} + 2 \cdot t_{max i}}{5},$$

Где  $t_{ожi}$  – ожидаемая трудоемкость выполнения  $i$ -ой работы чел.-дн.;  $t_{min i}$  – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.;  $t_{max i}$  – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной  $i$ -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях  $T_p$ , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями. Такое вычисление необходимо для обоснованного расчета заработной платы, так как удельный вес зарплаты в общей сметной стоимости научных исследований составляет около 65 %.

$$T_{pi} = \frac{t_{ожi}}{Ч_i},$$

Где  $T_{pi}$  – продолжительность одной работы, раб. дн.;  $t_{ожi}$  – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.;  $Ч_i$  – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

#### 4.4.3 Разработка графика проведения научного исследования

При выполнении выпускной квалификационной работы наиболее удобным и наглядным является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Диаграмма Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}$$

Где  $T_{ki}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в календарных днях;  $T_{pi}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в рабочих днях;  $k_{\text{кал}}$  – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}$$

Где  $T_{\text{кал}}$  – количество календарных дней в году;  $T_{\text{вых}}$  – количество выходных дней в году;  $T_{\text{пр}}$  – количество праздничных дней в году.

В 2021 году 365 календарных дней, из них выходных и праздничных дней 118. Тогда коэффициент календарности равен:

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365 - 104 - 14} = 1,48$$

В таблице 12 представлены временные показатели проведения научно-исследовательской работы.

Таблица 12 Временные показатели проведения научного исследования

№	Название работы	Трудоемкость работ						Исполнители	Длительность работ в рабочих днях $T_{pi}$		Длительность работ в календарных днях $T_{ki}$	
		$t_{\text{min}}$ , чел-дни		$t_{\text{max}}$ , чел-дни		$t_{\text{ож}}$ , чел-дни			Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2					
1	Разработка технического задания	0,3	0,3	1	1	0,6	0,6	Р	0,3	0,3	0,4	0,4
		0,3	0,3	1	1	0,6	0,6	И	0,3	0,3	0,4	0,4
2		0,5	0,5	2	2	1,1	1,1	Р	0,6	0,6	0,7	0,7

№	Название работы	Трудоемкость работ						Исполнители	Длительность работ в рабочих днях $T_{pi}$		Длительность работ в календарных днях $T_{ki}$	
		$t_{min}$ , чел-дни		$t_{max}$ , чел-дни		$t_{ож}$ , чел-дни			Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2
		Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2	Исп.1	Исп.2					
	Выбор направления исследований	0,5	0,5	2	2	1,1	1,1	И	0,6	0,6	0,7	0,7
3	Календарное планирование работ по теме	1	1	1,5	1,5	1,2	1,2	Р	0,6	0,6	0,7	0,7
		1	1	1,5	1,5	1,2	1,2	И	0,6	0,6	0,7	0,7
4	Подбор и изучение материалов	5	5	10	10	7	7	Р	3,5	3,5	4,3	4,3
		5	5	10	10	7	7	И	3,5	3,5	4,3	4,3
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	4	4	6	6	4,8	4,8	И	4,8	4,8	5,9	5,9
6	Проведение экспериментов	5	5	10	10	7	7	И	7	7	8,5	8,5
7	Получение опытных образцов	7	7	10	10	8,2	8,2	И	8,2	8,2	10	10
8	Лабораторные испытания опытных образцов	2	2	3	3	2,4	2,4	И	2,4	2,4	2,9	2,9
9	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическим и исследованиям и	4	4	5	5	4,4	4,4	Р	2,2	2,2	2,7	2,7
		7	7	10	10	8,2	8,2	И	4,1	4,1	5	5
10	Оценка эффективности полученных результатов	3	3	4	4	3,4	3,4	Р	1,7	1,7	2,1	2,1
11	Составление пояснительной записки	8	8	12	12	9,6	9,6	И	9,6	9,6	11,7	11,7

На основе таблицы 12 был построен календарный план-график проведения НИОКР в таблице 13.

Таблица 13 – Календарный план-график проведения НИОКР

№ работ	Вид работ	Исполнители	Т <sub>кi</sub> , дн.	Продолжительность выполнения работ													
				февраль		март			апрель			май			июнь		
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	
1	Разработка технического задания	Руководитель, инженер	0,4 0,4	2													
2	Выбор направления исследований	Руководитель, инженер	0,7 0,7	2	3												
3	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, инженер	0,7 0,7		3												
4	Подбор и изучение материалов	Руководитель, инженер	2,3 2,3			1											
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Инженер	3,9			2	3										
6	Проведение экспериментов	Инженер	8,5				1	2	3								
7	Получение опытных образцов	Инженер	10						1	2	3						
8	Лабораторные испытания опытных образцов	Инженер	2,9									1	2	3			
9	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель, инженер	2,7 5										1	2			
10	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер	2,1 3,5											1	2		
11	Составление пояснительной записки	Инженер	11,7												1	2	3
Руководитель				Инженер													
[штриховка]				[штриховка]													

## 4.5 Бюджет научно-технического исследования

### 4.5.1 Расчет материальных затрат НТИ

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$Z_m = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{рас\ xi},$$

Где  $m$  – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования;  $N_{рас\ xi}$  – количество материальных ресурсов  $i$ -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг, м, м<sup>2</sup> и т.д.);  $C_i$  – цена приобретения единицы  $i$ -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м<sup>2</sup> и т.д.);  $k_T$  – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы.

Таблица 14 – Материальные затраты на получение образца двух керамических дисков с нанесенным стеклоприпоем

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена за единицу, руб/кг	Сумма, руб.
Нитрид алюминия	кг	0,01	7000	70
Оксид иттрия	кг	0,002	35000	70
Изопропиловый спирт	кг	0,004	800	3,2
Олеиновая кислота	кг	0,001	350	0,35
Поливинилбутираль	кг	0,0004	1000	0,4
Стекло	кг	0,0002	2000	0,4
Резиновые перчатки	пар	1	20	20
Итого				164,35

### 4.5.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании учитываем только рабочие дни по данной теме. Амортизация оборудования рассчитывается по формуле [24]:

$$A = \frac{C_n \cdot H_a \cdot n}{100 \cdot k},$$

где  $C_n$  – первоначальная стоимость оборудования;  $H_a$  – норма амортизации, %;  $n$  – число проработанных месяцев;  $k$  – количество месяцев в году.

Число проработанных месяцев  $n$  берем из расчета того, что на НТИ инженером было затрачено 1248 ч = 1,73 месяца.

Таблица 15 – Расчет амортизации оборудования

Наименование оборудования	$C_n$ , руб	$H_a$ , %	A, руб
Весы аналитические Веста	15000	10	216
Пресс гидравлический	15000	8	173
Щековая дробилка	250000	10	3604
РФА- установка	180000	12	3114
ДТА- установка	3000000	12	51900
Печь камерная	70000	12	1211
Итого:	–	–	60218

#### 4.5.3 Основная заработная плата исполнителей темы

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НТИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату [24]:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп},$$

Где  $Z_{осн}$  – основная заработная плата;  $Z_{доп}$  – дополнительная заработная плата (12-20 % от  $Z_{осн}$ ).

Основная заработная плата ( $Z_{осн}$ ) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p$$

Где  $Z_{осн}$  – основная заработная плата одного работника;  $T_p$  – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;  $Z_{дн}$  – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d},$$

Где  $Z_m$  – месячный должностной оклад работника, руб.;

$M$  – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 24 раб. дня  $M = 11,2$  месяца, 5-дневная неделя;

$F_d$  – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

В таблице 16 приведен баланс рабочего времени каждого работника НТИ.

Таблица 16 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
-выходные дни:	104	104
-праздничные дни:	14	14
Потери рабочего времени		
-отпуск:	56	28
-невыходы по болезни:	2	2
Действительный годовой фонд рабочего времени	189	217

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p,$$

где  $Z_{тс}$  – заработная плата по тарифной ставке, руб.;  $k_{пр}$  – премиальный коэффициент, равный 0,3 (30% от  $Z_{тс}$ );  $k_d$  – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5;  $k_p$  – районный коэффициент, для Томска равный 1,3.

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 17.

Таблица 17 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{тс}$ , руб.	$k_{пр}$	$k_d$	$k_p$	$Z_m$ , руб.	$Z_{дн}$ , руб.	$T_p$ , раб. дн.	$Z_{осн}$ , руб.
Руководитель	30000	0,3	0,2	1,3	58500	2889	15	43335
Инженер	25000	0,3	0,2	1,3	48750	2516	50	125800

Всего:	169135
--------	--------

Общая заработная исполнителей работы представлена в таблице 18.

Таблица 18 – Общая заработная плата исполнителей

Исполнители	З <sub>осн</sub> , руб.	З <sub>доп</sub> , руб.	З <sub>зп</sub> , руб.
Руководитель	43335	8667	52002
Инженер	125800	25160	150960

#### 4.5.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

В данной статье расходов отражаются обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}),$$

где  $k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования).

Отчисления во внебюджетные фонды представлены в таблице 19.

Таблица 19 Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель проекта	43335	8667
Инженер	125800	25160
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,3	
Итого:	60888,6	

#### 4.5.5 Накладные расходы

Величина накладных расходов определяется по следующей формуле:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{нр}} \cdot (\text{сумма статей } 1 \div 4)$$

где  $k_{нр}$  – коэффициент, учитывающий накладные расходы.

Величину коэффициента накладных расходов  $k_{нр}$  допускается взять в размере 16%. Таким образом, накладные расходы на данные НИИ составляют:

$$Z_{внеб} = 0,16 \cdot (202962 + 60218 + 202962 + 60888,6) = 42,135$$

#### 4.6 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 20.

Таблица 20 – Расчет бюджета затрат НИИ

№	Наименование статьи	Сумма, руб.
1.	Материальные затраты НИИ	164,35
2.	Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	60218
3.	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	169135
4.	Отчисления во внебюджетные фонды	60888,6
5.	Накладные расходы	42135
6.	Бюджет затрат НИИ	332540,95

Как видно из таблицы 20 основные затраты НИИ приходятся на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ и заработную плату исполнителей темы.

#### 4.7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i,$$

где  $I_{pi}$  – интегральный показатель ресурсоэффективности;  $a_i$  – весовой коэффициент  $i$ -го варианта исполнения разработки;  $b_i$  – балльная оценка  $i$ -го варианта исполнения разработки.

Сравнительная оценка характеристик вариантов объекта представлена в таблице 21.

Таблица 21 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ Объект исследования	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Исп.2	Исп.3
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,10	4	4	3
2. Сложность технологии	0,10	3	3	3
3. Диэлектрические свойства	0,25	5	4	5
4. Термофизические свойства	0,15	4	3	3
5. Энергосбережение	0,25	5	5	4
6. Материалоемкость	0,15	5	2	3
ИТОГО	1			

Рассчитанная сравнительная ресурсоэффективность разработки представлена в таблице 22.

Из расчетов выявлено, что текущий проект по интегральному показателю ресурсоэффективности вариантов является выгодным и превосходит аналоги. Так как данный проект является только научной разработкой и началом исследования, то интегральный финансовый показатель разработки рассчитать не представляется возможным.

Таблица 22 – Сравнительная ресурсоэффективность разработки

	Текущий проект	Исп. 1	Исп. 2
$I_{pi}$	4,33	3,5	3,5

В целом, данный проект является перспективным с точки зрения ресурсопотребления, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования местных недорогих сырьевых материалов и возможное достижение требуемых характеристик.