

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа ИШНПТ
 Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ им Н.М. Кижнера

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Разработка состава совместно вжигаемых металлизационных паст для алюмонитридной керамики

УДК 669.053-404.9:666.3-187

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4-ГМ-82	Кутищев Алексей Сергеевич		

Руководитель ВКР

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

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу: «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Спицына Л. Ю.	к.э.н.		

По разделу: «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Романцов И. И.	к.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Казьмина О.В.	д.т.н., профессор		

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

Школа ИШНПТ
 Направление подготовки Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) НОЦ им Н.М. Кижнера

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Казьмина О.В.
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации <small>(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)</small>

Студенту:

Группа	ФИО
4-ГМ-82	Кутищеву Алексею Сергеевичу

Тема работы:

Разработка состава совместно вжигаемых металлизационных паст для алюмонитридной керамики	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№ 50-28/с от 19.02.2020

Срок сдачи студентом выполненной работы:	08.06.2020
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объект исследования: металлизационная паста для совместного спекания металлизации и алюмонитридной керамики. Используемые материалы – вольфрам, этилцеллюлоза, терпинеол, нитрид алюминия, поливинилбутираль, дибутилфталат, толуол, этанол
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	<ol style="list-style-type: none"> 1. Анализ имеющейся литературы по совместному вжиганию / спеканию металлизационных паст и керамики из нитрида алюминия; 2. Выбор и обоснование состав металлизационной пасты; 3. Выбор и обоснование режима термической обработки; 4. Анализ свойств полученных образцов.
Перечень графического материала	Презентация в MS PowerPoint: - Характеристика исходного сырья;

	- Результаты экспериментов; - Выводы по работе.
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
1. Литературный обзор. 2. Методы исследования 3. Экспериментальная часть	Дитц Александр Андреевич
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Спицына Любовь Юрьевна
Социальная ответственность	Романцов Игорь Иванович
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Литературный обзор; Методы исследования	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	09.03.2020
---	------------

Задание выдал руководитель:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4-ГМ-82	Кутищев Алексей Сергеевич		

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ
ПО ООП 18.04.01 ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Профессиональные компетенции</i>		
P1	Применять <i>глубокие</i> естественно–научные, математические и инженерные <i>знания</i> для создания <i>новых</i> материалов.	Требования ФГОС (ПК–2, 10, 12), Критерий 5 АИОР (п. 5.2.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P2	Применять <i>глубокие знания</i> в области современных технологий химического производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач.	Требования ФГОС (ПК–2, 4–7, ОК–4), Критерий 5 АИОР (пп. 5.2.1, 5.2.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P3	Ставить и решать <i>инновационные</i> задачи <i>инженерного анализа</i> , связанные с созданием материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов химической технологии.	Требования ФГОС (ПК–2), Критерий 5 АИОР (пп. 5.2.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P4	Разрабатывать химико–технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование для создания материалов, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке.	Требования ФГОС (ПК–1, 17), Критерий 5 АИОР (п. 5.2.3), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P5	Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> в области создания <i>новых</i> материалов, современных химических технологий, нанотехнологий.	Требования ФГОС (ПК–14–16, ОК–2–6), Критерий 5 АИОР (п. 5.2.4), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P6	Внедрять, <i>эксплуатировать</i> современные высокотехнологичные линии автоматизированного производства, обеспечивать их <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.	Требования ФГОС (ПК–1, 10), Критерий 5 АИОР (п. 5.2.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
<i>Универсальные компетенции</i>		
P7	Использовать <i>глубокие знания</i> по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности.	Требования ФГОС (ПК–3, 8, 13), Критерий 5 АИОР (п. 5.3.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P8	<i>Активно</i> владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности.	Требования ФГОС (ПК–7, ОК–3) Критерий 5 АИОР (п. 5.3.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве <i>члена и руководителя группы</i> , состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность <i>следовать корпоративной культуре</i> организации.	Требования ФГОС (ПК–9, ОК–4, 5), Критерий 5 АИОР (п. 5.3.3), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P10	Демонстрировать <i>глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов</i> инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах <i>устойчивого развития</i> .	Требования ФГОС (ПК–5, 6, 10), Критерий 5 АИОР (п. 5.3.4, 5.3.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> .
P11	<i>Самостоятельно учиться</i> и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ПК–11, ОК–1, 2, 6), Критерий 5 АИОР (5.3.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR–ACE</i> и <i>FEANI</i> , ПС рег. 853 от 19.09.2016.

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

Школа ИШНПТ
Направление подготовки Химическая технология
Уровень образования магистр
Отделение школы (НОЦ) НОЦ им Н.М. Кижнера
Период выполнения (осенний / весенний семестр 2019/2020 учебного года)

Форма представления работы:

Магистерская диссертация (бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

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

Срок сдачи студентом выполненной работы:	08.06.2020
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
07.06.2020	Основная часть	75
05.06.2020	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
05.06.2020	Социальная ответственность	10

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

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

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Казьмина О.В.	д.т.н, профессор		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 127 страниц, 27 таблиц, 25 рисунков, 35 источников литературы.

Целью выпускной работы является разработка состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой.

Ключевые слова: металлизация, AlN керамика, вольфрам, НТСС, совместный обжиг.

Объектом исследования является технология совместного спекания металлизации и алюмонитридной керамики.

В первой части работы приведено описание общих сведений о металлизационных покрытиях, их применении и свойствах, а также сведения о нитриде алюминия.

Вторая часть работы содержит описание методов и методик проведения исследований.

В третьей части содержатся обработанные результаты по приготовлению металлизационных паст различного состава и взаимосвязь свойств паст от их состава.

В четвертом разделе ВКР приведены анализ и расчёт основных параметров для реализации конкурентоспособного продукта и требования ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Пятая глава рассматривает вопросы о выполнении требований к безопасности и гигиене труда, к промышленной безопасности, охране окружающей среды и ресурсосбережению.

Содержание

РЕФЕРАТ.....	6
ВВЕДЕНИЕ	12
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	13
1.1 Нитрид алюминия	13
1.1.1 Физические свойства.....	13
1.1.2 Химические свойства	14
1.1.3 Области применения	15
1.2 Способы формования керамики из AlN.....	16
1.2.1 Литье шликера	16
1.2.2 Холодное прессование в пресс-формах	18
1.2.3 Горячее прессование	19
1.3 Способы металлизации керамики	22
1.4 НТСС и ЛТСС.....	25
1.5 Проблема создания прочного металлокерамического соединения	28
1.5.1 Проблема КТР	29
1.5.2 Различие в характере связи	30
1.6 Выводы	32
ГЛАВА 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	33
2.1 Цель и задачи.....	33
2.2 Методы исследования	33
2.2.1 Рентгенофазовый анализ.....	33
2.2.2 Растровая электронная микроскопия	34
2.2.3 Определение удельной поверхности	35
2.2.4 Определение реологических свойств паст.....	37
2.2.5 Определение проводимости металлизации.....	38
Глава 3. Экспериментальная часть.....	37
3.1 Применяемые материалы.....	37
3.1.1 Вольфрам	37

3.1.2 Керамика	41
3.2 Помол порошков вольфрама.....	41
3.3 Определение усадки отлитой керамики и металлического порошка	42
3.3.1 Усадка керамических образцов	42
3.3.2 Обоснование состава металлизации	43
3.4 Изготовление металлизационной пасты	46
3.4.1 Выбор органической части металлизационных паст	46
3.4.2 Схема изготовления пасты.....	46
3.4.3 Определение реологических свойств пасты	48
3.4.4 Нанесение металлизационных паст на листы «сырой» керамики	49
3.5. Совместное вжигание металлизации и керамики	50
3.5.1 Удаление органической части	50
3.5.3 Совместное вжигание.....	51
3.6. Определение проводимости металлизационных паст.....	51
ГЛАВА 4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ	54
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений.....	55
4.1.3 SWOT-анализ.....	58
4.1.3 Диаграмма Исикавы	59
4.2 Инициация проекта	60
4.2.1 Цели и результат проекта	60
4.2.2 Организационная структура проекта	61
4.2.3 Ограничения и допущения проекта.....	61
4.3 Планирование научно-исследовательских работ	62
4.3.1 Структура работ в рамках научного исследования	62
4.3.2 Определение трудоемкости выполнения работ	64
4.3.3 Разработка графика проведения научного исследования	64
4.3.4. Бюджет научно-технического исследования (НТИ)	69
4.3.4.1 Расчет материальных затрат НТИ	69

4.3.4.2 Расчет затрат на оборудование для научно экспериментальных работ.....	69
4.3.4.3. Основная заработная плата исполнителей темы	71
4.3.4.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	73
4.3.4.5. Накладные расходы.....	74
4.3.4.6. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского	74
проекта.....	74
4.4 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	75
Заключение по разделу	77
Глава 5. Социальная ответственность.....	81
5.2 Производственная безопасность	83
5.2.1. Анализ вредных факторов производственной среды	85
5.2.1.1. Повышенная загазованность воздуха рабочей зоны	85
5.2.1.2. Повышенная температура воздуха рабочей зоны.....	86
5.2.1.3. Недостаточная освещенность	87
Схема расположения светильников представлена на рисунке 5.1.	90
Способ размещение светильников в лаборатории - симметричный, это обеспечивает равномерное освещение оборудования и рабочих мест.	90
5.2.1.4 Психофизические факторы	90
5.2.1.5 Превышение уровня шума	91
5.2.2 Анализ опасных факторов производственной среды	92
5.2.2.1 Токсическое воздействие на организм человека	92
5.2.2.2 Электрический ток	92
5.2.2.3 Движущиеся машины и механизмы	93
5.2.2.4 Повышенная температура поверхностей оборудования и обрабатываемых материалов.....	94
5.3 Экологическая безопасность	94
5.3.1 Защита селитебной зоны	94

5.3.2 Защита атмосферы.....	95
5.3.3 Защита гидросферы	95
5.3.4 Защита литосферы.....	95
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	96
Заклучение по разделу	98
Заклучение.....	99
Список публикаций.....	100
Список используемой литературы	101
Приложение А	101
CHAPTER 1. LITERATURE REVIEW	105
1.1 Aluminum nitride	105
1.1.1 Physical properties	105
1.1.2 Chemical properties.....	106
1.1.3 Application area	107
1.2 Methods of forming AlN ceramics	107
1.2.1 Slip casting.....	107
1.2.2 Cold pressing in molds	109
1.2.3 Hot pressing	110
1.3 Methods of metallization of ceramics	113
1.4 HTCC и LTCC.....	115
1.5 Problem of creating a strong metal-ceramic connection.....	118
1.5.1 CTE.....	118
1.5.2 Differences in the nature of communication	120
CHAPTER 2 RESEARCH METHODS	122
2.1 Goal and tasks	122
2.2 Research methods.....	122
2.2.1 X-Ray diffraction analysis.....	122
2.2.2 Scanning electron microscopy	123
2.2.3 Determination of specific surface area.....	124

2.2.4 Determination of rheological properties of pastes.....	126
2.2.5 Determination of metallization conductivity.....	126

ВВЕДЕНИЕ

Современные тенденции развития изделий электротехники является увеличение удельной тепловой мощности, что неизменно приводит к возникновению проблемы теплоотвода и необходимости снижения теплового сопротивления цепи. Одним из важнейших вопросов при этом является выбор материалов с высокой теплопроводностью. В этой связи одним из перспективных материалов является нитрид алюминия (AlN)[1].

Поскольку керамика из нитрида алюминия является перспективным материалом для подложек, она в последние годы широко изучается и разрабатывается. Получение включает в себя производство AlN порошков, изготовление керамических лент, металлизацию и AlN / W-многослойное совместное спекание подложки. В настоящее время, благодаря появлению технологии МЧМ (Мульти чиповый модуль) многослойный модуль из керамики высокой плотности становится ключевым методом для изготовления металлокерамических изделий.

Объект исследования – технология совместного спекания металлизации и алюмонитридной керамики.

Предмет исследования – состава композиции для металлизации керамики из нитрида алюминия.

Целью данной работы является разработка состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой.

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Нитрид алюминия

Нитрид алюминия (AlN) представляет собой порошкообразный материал белого цвета или водянисто-белые прозрачные кристаллы гексагональной кристаллической структуры, которая является аналогом структуры сульфида цинка, известной как вюрцит.

Нитрид алюминия является керамическим материалом, который обладает высокой теплопроводностью и хорошими изоляционными свойствами. Этими свойствами обусловлено широкое применение нитрида алюминия в энергетике и микроэлектронике.

1.1.1 Физические свойства

Нитрид алюминия – материал, обладает ковалентными связями, имеет гексагональную кристаллическую структуру, изображенную на рисунке 1.1, являющуюся аналогом структуры сульфида цинка. Пространственная группа симметрии для этой структуры – $R\bar{3}m$.

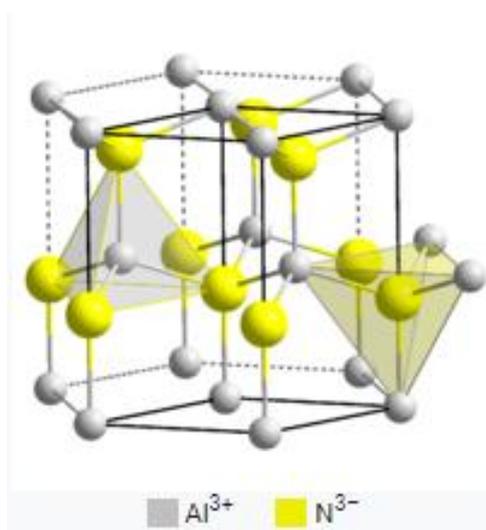


Рисунок 1.1 – Кристаллическая структура нитрида алюминия [2]

Порошкообразный нитрид алюминия обычно имеет белый цвет, монокристаллы, водянисто-белый цвет и прозрачны. Чистый нитрид алюминия обладает плотностью $3,26 \text{ г/см}^3$.

Температуре плавления AlN находится в диапазоне от 2000 до 2500°C, что связано с разложением нитрида алюминия на компоненты до достижения температуры плавления [3].

Твердость по минералогической шкале Мооса существует в диапазоне от 5 до 10 единиц, твердость по Кнупу (микротвердость при нагрузке 100г) в среднем составляет около 1200 кг/мм².

Ширина запрещенной зоны AlN равна $\Delta E=4,26$ эВ, такая температурная зависимость электросопротивления типична для полупроводников и диэлектриков.

Нитрид алюминия обладает крайне высокой теплопроводностью от 160 до 260 Вт/м·К, что сопоставимо с бериллиевой керамикой, и достаточно низким коэффициентом термического расширения $4,5 \cdot 10^{-6}$ °C⁻¹ в диапазоне 100 – 500 °C, что схоже с кристаллами кварца и стеклом.

1.1.2 Химические свойства

Порошкообразный нитрид алюминия медленно растворяется в горячих минеральных кислотах. Взаимодействие при более низких температурах идет очень слабо. С холодной плавиковой кислотой AlN не реагирует. Концентрированные горячие растворы щелочей разлагают нитрид алюминия с выделением аммиака.

На воздухе, окисление порошка нитрида алюминия начинается при температуре 1200 °C [3], а по другим данным [4] - при 900 °C. Скорость коррозии при действии горячих газов зависит от плотности изделий из алюмонитрида. В некоторых работах показано [5, 6], что при нагревании спеченного нитрида при 1200°C в течение 1ч превращается в оксид алюминия 11 % нитрида, при окислении образца, полученного при горячем прессовании, при 1400 °C в течение 30 ч в оксид превращается около 1 % нитрида.

Нитрид алюминия устойчив к действию расплавов [5]: алюминия (до 2000 °С), галлия (до 1300 °С), борного ангидрида (до 1400 °С) и др. Устойчив также в контакте с вольфрамом и молибденом до 1800 °С [7].

В среде водорода и углекислого газа нитрид алюминия обладает устойчивостью до 980 °С [3]. С сухими галогенами AlN реагирует крайне медленно, чистый хлор начинает его разлагать при температуре 760°С с образованием AlCl₃ [8], сухой хлористый водород практически не действует. Нитрид алюминия может частично разлагаться при нагревании с серой и газообразным сероуглеродом, а также с фосфором; при взаимодействии с парами хлорида серы AlN разлагается быстро, а с PCl₃ не реагирует. Реакция с углеродом начинается при температуре 1200 °С [3]. Пероксид натрия разлагает нитрид алюминия с образованием нитратов, полностью и быстро AlN разлагается бихроматом свинца [9].

Керамика из нитрида алюминия значительно устойчивее к действию кислот, щелочей и других реагентов, чем порошкообразный AlN. Например, керамические образцы из AlN, более устойчивы при кипячении в концентрированной серной кислоте, также трудно поддаются воздействию горячих азотной и соляной кислот [3].

1.1.3 Области применения

Керамика из нитрида алюминия имеет применение в различных приборах электронной техники, в радиоэлектронике и в других областях техники. Так, она может применяться в качестве теплоотвода в мощных осветительных устройствах, термостойкого электроизолятора и подложек для электронагревательных элементов.

В качестве перспективного теплопроводящего материала для использования в электронной технике при создании конструкций силовых устройств, элементов Пельтье, светоизлучающих диодов и СВЧ транзисторов.

Еще одна из областей в энергетике используются подложки в качестве корпусов и носителей для чипов светодиодов. Керамика из AlN по коэффициенту теплового расширения схожа с кремнием и арсенидом галлия, основа большинства кристаллов, применяемых в силовой электронике и энергетике.

1.2 Способы формования керамики из AlN

Существует несколько методов формования нитридной керамики, такие как: изостатическое прессование, горячее прессование, шликерное литье на пленку, холодное прессование в пресс-формах.

1.2.1 Литье шликера

При изготовлении изделий методом шликерного литья используют в основном шликер на органической связке, т.к. нитрид алюминия при взаимодействии с водой гидролизует. Литье шликера проводим на лабораторной установке типа КЕКО, на рис 1.3 изображена схема установки.

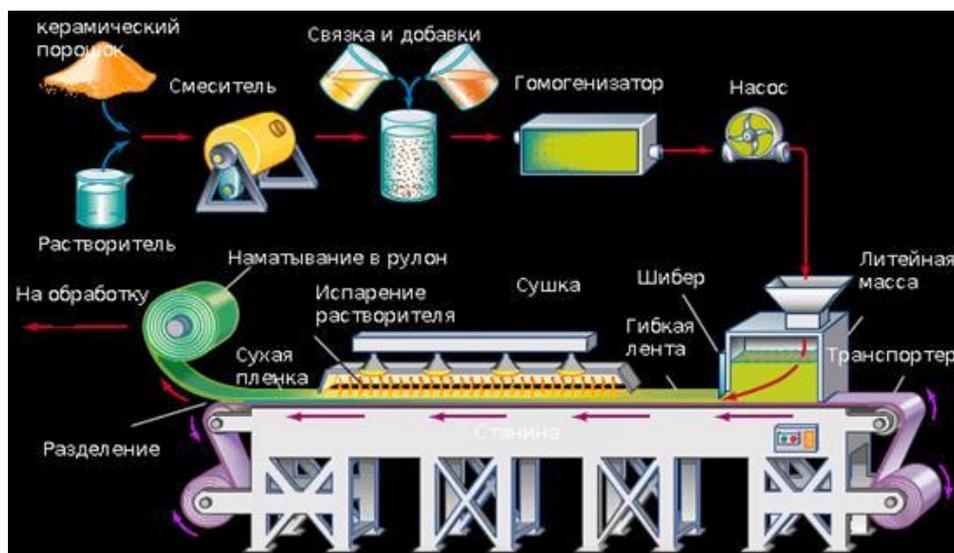


Рисунок 1.2 Схема литья на установке КЕКО[10]

Вначале все сырьевые материалы, такие как растворители, пластификаторы, связки и т.д. смешивают в специальных барабанах до получения однородной суспензии (шликера) с требуемыми параметрами по вязкости, содержанию связки и растворителя. Обычно литье ведут при

температуре 22 – 25 °С и вязкости 60 – 80 Па·с, эти условия являются оптимальными для литья [11].

Количественное соотношение органической и неорганической фазы влияют на следующие параметры:

Усадка материала. С увеличением количества органической части, увеличивается усадка.

Шероховатость. С увеличением доли органической фазы шероховатость ленты уменьшается. Т.к. промежутки между частицами заполняются органикой.

Предел прочности и удлинение. С увеличением количества органической фазы предел прочности и удлинение увеличиваются.

Готовый шликер перед литьем вакуумируют для удаления газовых пузырьков из объема жидкой массы. Смешанный и подготовленный шликер при помощи насоса поступает в расходную емкость, в которой автоматически поддерживается постоянный уровень шликера.

Для формования керамических подложек из нитрида алюминия предлагается использовать литьевую машину фирмы КЕКО. На станине расположена транспортерная система состоящая из направляющих роликов, приводов и двух барабанов для протяжки рулона майларовой пленки, на которую осуществляется литьё пластифицированного керамического шликера. Литейная масса при помощи насоса поступает в расходную емкость, в которой автоматически поддерживается постоянный уровень шликера. Это обязательное условие для осуществления качественного литья, поскольку гидростатическое давление столба массы оказывает влияние на процесс истечения шликера и его распределение по майларовой ленте при помощи системы ракельных ножей. Толщина сформированной керамической пленки регулируется высотой поднятия шибера и ракеля. Для улучшения стабильности процесса литья рекомендуется обеспечить ультразвуковых колебаний к фильерной части агрегата непрерывного литья пленки.

Керамическая пленка на майларовой ленте поступает в зону сушки где под действием инфракрасного излучения или потока теплоносителя (горячего воздуха) происходит испарение растворителя. В структуре пленки остаётся связующее и пластификатор, которые объединяют частицы минерального порошка, и придают прочность и эластичность плёнке. После окончания процесса сушки производится наматывание в рулон сформированной пленки, которая поступает на дальнейшие переделы.

1.2.2 Холодное прессование в пресс-формах

Применяемые пресс-порошки представляют собой сыпучую порошкообразную массу, поэтому холодное прессование в пресс-формах также может называться полусухим прессованием. Сыпучая масса смешивается с пластификатором и происходит притирание через сетки для того, чтобы сформировались гранулы. Затем подсушивают и удаляют часть растворителя до достижения необходимых свойств. Можно контролировать следующие параметры пресс-порошков: насыпную плотность, сыпучесть, влажность или содержание другого растворителя в процентах.

Порошок засыпают в мерный стакан, чтобы он был выше его краев, затем сравнивают поверхность прямой пластиной, далее проводят взвешивание. Так определяют насыпную массу. Специальная воронка с задвижкой необходима для измерения скорости прохождения порошком калиброванного отверстия. Таким образом определяют сыпучесть [12].

Если скорость прессования слишком высокая, то заготовка может захватывать окружающий воздух, так как он не успевает удалиться в окружающую среду. Это отрицательно влияет на заготовку, так как из-за этого снижается плотность, что может привести к последующему разрушению.

Если применять слишком высокие значения давления прессования, то возникает перепрессовка, то есть появляются расслоения заготовок. В ходе

прессования происходит увеличение плотности заготовки с увеличением давления, данная зависимость изображена на графике на рисунке 1.3 [12].

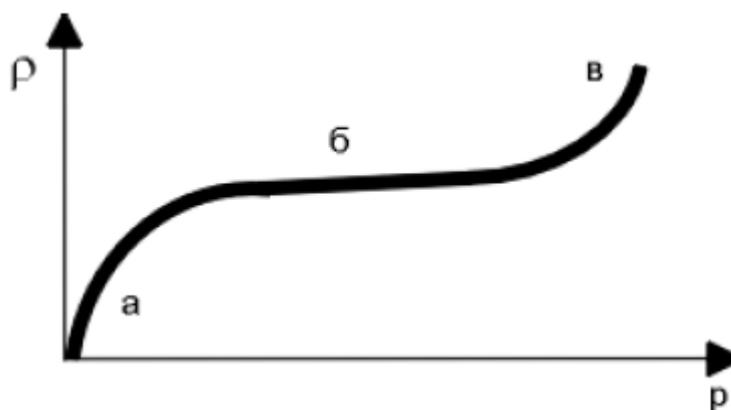


Рисунок 1.3 – Зависимость плотности изделия от давления прессования [12]

На участке (а) частицы укладываются в основном за счет их скольжения и контактов без деформации с разрушением арок и мостиков, которые образуются частицами. На участке (б) появляется упругая деформация (отталкивание). Участок (в) характеризуется хрупким разрушением или пластической деформацией. После извлечения заготовок из пресс-формы происходит их некоторое обратное расширение, за счет действия сил упругой деформации, из-за этого в дальнейшем иногда возрастает пористость изделия. Чтобы предотвратить такое явление, заготовки нужно подвергать выдержке при заданном давлении для ослабления напряжений. Также, чтобы уменьшить пористость полученного после спекания материала и снизить количество захватываемого заготовками воздуха применяют прессование при пониженном давлении или в вакууме [12].

1.2.3 Горячее прессование

Горячее прессование представляет из себя совмещенный процесс прессование и спекание. Данный процесс зависит от характеристик порошков и ряда других факторов, горячее прессование обычно осуществляется при температуре, составляющей 0,5-0,8 от температуры плавления формуемого материала, и при удельном давлении от единиц до десятков МПа [13].

Процесс горячего прессования можно условно разделить на три этапа, характеризующихся различными механизмами уплотнения.

На первой стадии происходит перегруппировка частиц в результате их взаимного перемешивания, при этом пластическая деформация в процессе уплотнения не является определяющей.

Вторая стадия характеризуется более медленным ростом плотности. Основным механизмом данной стадии – пластическая деформация, связанная с перемещением дислокаций и протекающая при напряжениях, превышающих предел текучести.

На третьей заключительной стадии плотность материала растет крайне медленно, при этом процесс уплотнения обусловлен так называемой "ползучестью под давлением" и вызван объемной диффузией атомов и вакансий [14].

Методы и технологические режимы горячего прессования. Технология получения изделия горячим прессованием состоит из следующей основной операции:

подготовка порошка;

подготовка пресс-формы;

загрузка в пресс-форму порошка и предварительное прессование;

горячее прессование;

Схемы установок для осуществления процесса горячего прессования весьма разнообразны. На рисунке 1.4 представлена в качестве примера схема установки и пресс-форма для горячего прессования [15].

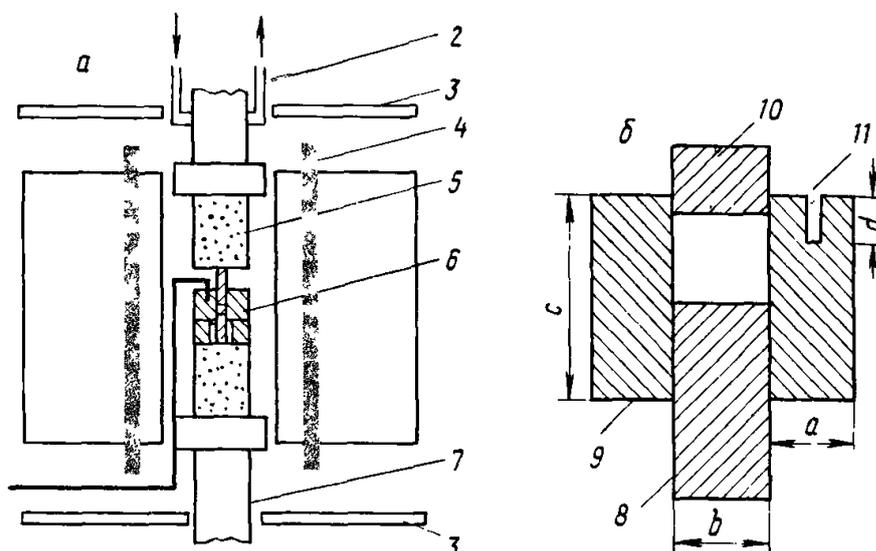


Рисунок 1.4. Схема установки (а) и прессформы для горячего прессования [15]: 1 – термопара; 2 – система водного охлаждения; 3 – металлическая теплоотражающая плита; 4 – нагревательный силитовый стержень; 5 – корундовый стержень для передачи давления; 6 – пресс-форма; 7 – подвижной пуансон; 8 – нижний пуансон; 9 – корпус пресс-формы; 10 – верхний пуансон; 11 – отверстие для термопары.

Установка состоит из печи и механизма прессования высокого давления. Печь имеет цилиндрическую форму и обогревается силитовыми стержнями.

Перед осуществлением горячего прессования прежде всего проводят, как правило, предварительное (атмосферное) прессование, а затем прессовки помещают в формы для горячего прессования. При горячем прессовании необходимо установить три основных параметра – максимальную температуру процесса, максимальное давление при максимальной температуре, продолжительность приложения максимального давления при максимальной температуре [15]. В этой же работе приведены различные схемы методов горячего прессования с вариацией рассматриваемых параметров.

Режимы горячего прессование следует выбирать с учетом размеров и формы изделия, которые могут влиять на схему напряженного состояние при деформировании, а также физико – химических и механических свойств исходных порошков.

1.3 Способы металлизации керамики

Металлизация неорганических диэлектриков применяется с целью придания поверхности деталей из этих материалов свойств металла: электропроводности, теплопроводности, способности к пайке.

В настоящее время существует не менее сотни составов металлизационных покрытий. Основными компонентами большинства покрытий являются тугоплавкие металлы - молибден или вольфрам. Они вводятся в состав покрытия в мелкодисперсном состоянии.

Другими компонентами металлизационных покрытий являются добавки различных веществ, в качестве которых применяются металлы (Fe, Mo и др.), оксиды (Al_2O_3 , Cr_2O_3 , TiO_2), карбиды и нитраты (TiC, TiN), силициды (MoSi, FeSi), бориды (MoB, Mo_2B_5), гидриды (TiH_2), стекла и другие соединения. Основное назначение внедряемых добавок состоит в том, чтобы в процессе вжигания металлизационного покрытия было достигнуто прочное металлокерамическое соединение основного компонента покрытия (Mo или W) с керамикой, а в процессе пайки были получены вакуум-плотные, механически прочные и термически стойкие металлокерамические спаи.

На практике чаще всего находит применение следующая схема металлизации керамики, включающая последующие операции [16]:

- Размола металлических порошков с введенными добавками;
- Приготовления металлизационных паст;
- Нанесения композиции на керамические детали;
- Вжигания металлизационного покрытия;

- Нанесения второго слоя металла на металлизационное покрытие – никелирование.

При применении такой технологической схемы металлизационный слой формируется после четвертой операции - вжигания. Нанесение второго слоя металла необходимо для улучшения смачивания поверхности металлизированной керамики припоями при пайке узлов. Многие припои плохо смачивают металлизационный слой, поскольку в нем имеется диэлектрическая фаза, которая может составлять до 30% в слое. В случае если припой хорошо смачивает поверхность металлизации, то никелирование не проводят.

Более простой является технология, согласно которой пайка керамики с металлами производится без предварительного вжигания в керамику металлизационного слоя [16]. В этом случае процесс металлизации состоит только из трёх технологических операций: размол порошков, приготовление пасты и нанесение покрытия. По этому способу прочные вакуумно-плотные и термостойкие спаи получаются при пайке медным припоем и некоторыми припоями на медной основе (Cu—Au, Cu—Ge). При пайке же серебряными припоями надежного спая получить не удастся. Существенный недостаток способа состоит в том, что невожженный слой недостаточно прочно удерживается на поверхности керамики и при сборке деталей в узел легко может быть нарушен.

Другим способом металлизации керамики, которая состоит из трех технологических операций, является металлизация полубожженной керамики [16], в которой операция вжигания металлизации совмещается с операцией завершающего обжига керамических деталей. С помощью этого способа получают плотно спеченные металлизационные слои, а прочность спаев на 25—30% выше прочности спаев, получаемых по общепринятой технологии. Основным недостатком данного способа, который препятствует широкому применению, является то, что существующая технология

изготовления керамики не обеспечивает постоянства усадок и, следовательно, геометрических размеров керамических деталей. Металлизированные данным способом детали практически не удается использовать в узлах с точными геометрическими размерами. При пайке же малогабаритных деталей (размером до 5—7 мм) применение этого способа может оказаться успешным.

Также на практике применяются методы плазменной металлизации к и металлизации растворами солей тугоплавких металлов[16]. При плазменной металлизации порошок тугоплавкого металла (обычно молибдена с добавками или без них) подается в пламя плазменной горелки и направленным потоком плазмы переносится на деталь. Кратковременное пребывание частиц порошка в факеле плазмы, имеющей температуру в несколько тысяч градусов, приводит к тому, что на поверхность керамики наносятся оплавленные частицы тугоплавкого металла. Таким образом создается металлизационный слой, прочность сцепления которого с керамикой обычно невелика. Керамика, металлизированная этим способом, дает возможность получать прочные и вакуумно-плотные спаи только при пайке медным припоем. Для получения же прочных и вакуумно-плотных спаев другими припоями необходима операция вжигания металлизации и нанесения на нее второго слоя металла.

Металлизация растворами солей тугоплавких металлов (например, раствором Li_2MoO_4) состоит в том, что на поверхность керамических деталей, подлежащих металлизации, наносится слой раствора соли, а затем деталь подвергается сушке и нагреву. При термической обработке происходит разложение соли, восстановление ее до металла и взаимодействие с керамикой. В результате этих процессов на поверхности керамики создается металлизационный слой толщиной от 5 до 15 мкм.

1.4 НТСС и ЛТСС

Одной из важных и самой энергозатратной технологической операцией является стадия обжига, при которой в керамических изделиях происходит ряд физико-химических преобразований, которые завершаются процессом спекания. При изготовлении многослойных керамических модулей и металлизации керамики стадия обжига может повторяться, что негативно сказывается на характеристиках изделий, а также ведет к увеличению ресурсных и энергозатрат. Для решения данных проблем был разработан совместный обжиг металлического слоя и керамики.

Совместный обжиг можно разделить на низкотемпературный (ЛТСС), и высокотемпературный (НТСС).

Высокотемпературные керамические пакеты (НТСС) обжигают при температуре примерно 1550-1850 °С, при этом в качестве слоя проводника используются тугоплавкие металлы, такие как: W, Mo и Pt.

Низкотемпературные керамические пакеты (ЛТСС) обжигают при температуре около 800-1000 °С, при этом в качестве проводников используют следующие металлы: Cu, Ag и Au.

Технология производства высокотемпературных керамических модулей НТСС является одной из современных и обеспечивает самую надежную герметизацию микроэлектронных изделий.

В качестве основного материала при производстве плат по технологии НТСС применяют сырой керамический лист: из Al_2O_3 , или AlN, а также других компонентов. Сначала получают керамическую массу, которую разбавляют органикой и замешивают в шликер. Из шликера льется керамическая лента. В сырых керамических листах выполняются переходные и выравнивающие отверстия и пустоты.

На керамическую ленту наносят металлизационную пасту, как правило с помощью трафаретной печати, также покрывают выводные отверстия,

которые наносятся вольфрамовой пастой на поверхность керамических листов с последующей сушкой и отверждением в печи.

Каждый керамический лист с нанесенным рисунком и металлизированными отверстиями совмещается и укладывается в стек. Проводят вырубку по габариту для отделения плат от общей массы и обработку поверхностей. Выполняют спекание керамики и вольфрамовой металлизации при температуре 1500–1850°C.

Для лучшего смачивания припоя перед пайкой все металлические и металлизированные поверхности покрывают никелем. Выводные рамки корпусов, коваровые ободки и теплоотводы к металлическим контактными площадкам припаивают при помощи серебро-медного эвтектического расплава (или чистым серебром) при температуре 800–1000°C. Все открытые металлические и металлизированные поверхности корпуса покрывают металлом (зачастую золотом с подслоем никеля) электролитическим или электролизным методом для защиты от воздействия окружающей среды.

Достоинства технологии НТСС[17]:

- малые допуски на размеры – благодаря малому КТР обеспечивается повышенная стабильность размеров корпусов;
- коэффициент теплового расширения (КТР) высокотемпературной керамики достаточно близок к КТР кремния, что позволяет монтировать кристаллы непосредственно на керамическое основание;
- достаточно высокие диэлектрические и тепловые характеристики корпусов;
- возможность изготовления многослойных герметичных керамических плат, т. к. высокотемпературная керамика имеет плотную структуру, а после спекания многослойные керамические модули становятся монолитными;
- крайне высокая твердость используемых керамических материалов.

Своё дальнейшее развитие многослойная керамика получила с внедрением технологии LTCC, когда керамику начали смешивать со специальными стеклами. Температура обжига керамики снизилась до 850°C, что привело к существенному упрощению производственного процесса. В настоящее время к технологии LTCC относят керамику, обжигаемую при температурах ниже 1000°C.

Процесс производства изделий из LTCC керамики начинается с создания керамической суспензии путём смешивания керамического порошка, органических связующих, растворителей и модифицирующих добавок. Из суспензии впоследствии формируется керамическая лента. Лента нарезается на листы необходимых размеров в соответствии с имеющимся оборудованием. Затем производится формирование переходных отверстий, заполнение переходных отверстий проводящей пастой и формирование топологии с помощью специальных проводящих и резистивных паст. Керамические листы совмещаются, ламинируются, разрезаются на отдельные элементы и обжигаются. Процесс термообработки керамики, как правило, состоит из этапа изостатического ламинирования при температурах 60-70 °C под давлением, этапа выжигания органики при температурах 450-500 °C в течение 2-2,5 часов, затем следует обжиг при температуре 850 °C в течение 10 минут.

Низкие температуры обжига позволяют использовать металлы с низким удельным сопротивлением (золото, серебро). Это является одним из ключевых преимуществ LTCC технологии, поскольку позволяет существенно снизить стоимость создания многослойной керамической структуры и улучшить характеристики. Использование серебра снижает электрическое сопротивление проводящих слоёв, а окислительная атмосфера (воздух) даёт возможность совместно применять оксидную керамику с высоким коэффициентом диэлектрической проницаемости.

Среди основных преимуществ и особенностей LTCC технологии отметим следующие[18]:

- Крайне хорошие электрические характеристики и стабильность до миллиметровых длин волн.
- Превосходная механическая стабильность и сохранение линейных размеров.
- КТР низкотемпературной керамики близок к КТР основных полупроводниковых материалов электроники (Si, GaAs, InP). Это позволяет монтировать полупроводниковые кристаллы непосредственно на основание платы.
- Отличная теплопроводность. Теплопроводность LTCC керамики составляет 2-4 Вт/мК, что гораздо выше, чем у печатных плат на основе органических материалов (0,1-0,5 Вт/мК).
- Герметичность и возможность высокотемпературной пайки.

1.5 Проблема создания прочного металлокерамического соединения

Успешное применение керамики во многих устройствах и конструкциях требует определенного типа соединения с металлом. Однако получение соединений высокой прочности между керамикой и металлами является сложной задачей. Свойства керамики, которые делают их привлекательными, могут создавать серьезные препятствия для совместного изготовления. Для получения адекватного качества связи часто требуются высокая температура и давление, а также использования связующих сред (стекольных композиций) с реактивными элементами. Однако даже успешное формирование промежуточного слоя не гарантирует механическую прочность соединения. Врожденные различия в физических свойствах между керамикой и металлом очень затрудняют поиск эффективного процесса соединения, который бы сохранял всестороннюю прочность и гибкость. Можно выделить два основных фактора, которые вызывают проблему

надежности соединения, такие как несоответствие коэффициента теплового расширения (КТР) и различие в характере связи металлокерамического слоя[19].

1.5.1 Проблема КТР

Металлокерамические соединения представляют собой важный класс компонентов из-за их применения в агрессивных средах. Как правило, металлокерамическое соединение создает поле остаточных напряжений, которое возникает в процессе термомеханического изготовления и связано с различием в КТР между керамикой и металлом. Остаточные напряжения оказывают существенное влияние на механическую стабильность поверхности раздела, так как они могут вызвать пластические деформации на металлической стороне и растрескивание в керамике, тем самым нарушая адгезию или даже вызывая разрушение соединения.

Тепловое напряжение может быть снято двумя различными методами. Один метод вводит металл с приблизительно таким же коэффициентом теплового расширения, что и у керамики, чтобы уменьшить величину создаваемого теплового напряжения, тогда как другой метод предусматривает снятие теплового напряжения с использованием пластичного металла, который легко развивает пластическую деформацию при тепловом напряжении. Эти два метода могут также использоваться в комбинации.

Чтобы преодолеть для уменьшения упомянутого выше остаточного напряжения, вызванного несоответствием коэффициента теплового расширения между соединяемыми материалами, можно использовать следующие методы[20]:

- Используя мягкие присадочные металлы, мягкий присадочные металлы имеют низкий предел текучести и могут снять остаточное напряжение.

- При использовании мягкого промежуточного слоя остаточное напряжение может быть уменьшено за счет упругой и пластической деформации промежуточного слоя, например, при использовании Al или Cu в качестве промежуточного слоя остаточное напряжение уменьшается.

- Использование твердых металлов, коэффициент теплового расширения которых близок к керамике в качестве промежуточного слоя. Использование твердых металлов, таких как W, Mo и др. в качестве промежуточного слоя, может снизить остаточное напряжение.

- Использование композитного промежуточного слоя, где композитные промежуточные слои часто представляют собой твердые металлы и мягкие металлы, например Cu / Mo-Cu / Nb, которые оказывают заметное влияние на уменьшение остаточного напряжения, сочетая достоинства этих двух видов металлов.

- Соединение при низкой температуре, когда соединение керамики с металлом при низкой температуре является хорошим для уменьшения деформации соединения и эффективного уменьшения остаточных напряжений.

- Дополнительная термическая обработка для снятия остаточных напряжений.

- Соответствующая конфигурация соединения может уменьшить степень концентрации напряжений и уменьшить остаточное напряжение.

1.5.2 Различие в характере связи

В соединениях керамики и металла свойства поверхностей раздела значительно влияют на механическую надежность соединений. Механизм образования связи на границе раздела определяет структуру слоя, которая сильно зависит от условий обработки, а также от материалов. Механизмы связывания могут быть классифицированы с точки зрения массопереноса через промежуточный слой. Когда есть только перенос заряда без переноса массы, связывание называется химическим связыванием. В некоторой

литературе это также называется физическим или адгезией. Когда происходит массовый перенос на границе раздела, такой как химическая реакция и диффузия, механизм связывания называется химической реакцией связывания[19,21].

Химические реакции на границе раздела приводят к образованию межфазных реакционных слоев, свойства которых отличаются как от керамики, так и от металла. Это может оказать благоприятное влияние на качество соединения путем увеличения начальной смачиваемости металла на керамических поверхностях, однако, толстые реакционные слои увеличивают объемные напряжения несоответствия и термические остаточные напряжения, которые ухудшают прочность соединения. Например, пайка - это метод соединения, включающий аномалии и зазоры, которые возникают на поверхностях работы, приводимой в состояние плотного сцепления посредством жидкой фазы. Также известно, что твердофазное соединение, включая хорошее сцепление, которое достигается за счет нагревания, повышения давления, искажения, которое происходит через рабочие поверхности, а также взаимозависимость естественной температуры. Он включает в себя резьбы с нормальным температурным натяжением, которые изготавливаются для создания полностью контактной границы раздела между этими материалами посредством источника энергии от источника, отличного от теплового, и для создания соединения на границе раздела вблизи его нормальной температуры.

Движущей силой химической реакции является химический потенциал атомных частиц. Во многих системах химическая реакция не ожидается, если рассматривать только взаимодействие металла с неметаллическими элементами керамики. Однако когда учитываются все возможные потенциалы реакции, может возникнуть чистая отрицательная свободная энергия, которая указывает на то, что химическая реакция является термодинамически выгодной. Равновесную термодинамику можно использовать для прогнозирования возможных реакций на границе раздела. Но когда в системе металл – керамика имеется более трех элементов,

предсказание всех возможных реакций на основе фазовой диаграммы практически невозможно. Кроме того, степень и возможность реакции ограничены кинетикой, данные по которой могут отсутствовать[19].

Реакционные фазы, такие как хрупкие интерметаллиды и твердые растворы, часто вызывают разрушение поверхности раздела при очень низком напряжении. Повышение температуры связывания и чрезмерное время обычно усиливают химические реакции и приводят к образованию толстого реакционного слоя, что может снизить прочность соединения. На границах раздела, где образуются плоские реакционные слои, толщина слоя часто оптимизируется путем контроля условий склеивания для предотвращения межфазного расслоения или хрупкого межфазного разрушения вдоль реакционного слоя[21].

1.6 Выводы

Алюмонитридная керамика обладает уникальным набором свойств. Ее широкое применение сдерживается рядом факторов, основным из них является отсутствие комплекта металлизационных паст для проведения металлизации.

ГЛАВА 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Цель и задачи

Цель работы: разработка состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамики.

Задачи:

1. Анализ имеющейся литературы по совместному вжиганию / спеканию металлизационных паст и керамики из нитрида алюминия;
2. Выбрать и обосновать состав металлизационной пасты;
3. Выбрать и обосновать режим термической обработки;
4. Анализ свойств полученных образцов

2.2 Методы исследования

2.2.1 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ (РФА) является одним из самых совершенных прямых методов изучения состава и структуры твердых кристаллических материалов. В основе данного метода лежит явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решетке анализируемого материала.

Основной задачей рентгенофазового анализа является идентификация различных кристаллических фаз в смеси на основе анализа дифракционной картины исследуемого образца. Наиболее часто применяемым практическим методом РФА является метод порошка, получивший широкое распространение в силу своей простоты и универсальности [22].

Для регистрации дифракционной картины применяется современная аппаратура – рентгеновские дифрактометры, которые позволяют проводить анализ образцов быстро и с большой точностью.

Рентгенограмма анализируемого образца представляет собой график зависимости интенсивности отраженных образцом рентгеновских лучей от угла их отражения. На рентгенограмме наблюдается ряд четких пиков

(рефлексов), если вещество кристаллическое, и размытые пики, если вещество аморфное.

В настоящее время для обработки рентгенографических данных разработано большое количество компьютерных программ. Они позволяют проводить идентификацию фаз путем сравнения рентгенограммы анализируемого образца с карточками из базы данных.

Рентгенофазовый анализ исходных материалов проводился на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD – 7000S, угол дифракции от 10 до 80 град, с $\text{CuK}\alpha 1$ катодом.



Рисунок 2.1 – Дифрактометр Shimadzu XRD – 7000

2.2.2 Растровая электронная микроскопия

Растровая электронная микроскопия (РЭМ). Принцип РЭМ заключается в сканировании поверхности исследуемого образца узкосфокусированным электронным пучком (зондом) и одновременном детектировании возникающих при этом излучений. Регистрируемые датчиками сигналы (вторичные и отраженные электроны, рентгеновское излучение и др.) несут большое количество информации для описания природы и свойств изучаемого объекта [23].

Простота подготовки образцов для исследования, высокая информативность, а также высокая степень автоматизации количественного анализа и обработки результатов измерений делают данный метод наиболее универсальным для исследования структуры материалов и топографии поверхности.

Для исследования морфологии и размеров частиц порошков, изучения структуры керамики на изломе, а также структуры металлизационных слоев был использован растровый (сканирующий) электронный микроскоп JEOL JSM-6000 Neoscope II.



Рисунок 2.2 – Сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-7500FA

Данный настольный микроскоп имеет диапазон увеличения от $\times 10$ до $\times 6000$ крат и способен работать в режимах высокого и низкого вакуума. Данная модель микроскопа оснащена детекторами вторичных и отраженных электронов, а также энергодисперсионным рентгеновским спектрометром (ЭДРС), для выполнения элементного микроанализа.

2.2.3 Определение удельной поверхности

Удельная поверхность порошка представляет собой сумму наружных поверхностей всех частиц, приходящихся на единицу его массы или объема. Для определения удельной поверхности наиболее часто используются методы, основанные на измерении газопроницаемости или адсорбционной способности порошка.

Для определения удельной поверхности использовался прибор ПСХ-4 (рис. 2.3) [24]. Кювета 1 предназначена для укладки в ней слоя испытуемого материала. Она представляет собой испытательную камеру, перегороденную на некоторой высоте диском с высверленными в нем отверстиями. Часть камеры, ограниченная диском и дном кюветы, с помощью штуцера 2 и резиновой трубки 3 присоединяется к жидкостному манометру 6. На

внешней поверхности кюветы нанесена миллиметровая шкала с нониусом для измерения толщины слоя материала.

Плунжер служит для уплотнения слоя материала в кювете.

Резиновая груша 8 с клапанами применяется для создания разрежения под слоем материала.

Стеклянный одноколенный манометр заполнен подкрашенной водой.

Он предназначен для определения давления воздуха под слоем испытуемого материала и позволяет проследить скорость изменения давления в нижней полости кюветы вследствие воздухопроницаемости слоя материала.

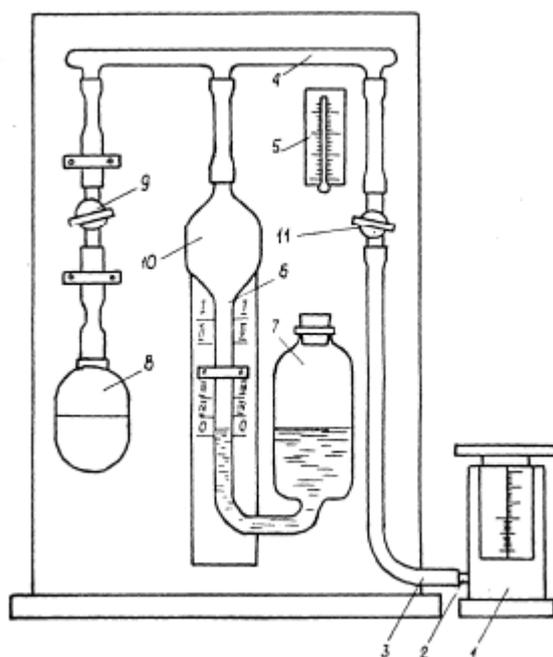


Рисунок 2.3 Схема прибора ПСХ-4[21]

Удельную поверхность $S_{уд}$, $см^2/г$, рассчитывают по формуле:

$$S_{уд} = K \cdot \frac{M \cdot \sqrt{\tau}}{g},$$

где K – постоянная прибора (значения K для нижней и верхней пар рисунок приводятся в паспорте прибора);

M – коэффициент, зависящий от толщины слоя испытываемого материала L и температуры воздуха при измерении (значения M справочные данные);

τ – время, в течение которого мениск жидкости опускается между соответствующими рисками;

g – навеска испытываемого порошка, г.

Сделав допущение о сферической форме частиц порошка, можно рассчитать их средний диаметр по формуле:

$$D = \frac{6}{S_{уд} \cdot \rho}, \text{ где } \rho \text{ – удельный вес материала порошка;}$$

$S_{уд}$ – удельная поверхность материала порошка.

2.2.4 Определение реологических свойств паст

Важную роль в обеспечении характеристик трафаретной печати играют реологические свойства паст.

Одним из важнейших технологических свойств металлизационной пасты является вязкость. Вязкость — это сопротивление ньютоновскому течению.

Сущность контроля вязкости паст заключается в измерении диаметра пятна, образующегося из навески пасты при воздействии груза массой (250 ± 1) г.

Взвешивают навеску пасты массой $(0,15 \pm 0,01)$ г на чистой предварительно промытой изопропиловым спиртом или ацетоном стеклянной пластине размером $(60 \times 60) \pm 5$ мм, расположив пасту в центре пластины. При этом паста должна занимать минимальную площадь и не должна быть размазана по пластине.

Накрывают навеску пасты вторым чистым стеклом, в центре которого эпоксидной смолой приклеен груз массой (250 ± 1) г. Навеску пасты выдерживают в таком состоянии в течение 15 мин.

Измеряют диаметр пятна с помощью линейки. За величину условной вязкости принимают среднеарифметическую трех измерений диаметра пятна. Определение вязкости проводят на пасте, выдержанной в течение 2ч. при температуре окружающего воздуха (20...22)°С.

2.2.5 Определение проводимости металлизации

Контроль удельного поверхностного сопротивления пленки необходим для того чтобы определить насколько эффективно паста проводит электрический ток. Для того, чтобы определить электропроводимость пасты, нужно определить удельное поверхностное сопротивление пленки, и взять величину обратную ей.

Для измерения удельного поверхностного сопротивления используются:

- Цифровой мультиметр;
- Индикатор многооборотный;

Определение удельного поверхностного сопротивления проходит в несколько этапов. Для начала измеряют толщину проводника шириной 0,5 мм с помощью индикатора 1МИГ на каждой из двух линий пяти контрольных образцов и рассчитывают среднее значение из десяти измерений. Далее измеряют сопротивление на каждом из двух проводников шириной 0,5мм на каждом из 5 контрольных образцов. Затем полученное значение сопротивления делят на 100 и рассчитывают среднее значение из 10 измерений.

В конечном итоге необходимо рассчитать значение удельного поверхностного сопротивления, приведенное к значению толщины проводника, равному 15 мкм по формуле:

$$R = \frac{R_1 \cdot D_1}{15},$$

где R – удельное поверхностное сопротивление, приведенное к 15 мкм, мОм/квadrat;

R_1 – фактическое среднее значение сопротивления, мОм/квadrat;

D_1 – фактическая средняя толщина проводника, мкм.

Полученное значение удельного поверхностного сопротивления берем в обратном эквиваленте и определяем величину электропроводимости металлизации.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
4ГМ82	Кутищеву Алексею Сергеевичу

Школа	ИШНПТ	Отделение школы (НОЦ)	Научно-образовательный центр Н.М.Кижнера
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Химическая технология 18.04.01

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

<i>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	Бюджет проекта - не более 266 тыс. руб., в т.ч. затраты на оплату труда – 120 тыс. руб.
<i>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	Расчетные величины материалов, сырья и оборудования научно-технического проекта. Значение показателя интегральной ресурсоэффективности - не менее 3,6 баллов из 5,0. Значение показателя сравнительной эффективности вариантов исполнения не менее 1 балла.
<i>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	Дополнительная заработная плата 10%, районный коэффициент 1,3, коэффициент отчислений во внебюджетные фонды 27,1%, накладные расходы 16%.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	Доступность исходного сырья, экологичность, теплоизоляционные свойства, прочность, энергоэффективность.
<i>2. Разработка устава научно-технического проекта</i>	Разработать состав металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой.
<i>3. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	Планирование структуры работ, их трудоемкость, разработка графика проведения исследования, расчет бюджета исследования: затраты на сырье, оборудование, заработную плату, отчисления во внебюджетные фонды и накладные расходы
<i>4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	Расчет интегрального показателя эффективности: определение финансовой эффективности и ресурсоэффективности; сравнение эффективности разработки с аналогами

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. «Портрет» потребителя результатов НИИ
2. Сегментирование рынка
3. Оценка конкурентоспособности технических решений
4. Матрица SWOT
5. График проведения и бюджет НИИ
6. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИИ
7. Потенциальные риски

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Спицына Любовь Юрьевна	к.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ82	Кутищев Алексей Сергеевич		

ГЛАВА 4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

Введение

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

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

- провести анализ и исследования рынка покупателей;
- рассмотреть и исследовать разработки конкурентных решений;
- провести QuaD-анализ;
- провести SWOT-анализ;
- провести планирование НИР;
- рассчитать материальные затраты на изготовление.
- определить ресурсную (ресурсосберегающую), финансовую и экономическую эффективность исследования.

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа существующей конкуренции необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

Основным продуктом, получаемым в ходе научно-исследовательской работы является металлизированные керамические изделия и металлокерамические модули.

Металлокерамические изделия используются в приборостроении и электронике.

Главные сферы применения металлизированных керамических изделий на основе нитрида алюминия:

- Производство многослойных микросхем;

- Производство солнечных элементов;
- Производство светодиодов;
- Производство электровакуумных приборов.

Основные потенциальные потребители результатов исследования:

- ЗАО «НЭВЗ-КЕРАМИКС», г. Новосибирск – производство керамических подложек и корпусов микросхем;
- ОАО «НИИПП», г. Томск – производство светодиодов;
- АО "НПП "Исток" им. Шокина", г. Фрязино – производство электровакуумных приборов.

Сегментировать рынок производства керамической подложки можно по следующим критериям: размер компании-заказчика, вид изделия табл. 4.1.

Таблица 4.1 – Карта сегментирования рынка по виду применения материала

		Материал подложки		
		BeO	Al ₂ O ₃	AlN
Область применения	многослойные микросхемы	+	+	-
	светодиоды	+	+	-
	электровакуумные приборы	+	-	+

Как видно из приведенной карты сегментирования, уровень конкуренции изделий из нитрида алюминия имеет низкие показатели в области применения светодиодной осветительной техники и производстве микросхем из AlN..

Необходимо сосредоточиться на области применения многослойных микросхем с использованием AlN, т.к. он является единственным техническим материалом, который сочетает крайне высокую теплопроводность и отличные изоляционные свойства и именно этот сегмент не занят на нише рынка.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

Металлокерамические модули должны обладать хорошей теплопроводностью, т.е. переносить тепло быстро ко всем остальным частям предмета, низким коэффициентом теплового расширения, чтоб при нагревании до высоких температур не увеличивалась подложка в размерах. Хорошими

диэлектрическими свойствами, которые показывают, насколько хорошим изолятором являются подложки. Толщина пленки должна быть большой, чтоб тратить меньше сырья на создание пленок, из которых набирается подложка. Пленка должна быть гибкой (эластичной), чтоб не рвалась и не ломалась при использовании. Поверхность должна быть качественной (без пор, без пузырьков, трещин), т.к. это снижает теплопроводность и изоляцию.

В табл.4.2 представлена Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок). В ней используются следующие критерии:

- Термическая стойкость — свойство материалов противостоять, не разрушаясь, напряжениям, вызванным изменением температуры.
- Теплопроводность — способность материальных тел к переносу энергии (теплообмену) от более нагретых частей тела к менее нагретым частям тела.
- Удельное электрическое сопротивление — способность вещества препятствовать прохождению электрического тока.
- Твёрдость — свойство материала сопротивляться внедрению более твёрдого тела.
- Коэффициент теплового расширения — способность материала изменять свой объем с ростом температуры.
- Прочность на изгиб — способность материала противостоять деформациям.
- Изоляция — способность препятствовать прохождению электрического тока.
- Качество поверхности — внешний вид поверхности.
- Плотность — объем пустот находящихся между частицами.
- Механическая и химическая стойкость, стойкость при высоких температурах — свойство элементов и материалов выполнять свои функции и сохранять свои параметры в пределах установленных норм.

Таблица 4.2 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность			Ранг
		Бф	Бк1	Бк2	Бф	Бк1	Бк2	
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Химические критерии оценки ресурсоэффективности								
1 Термическая стойкость	0,11	8	8	8	0,84	0,84	0,84	1
2 Высокая теплопроводность	0,10	10	10	10	0,99	0,99	0,99	2
3 Удельное электрическое сопротивление	0,06	7	6	7	0,45	0,39	0,45	8
4 Твердость	0,08	8	7	7	0,62	0,55	0,55	6
5 Коэффициент теплового расширения	0,03	9	8	8	0,26	0,23	0,23	14
6 Прочность на изгиб	0,04	10	9	9	0,35	0,32	0,32	13
7 Хорошая изоляция	0,06	8	8	8	0,47	0,47	0,47	9
8 Качество поверхности	0,05	9	9	8	0,42	0,42	0,37	11
9 Плотность	0,04	4	3	4	0,16	0,12	0,16	12
10 Механическая и химическая стойкость, стойкость при высоких температурах	0,07	8	9	10	0,54	0,63	0,70	7
Экономические критерии оценки эффективности								
1 Уровень проникновения на рынок	0,02	8	7	6	0,19	0,16	0,14	15
2 Цена	0,02	8	7	6	0,14	0,12	0,11	16
3 Предполагаемый срок эксплуатации	0,09	3	3	3	0,26	0,26	0,26	4
4 Наличие сертификации разработки	0,09	10	10	10	0,94	0,94	0,94	3
Итого	1,00				6,64	6,44	6,53	

Б_ф – металлокерамические изделия из AlN;

Б_{к1} – металлокерамические изделия из BeO;

Б_{к2} – металлокерамические изделия из Al₂O₃.

В результате анализа, можно сделать вывод, что изготавливать изделия из AlN можно, т.к. они имеют преимущество по сравнению с другими материалами в данной работе.

4.1.3 SWOT-анализ

Базовым рынком сбыта продукции является рынок Российской Федерации. SWOT-анализ используют для исследования внешней и внутренней среды проекта. SWOT-анализ представлен в табл.4.3.

Таблица 4.3 – SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта:	Слабые стороны научно-исследовательского проекта:
	1. Безотходное производство 2. Высокая термическая стойкость; 3. Хорошая гибкость 4. Высокая теплопроводность	1. Высокие требования к продукту 2. Использование импортного сырья
Возможности: 1. Использование нетоксичного электротехнического фарфора 2. Инновационные достижения в области керамики (НИОКР) 3. Появление дополнительного спроса на улучшенный продукт 4. Использование нанопорошков металлов в металлизации	Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и возможности» 1. Применение в сложных деталях, тем самым расширение области применения 2. Подбор состава для улучшения свойств и качества продукта 3. Добавить в состав металлизации нано-частицы, для увеличения прочности	Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и возможности» 1. Расширить область применения за счет экологичности и улучшения качества по сравнению с другими нитридами 2. Анализ слабых сторон конкурентов и сосредоточение на этих свойствах в своем продукте
Угрозы: 1. Высокая стоимость	Результаты анализа интерактивной матрицы	Результаты анализа интерактивной

оборудования (замена, ремонт)	проекта полей «Сильные стороны и угрозы»	матрицы проекта полей «Слабые стороны и угрозы»
2. Производители с более развитыми технологиями	1. Совершенствование методики и состава подложки, в соответствии с конкурентными преимуществами	1. Разработать более качественный продукт
3. Потеря поставщиков	2. Переход на отечественное сырье	2. участие в грантах и конкурсах
4. Изменение валютных курсов	3. Создание собственного оборудования для производства пленок	3. Поддержка инвесторами
5. Сложность продвижения		
6. Поступление на рынок альтернативных товаров		

В результате выполнения SWOT-анализа можно сделать вывод о том, что продукт имеет преимущества перед конкурентами при выходе на рынок: безотходное производство, обладает высокой термической стойкостью, высокой прочностью, высокой теплопроводностью, достаточной экономичностью. Несмотря на преимущества, есть и слабые стороны продукта: высокие требования к продукту, малый рынок сбыта из-за конкуренции с большими зарубежными фирмами, использование импортного сырья, малый круг потребителей. Для улучшения и устранения слабых сторон необходимо: усовершенствовать свойства продукта, улучшить состав или заменить импортные компоненты отечественным сырьем.

4.1.3 Диаграмма Исикавы

Для выявления различных причинно-следственных связей был использован метод диаграмм Исикавы.

Диаграмма Исикавы — это способ позволяет графически изображать исследования и определения, с помощью которых можно выразить взаимосвязей между факторами и последствиями какого-нибудь проекта, ситуации, проблемы. С помощью данной диаграммы были рассмотрены все факторы данной работы.

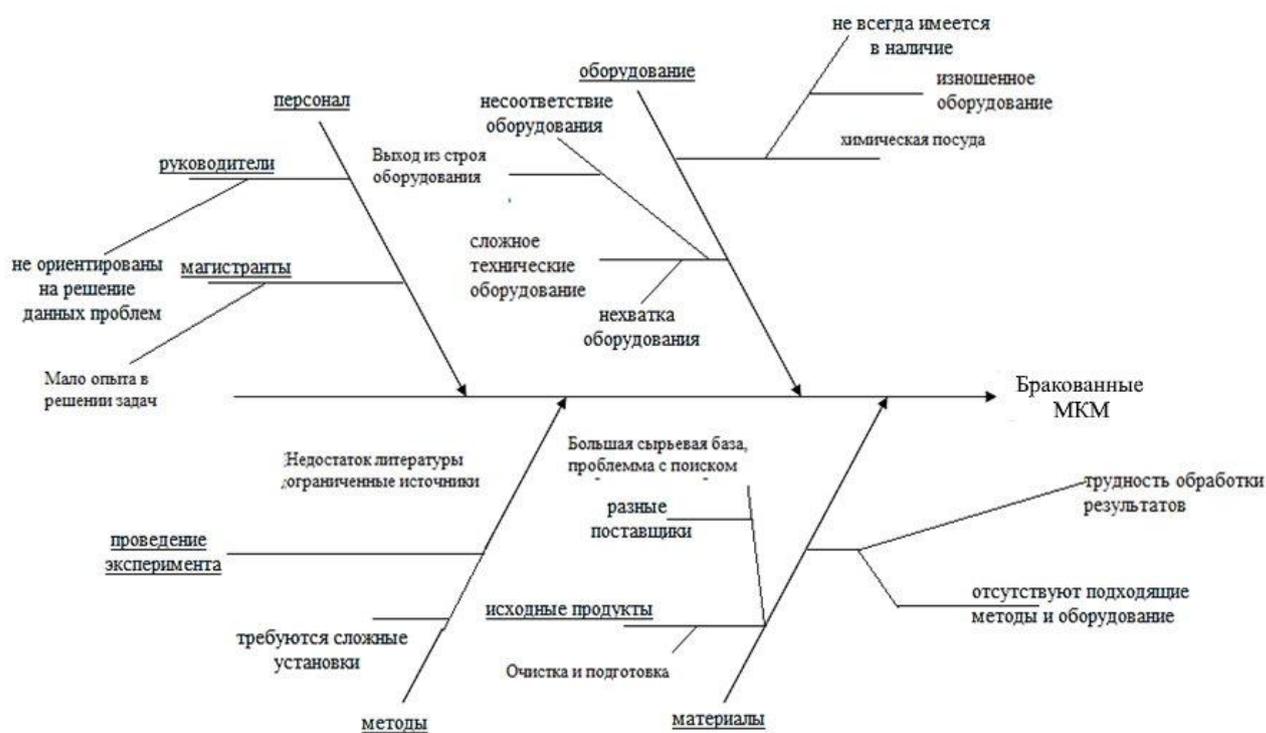


Рисунок 4.1 – Диаграмма Исикавы

4.2 Инициация проекта

4.2.1 Цели и результат проекта

Информация по заинтересованным сторонам проекта представлена в таблице 4.4. Цели и результаты проекта представлены в таблице 4.9.

Таблица 4.4 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Научный руководитель	Получение состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой
Магистрант	

Таблица 4.5 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Разработка состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой
Ожидаемые результаты проекта:	Получение состава металлизационной пасты на основе порошков вольфрама для совместного вжигания с алюмонитридной керамикой
Критерии приемки результата проекта:	Соответствие свойств прототипа материала указанным требованиям

Требования к результату:

Температура обжига 1650 °С
Теплопроводность не менее 180 Вт/м·К
Получение плотной структуры металлокерамического спая
Низкое удельное поверхностное сопротивление слоя металлизации

4.2.2 Организационная структура проекта

В этом разделе необходимо рассмотреть рабочую группу данного проекта, роль каждого участника в данном проекте, а также функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в данном научно-исследовательском проекте.

Таблица 4.6 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1.	Дитц А.А., доцент НОЦ Н.М. Кижнера	Руководитель проекта	Координирует деятельность участников проекта; постановка целей и задач; контроль сроков выполнения научных работ по проекту	77
2.	Кутищев А.С., магистрант	Исполнитель проекта	Выполнение научного проекта	390

Трудозатраты были рассчитаны на основании следующих данных: проект выполняется 3 месяца, руководитель проекта принимает участие 2 раза в неделю на протяжении 3 часов, исполнители работают в среднем 5 дней в неделю по 6 часов.

4.2.3 Ограничения и допущения проекта

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а также «границы

проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованных в рамках проекта.

Ограничения и факторы можно рассмотреть в таблице 4.11

Таблица 4.7 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
Бюджет проекта	266 000 р
Источник финансирования НИ ТПУ	НИ ТПУ
Сроки проекта	20.09.2019 – 5.06.2020
Дата утверждения плана управления проектом	05.09.2019
Дата завершения проекта	7.06.2020
Прочие ограничения и допущения*	Время использования оборудования.

4.3 Планирование научно-исследовательских работ

4.3.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса научно-исследовательских работ осуществляется в порядке:

- определение структуры работ в рамках ВКР;
- определение количества исполнителей для каждой из работ;
- установление примерного времени продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Выполнение данной ВКР не требует большого количества участников. В рабочую группу входит научный руководитель и студент.

Порядок этапов работ и распределение исполнителей для данной научно-исследовательской работы, приведен в табл. 4.8.

Таблица 4.8 – Порядок этапов работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя

Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель, Инженер
Выбор направления Исследований	2	Выбор направления Исследований	Руководитель, Инженер
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер
	4	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, Инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Руководитель Инженер
	6	Проведение экспериментов	Инженер
	7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиям	Руководитель, Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка полученных результатов	Руководитель, Инженер
	9	Определение целесообразности проведения ВКР	Руководитель, Инженер
Проведение ВКР			
Разработка технической документации и проектирование	10	Разработка технологии	Руководитель, Инженер
Изготовление и испытание опытного	11	Получение опытных образцов	Инженер
	12	Лабораторные испытания	Руководитель,

образца		опытных образцов	Инженер
Оформление комплекта документации по ВКР	13	Составление пояснительной записки	Инженер

4.3.2 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.

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

$$t_{ож i} = \frac{3t_{min i} + 2t_{max i}}{5}, \quad (4.1)$$

где $t_{ож i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.;

t_{min} – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.;

t_{max} – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости, рассчитывается продолжительность каждой работы в рабочих днях:

$$T_{pi} = \frac{t_{ож i}}{Ч_i}, \quad (4.2)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дней;

$t_{ож i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, чел-дни;

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.3.3 Разработка графика проведения научного исследования

Для перевода длительности каждого этапа из рабочих в календарные дни, необходимо воспользоваться формулой (4.3):

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{кал}, \quad (4.3)$$

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:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (4.4)$$

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 2017 году 365 календарных дней, из них выходных/праздничных 118 и рабочих 247 дней. Тогда коэффициент календарности равен:

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365 - 118} = 1,48.$$

В таблице 4.9 представлены временные показатели проведения научно - исследовательской работы.

Таблица 4.9 – Временные показатели проведения научного исследования

Название Работ	Трудоемкость работ			Исполнитель	T_{pi} раб.дн.	T_{ki} кал.дн.
	t_{min} , чел- дни	t_{max} , чел- дни	$t_{\text{ож}}$, чел- дни			
Составление и утверждение технического задания	1	2	1,4	Р	0,7	1
	1	2	1,4	И	0,7	1
Выбор направления исследований	1	2	1,4	Р	0,7	1
	1	2	1,4	И	0,7	1
Подбор и изучение материалов по теме	16	22	18,4	И	9,2	14
Календарное планирование работ по теме	1	2	1,4	Р	0,7	1
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиям	3	4	3,4	И	1,7	3

Проведение теоретических расчетов и обоснований	20	22	20,8	И	10,4	15
Проведение экспериментов	21	23	21,8	И	10,9	16
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиям	3	4	3,4	И	1,7	3
Оценка полученных результатов	1	2	1,4	Р	0,7	1
	4	7	5,2	И	2,6	4
Определение целесообразности проведения ВКР	2	3	2,4	Р	1,2	2
	3	4	2,8	И	1,4	2
Разработка технологии	2	4	2,8	Р	1,4	2
	2	4	2,8	И	1,4	2
Получение опытных образцов	9	11	9,8	И	4,9	7
Лабораторные испытания опытных образцов	17	20	18,2	И	9,1	13
Составление пояснительной записки	20	25	22	И	11	16
Итого				Р	5	8
				И	66	98

Р – руководитель; И – Инженер.

На основе таблицы 4.9 был построен календарный план-график таблица 4.10 в виде диаграммы Ганта.

Таблица 4.10 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работы	Т _{кд} , Дней		Продолжительность выполнения работ									
	Р	И	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
Составление и утверждение технического задания	1	1	■									
Выбор направления Исследований	1	1	■									
Подбор и изучение материалов по теме	-	14	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Календарное планирование работ по теме	1	3		■	■	■						
Проведение теоретических расчетов и обоснований	-	15			■	■	■	■	■	■	■	■
Проведение экспериментов	-	16				■	■	■	■	■	■	■

4.3.4. Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

4.3.4.1 Расчет материальных затрат НТИ

Результаты расчета затрат на сырье в процессе проведения НИР представлены в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Затраты на материалы

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед. руб.	Затраты на материалы Z_m , руб.
Порошок вольфрама	кг	0,70	7800	5460,00
AlN порошок	кг	1,25	2750	3437,50
Этиловый спирт	л	5,00	100	500,00
Терпинеол	л	0,30	7000	2100,00
Итого				11497,50

4.3.4.2 Расчет затрат на оборудование для научно 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. Все оборудование имеется в наличии.

Амортизация оборудования рассчитывается по формуле (4.5):

$$A = \frac{C_n \cdot H_a \cdot n}{100 \cdot k}, \quad (4.5)$$

где C_n – первоначальная стоимость оборудования;

H_a – норма амортизации, %;

n – количество дней использования оборудования;

k – количество рабочих дней в году.

Таблица 4.12 – Расчет затрат на оборудование

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Срок службы оборудования, Год	Время использования, дней	N_a , %	Цена оборудования, руб.	Амортизация
1	2	3	4	5	6	7	8
1	РЭМ- установка JCM-6000	1	13	7	12	180000	681
2	РФА- установка ДРОН-3М	1	17	2	12	180000	195
3	Печь камерная	1	15	3	12	3000000	4865
4	Шаровая мельница лабораторная	1	12	8	12	100000	502
6	Весы аналитические Веста В153	1	12	12	-	15000	-
ИТОГО: 21243,00							
Затраты электроэнергии: 2001,00							
Итого по статье: 23244,00							

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле 4.6.

$$Z_э = N \cdot t \cdot P, \quad (4.6)$$

где N – мощность электроприбора, кВт;

t – время использования оборудования, час;

P – стоимость электроэнергии, 5,8 руб./кВт.

Расчет затрат на электроэнергию представлен в табл.4.13.

Таблица 4.13 – Расчет затрат на электроэнергию

Наименование оборудования	N , кВт/ч	t , ч	Затраты, руб.
РЭМ- установка JCM-6000	3,00	16	278,40
РФА- установка ДРОН-3М	3,50	8	162,40
Печь камерная	5,50	14	446,60
Шаровая мельница лабораторная	3,00	48	835,20
Весы аналитические Веста В153	0,50	96	278,40
Итого:			2001,00

4.3.4.3. Основная заработная плата исполнителей темы

Оклад руководителя от ТПУ (доцента, к.т.н) составляет 33664 рубля (без учета районного коэффициента). Оклад инженера составляет 9489 руб. (без учета районного коэффициента), (принято на основе данных с окладов профессорско-преподавательского состава и дипломников-студентов).

Статья включает основную заработную плату и дополнительную заработную плату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.7)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата;

$Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата (10 – 20 % от $Z_{осн}$).

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

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (4.8)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб;

$Z_{осн}$ – основная заработная плата одного работника;

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно – техническим работником, раб. дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле 4.9:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (4.9)$$

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,

при отпуске в 48 раб.дней $M = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

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

В таблице 4.14 приведен баланс рабочего времени каждого работника НТИ.

Таблица 4.14 – Баланс рабочего времени за 2017

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней:	44	48
(выходные дни/ праздничные дни)	14	14
Потери рабочего времени:		
отпуск	56	28
невыходы по болезни	2	2
Действительный годовой фонд рабочего Времени	249	273

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{окл} \cdot k_p, \quad (4.10)$$

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Расчёт основной заработной платы приведён в табл.4.15.

Таблица 4.15 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{окл}$, руб.	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	33664	1,3	65644,8	2741,8	16	43868,8
Инженер	26300	1,3	51285,0	2104,0	44	92576,0
Итого $Z_{осн}$ 136444,8						

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле (4.11):

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}}, \quad (4.11)$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,10 – 0,15).

Общая заработная исполнителей работы представлена в таблице 4.16.

Таблица 4.16 - Общая заработная плата исполнителей

Исполнители	$Z_{\text{осн}}$, руб.	$Z_{\text{доп}}$, руб.	$Z_{\text{зп}}$, руб.
Руководитель	43868,8	4386,9	48255,7
Инженер	92576,0	9257,6	101833,6

4.3.4.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Величина отчислений во внебюджетные фонды рассчитывается по следующей формуле (4.12):

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \quad (4.12)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды, 27,1%.

В табл.4.17 представлены отчисления во внебюджетные фонды.

Таблица 4.17 –Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель проекта	43868,8	4386,9
Инженер	92576,0	9257,6
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,271	0,271
Итого: 40674,2		

4.3.4.5. Накладные расходы

Накладные расходы включают в себя следующие расходы: печать ксерокопирование материалов исследования, размножение материалов и т.д.

Величина накладных расходов определяется по формуле (4.13):

$$Z_{\text{накл}} = (\text{сумма статей } 1 \div 4) \cdot k_{\text{нр}}, \quad (4.13)$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы (16%).

Величину коэффициента накладных расходов $k_{\text{нр}}$, допускается взять в размере 16%. Таким образом, накладные расходы на данные НИТ составляют: $Z_{\text{накл}} = 0,16 \cdot (15068,87 + 60867 + 136444,8 + 40674,2) = 40488,78$

4.3.4.6. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Расчет бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 4.18.

Таблица 4.18–Расчет бюджета затрат НИТ

Наименование статьи	Сумма, руб.		Примечание
	Руководитель	Инженер	
1. Материальные затраты НИТ	11497,50		Табл.4.11
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	23244,00		Табл.4.12
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	43868,8	92576,0	Табл. 4.16
4. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	4386,9	9257,6	Табл. 4.16
5. Отчисления во внебюджетные Фонды	40674,2		Табл.4.17

6. Накладные расходы	40488,78	16 % от суммы ст. 1-5
7. Бюджет затрат НИИ	265993,78	Сумма ст. 1-6

Как видно из таблицы 4.14 основные затраты НИИ приходятся на основную заработную плату исполнителей темы.

4.4 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Для определения эффективности необходимо сравнить текущий проект с различными его исполнениями. Исп. 2, Исп. 3 – технологии изготовления металлокерамических изделий из оксида алюминия и оксида бериллия соответственно с последующей вольфрамовой металлизацией. Различное исполнение идет с использованием различного сырья и реализовывалось на предприятиях ЗАО «НЭВЗ-КЕРАМИКС» и НПП "Исток" соответственно. Текущий проект ориентирован на совместно спекаемую алюмонитридную керамику и вольфрамовую металлизацию.

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

Интегральный финансовый показатель разработки рассчитывается как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (4.14)$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения.

$\Phi_{\text{текущ.проект}} = 265993,78$ руб, $\Phi_{\text{исп.1}} = 280000$ руб, $\Phi_{\text{исп.2}} = 290000$ руб.

$$I_{\text{финр}}^{\text{тек.пр.}} = \frac{265993,78}{290000} = 0,92;$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп1}} = \frac{280000}{290000} = 0,97;$$

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп2}} = \frac{290000}{290000} = 1.$$

Интегральный показатель ресурс эффективности рассчитывается как:

$$I_{pi} = \sum (a_i \cdot b_i), \quad (4.15)$$

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 4.15.

Таблица 4.15 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий Проект	Исп.2	Исп.3
1.Сложность технологии	0,3	5	4	4
2. Диэлектрические свойства	0,25	5	5	5
3. Теплофизические свойства	0,1	5	4	5
4.Коэффициент теплового расширения	0,1	4	4	4
5.Способность к металлизации	0,15	4	4	4
6.Материалоемкость	0,1	5	4	5
Итого	1,00			

Подложки должны обладать хорошим теплоотводом, отвод тепла от нагревательных элементов (теплофизические свойства), низким коэффициентом теплового расширения, чтоб при нагревании до высоких температур не увеличивалось в размерах. Хорошими диэлектрическими свойствами, которые показывают, насколько хорошим изолятором являются

подложки. Сложность технологии, не каждая компания способна изготовить подложки.

$$I_{рт.пр.} = 0,3 \cdot 5 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 = 4,9;$$

$$I_{р\text{исп.}1} = 0,3 \cdot 4 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 4 + 0,1 \cdot 4 = 4,25;$$

$$I_{р\text{исп.}2} = 0,3 \cdot 4 + 0,25 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,15 \cdot 4 + 0,1 \cdot 5 = 4,45;$$

Сравнительная оценка характеристик вариантов объекта представлена в таблице 4.16.

Таблица 4.16 - Сравнительная эффективность разработки

Показатели	Текущий проект	Исп.1	Исп.2
Интегральный финансовый показатель разработки $I_{финр}$	0,92	0,97	1
Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки I_p	4,9	4,25	3,45
Интегральный показатель эффективности I	5,326	4,381	3,45
Сравнительная эффективность вариантов Исполнения	1,083	1,025	1,000

В ходе определения эффективности исследования наш проект является более эффективным по сравнению с конкурентами.

Заключение по разделу

В ходе полной оценки стоимости проведения научного исследования был сформирован его бюджет. Все имевшееся на момент начала проведения исследования химическое сырье было принято, как вновь купленное по текущим ценам. Для имевшегося оборудования рассчитана амортизация, оборудование стоимостью меньше 100000 руб. считалось приобретенным.

Общий бюджет НТИ составил 265993,78 руб.

С точки зрения ресурсоэффективности, данный проект является перспективным и конкурентоспособным по сравнению с существующими

технологиями, так как в отличие от аналогов в проекте предусмотрены меньшие затраты на себестоимость будущей продукции за счет использования местных недорогих сырьевых материалов и более совершенной технологии.

Список публикаций

1. Кутищев А.С. Состав металлизационной пасты для металлизации фарфора // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XIX Международной научно-практической конференции имени профессора Л.П. Кулёва студентов и молодых ученых (г. Томск, 21-24 мая 2018 г.) / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2018. –[С. 89-90].

2. Кутищев А. С. Состав пасты для металлизации фарфора / А. С. Кутищев, А. А. Дитц // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2018): сборник научных трудов VII Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 26–30 ноября 2018 г. — Томск : Изд-во ТПУ, 2018. — [С. 82-83].

Приложение А

Раздел 2

Литературный обзор Методы исследования

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4ГМ82	Кутищев Алексей Сергеевич		

Консультант отделения (НОЦ) школы _____ (аббревиатура кафедры) _____ :

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата

Консультант – лингвист отделения (НОЦ) школы _____ ОИЯ ШБИП _____ :

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Токмашев Денис Михайлович	к.ф.н.		

CHAPTER 1. LITERATURE REVIEW

1.1 Aluminum nitride

Aluminum nitride (AlN) is a powdery white material or watery-white transparent crystals of a hexagonal crystal structure that is analogous to the zinc sulfide structure known as wurzite.

Aluminum nitride is a ceramic material that has high thermal conductivity and good insulation properties. These properties are due to the widespread use of aluminum nitride in power engineering and microelectronics.

1.1.1 Physical properties

Aluminum nitride is a material that has covalent bonds and has a hexagonal crystal structure, shown in figure 1.1, which is an analog of the structure of zinc sulfide. The spatial symmetry group for this structure – P63mc.

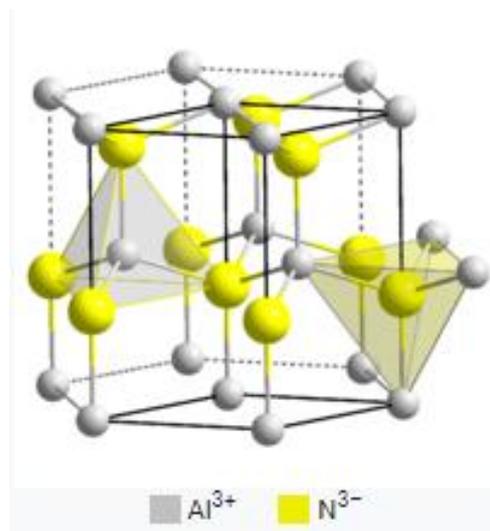


Figure 1.1 – Crystal structure of aluminum nitride [2]

Powdered aluminum nitride is usually white in color, single crystals are watery white and transparent. Pure aluminum nitride has a density of 3.26 g / cm^3 .

The melting point of AlN is in the range from 2000 to 2500°C, which is due to the decomposition of aluminum nitride into components before reaching the melting point [3].

The Mohs mineralogical scale hardness ranges from 5 to 10 units and the Knoop hardness (microhardness at 100g load) averages about 1200 kg/mm².

The band gap width AlN is equal to $\Delta E=4.26$ eV. This temperature dependence of electrical resistance is typical for semiconductors and dielectrics.

Aluminum nitride has an extremely high thermal conductivity from 160 to 260 W/m * K, which is comparable to beryllium ceramics, and a fairly low coefficient of thermal expansion of $4.5 \cdot 10^{-6}$ °C⁻¹ in the range of 100 – 500 °C, which is similar to quartz crystals and glass.

1.1.2 Chemical properties

Powdered aluminum nitride slowly dissolves in hot mineral acids. Interaction at lower temperatures is very weak. AlN does not react with cold hydrofluoric acid. Concentrated hot solutions of alkalis decompose aluminum nitride with the release of ammonia.

In air, the oxidation of aluminum nitride powder begins at a temperature of 1200 °C [3], and according to other data [4] - at 900 °C. The rate of corrosion under the action of hot gases depends on the density of products made of alumina nitride. Some studies have shown [5, 6] that when sintered nitride is heated at 1200 °C for 1 hour, 11% of the nitride turns into aluminum oxide, and when a sample obtained by hot pressing is oxidized, about 1% of the nitride turns into oxide at 1400 °C for 30 h.

Aluminum nitride is resistant to melts [5]: aluminum (up to 2000 °C), gallium (up to 1300 °C), boric anhydride (up to 1400 °C), etc. It is also stable in contact with tungsten and molybdenum up to 1800 °C [7].

In the environment of hydrogen and carbon dioxide, aluminum nitride has a stability of up to 980 °C [3]. With dry halides, AlN reacts extremely slowly, pure chlorine begins to decompose it at a temperature of 760°C to form AlCl₃ [8], dry hydrogen chloride practically does not act. Aluminum nitride can partially decompose when heated with sulfur and carbon disulfide gas, as well as with phosphorus; when reacting with sulfur chloride vapors, AlN decomposes quickly, but does not react with PCl₃. The reaction with carbon begins at a temperature of

1200 °C [3]. Sodium peroxide decomposes aluminum nitride to form nitrates, and AlN is completely and rapidly decomposed by lead dichromate [9].

Aluminum nitride ceramics are significantly more resistant to acids, alkalis, and other reagents than powdered AlN. For example, ceramic samples from AlN, which are more stable when boiled in concentrated sulfuric acid, are also difficult to react to hot nitric and hydrochloric acids [3].

1.1.3 Application area

Aluminum nitride ceramics are used in various electronic devices, radio electronics and other fields of technology. Thus, it can be used as a heat sink in high-power lighting devices, a heat-resistant electrical insulator and substrates for electric heating elements.

As a promising heat-conducting material for use in electronic engineering in the construction of power devices, Peltier elements, light-emitting diodes and microwave transistors.

One of the areas in the energy substrate used as cases and carriers for chip-to-chip LEDs. AlN ceramics are similar in thermal expansion coefficient to silicon and gallium arsenide, the basis of most crystals used in power electronics and power engineering.

1.2 Methods of forming AlN ceramics

There are several methods of forming nitride ceramics, such as: isostatic pressing, hot pressing, slip casting on film, cold pressing in molds.

1.2.1 Slip casting

In the manufacture of products by the method of slip casting, mainly a slip on an organic bond is used, since aluminum nitride is hydrolyzed when interacting with water. Casting of the slip is carried out on a laboratory installation of the KEKO type; figure 1.3 shows the installation diagram.

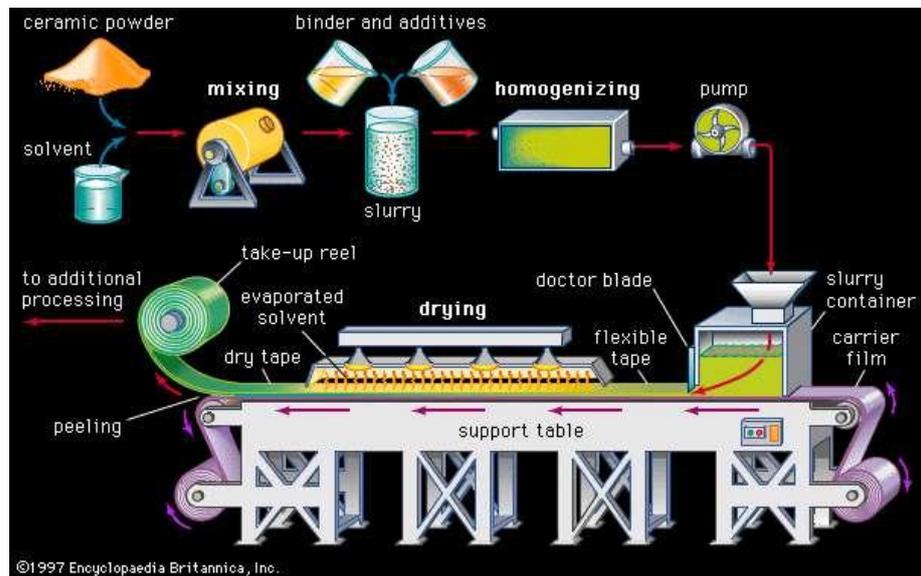


Figure 1.2 diagram of the casting on the installation KEKO[10]

First, all raw materials, such as solvents, plasticizers, binders, etc. are mixed in special drums until a homogeneous suspension (ceramic slip) is obtained with the required parameters for viscosity, binder content and solvent. Usually casting is carried out at a temperature of 22-25 °C and a viscosity of 60-80 PA*s, these conditions are optimal for casting [11].

The quantitative ratio of the organic and inorganic phases affects the following parameters:

Shrinkage of the material. As the amount of organic matter increases, shrinkage increases.

Roughness. As the fraction of the organic phase increases, the roughness of the tape decreases, since the gaps between the particles are filled with organic matter.

Ultimate strength and elongation. As the amount of organic phase increases, the tensile strength and elongation increase.

The finished slip is vacuumed before casting to remove gas bubbles from the volume of the liquid mass. The mixed and prepared slurry is fed by a pump into the flow tank, which automatically maintains a constant level of the slurry.

It is proposed to use a KEKO injection molding machine for forming ceramic substrates made of aluminum nitride. On the frame is a conveyor system

consisting of guide rollers, drives and two drums for drawing a roll of Mylar film, on which a plasticized ceramic slip is cast. The casting mass is fed by a pump into the flow tank, which automatically maintains a constant level of the slip. This is a prerequisite for high-quality casting, since the hydrostatic pressure of the mass column affects the flow of the slip and its distribution along the Mylar tape using a system of squeegee knives. The thickness of the formed ceramic film is regulated by the height of raising the gate and squeegee. To improve the stability of the casting process, it is recommended to provide ultrasonic vibrations to the die part of the continuous film casting unit.

The ceramic film on the Mylar tape enters the drying zone where the solvent evaporates under the influence of infrared radiation or a flow of heat carrier (hot air). The structure of the film remains a binder and plasticizer, which combine the particles of mineral powder, and give strength and elasticity to the film. After the end of the drying process, the formed film is wrapped in a roll, which is sent for further processing.

1.2.2 Cold pressing in molds

The applied press powders are a loose powdery mass, so cold pressing in molds can also be called semi-dry pressing. The bulk mass is mixed with the plasticizer and lapped through the mesh in order to form granules. Then dry and remove some of the solvent until the desired properties are achieved. You can control the following parameters of press powders: bulk density, flowability, humidity, or other solvent content as a percentage.

The powder is poured into a measuring Cup so that it is higher than its edges, then the surface is compared with a straight plate, then weighing is carried out. This is how the bulk mass is determined. A special funnel with a valve is necessary to measure the speed of passage of the powder through the calibrated hole. This method determines the flowability [12].

If the pressing speed is too high, the workpiece can capture the surrounding air, since it does not have time to escape into the environment. This negatively

affects the workpiece, as it reduces the density, which can lead to subsequent destruction.

If you apply too high pressing pressure values, then there is a re-pressing, that is, there are stratifications of the workpieces. During pressing, the density of the workpiece increases with increasing pressure, this relationship is shown in the graph in figure 1.3 [12].

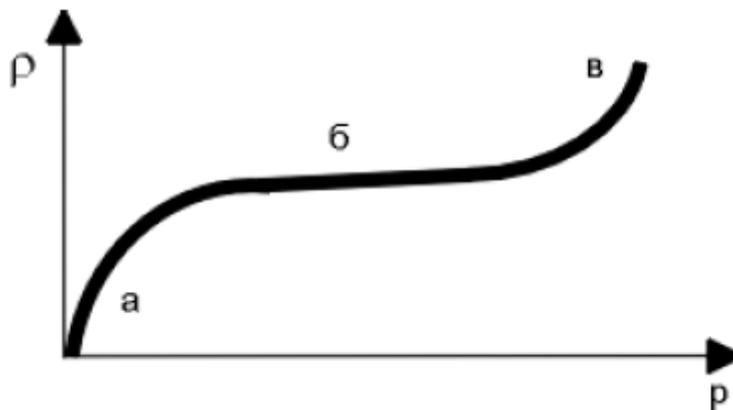


Figure 1.3 the Dependence of the product density from compacting pressure [12]

On the site (a), the particles are laid mainly due to their sliding and contact without deformation with the destruction of arches and bridges that are formed by the particles. Elastic deformation (repulsion) appears on the site (b). The section (b) is characterized by brittle destruction or plastic deformation. After removing the blanks from the mold, their reverse expansion occurs, due to the action of elastic deformation forces, which sometimes increases the porosity of the product in the future. To prevent this phenomenon, the workpieces must be subjected to exposure at a given pressure to reduce stress. Also, to reduce the porosity of the material obtained after sintering and reduce the amount of air captured by the blanks, pressing is used at low pressure or in a vacuum [12].

1.2.3 Hot pressing

Hot pressing is a combined pressing and sintering process. This process depends on the characteristics of powders and a number of other factors, hot pressing is usually carried out at a temperature of 0.5-0.8 of the melting

temperature of the formed material, and at a specific pressure from units to tens of MPa [13].

The hot pressing process can be divided into three stages, characterized by different compaction mechanisms.

At the first stage, the particles are rearranged as a result of their mutual mixing, while plastic deformation during the compaction process is not decisive.

The second stage is characterized by slower density growth. The main mechanism of this stage is plastic deformation associated with dislocation movement and occurring at stresses exceeding the yield point.

At the third and final stage, the density of the material increases very slowly, while the compaction process is caused by the so-called "creep under pressure" and is caused by the volume diffusion of atoms and vacancies [14].

Methods and technological modes of hot pressing. The technology of obtaining products by hot pressing consists of the following main operation:

- powder preparation;
- preparation of the mold;
- powder loading into the mold and pre-pressing;
- hot pressing.

Schemes of installations for the implementation of the hot pressing process are very diverse. Figure 1.4 shows an example of an installation diagram and a hot pressing mold [15].

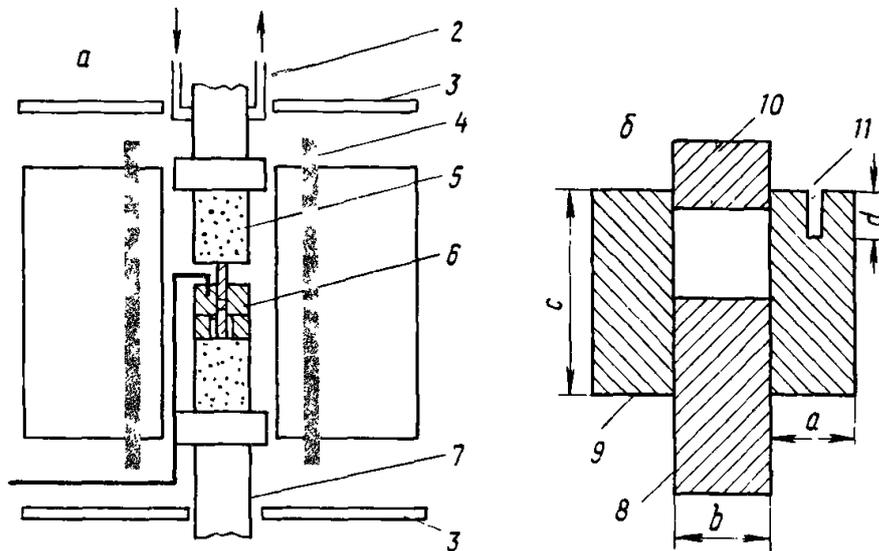


Figure 1.4. Installation diagram (a) and mold for hot pressing [15]: 1 - thermocouple; 2 - a water-cooling system; 3 - metal reflective plate; 4 - heater silicon carbide rod; 5 - corundum rod for transmitting the pressure; 6 - the mold; 7 - movable punch; 8 - the lower punch; 9 - case mold; 10 - the upper punch; 11 - hole for thermocouple.

The installation consists of a furnace and a high-pressure pressing mechanism. The furnace has a cylindrical shape and is heated by silite rods.

Before the implementation of hot pressing, first of all, pre - (atmospheric) pressing is usually carried out, and then the pressings are placed in forms for hot pressing. During hot pressing, three main parameters must be set – the maximum process temperature, the maximum pressure at the maximum temperature, and the duration of applying the maximum pressure at the maximum temperature [15]. In the same paper, various schemes of hot pressing methods with variations of the parameters under consideration are presented.

Hot pressing modes should be selected taking into account the size and shape of the product, which may affect the stress state scheme during deformation, as well as the physical, chemical and mechanical properties of the initial powders.

1.3 Methods of metallization of ceramics

Metallization of inorganic dielectrics is used to give the surface of parts made of these materials metal properties: electrical conductivity, thermal conductivity, soldering ability.

Currently, there are at least a hundred compositions of metallization coatings. The main components of most coatings are refractory metals-molybdenum or tungsten. They are introduced into the coating in a fine state.

Other components of metallization coatings are additives of various substances, which are used as metals (Fe, Mo, etc.), oxides (Al_2O_3 , Sr_2O_3 , TiO_2), carbides and nitrides (TiC, TiN), silicides (MoSi, FeSi), borides (MoB, Mo_2B_5), hydrides (TiH_2), glasses and other compounds. The main purpose of the implemented additives is to achieve a strong metal-ceramic connection of the main component of the coating (Mo or W) with ceramics during the incineration of the metallization coating, and to obtain vacuum-dense, mechanically strong and thermally resistant metal-ceramic junctions during the soldering process.

In practice, the following scheme of ceramic metallization is most often used, including subsequent operations [16]:

- Grinding of metal powders with added additives;
- Preparation of metallizing pastes;
- Applying the composition to ceramic parts;
- Incineration of the metallization coating;
- Applying the second layer of metal to the metallization coating-Nickel plating.

When using this technological scheme, the metallization layer is formed after the fourth operation - incineration. Applying a second layer of metal is necessary to improve the wetting of the surface of metalized ceramics with solders when soldering nodes. Many solders do not wet the metallization layer well, since it has a dielectric phase that can be up to 30% in the layer. If the solder is well wetting the surface of the metallization, then Nickel plating is not carried out.

More simple is the technology according to which soldering of ceramics with metals is performed without preliminary incineration of the metallization layer into the ceramics [16]. In this case, the metallization process consists of only three technological operations: powder grinding, paste preparation and coating. According to this method, strong vacuum-tight and heat—resistant junctions are obtained when soldering with copper solder and some copper—based solders (Cu-Au, Cu-Ge). When soldering with silver solders, it is not possible to obtain a reliable junction. A significant disadvantage of the method is that the unabated layer is not firmly held on the surface of the ceramic and can easily be broken when assembling parts into a node.

Another method of metallization of ceramics, which consists of three technological operations, is the metallization of semi-burnt ceramics [16], in which the operation of incineration of metallization is combined with the operation of final firing of ceramic parts. Using this method, tightly sintered metallization layers are obtained, and the strength of the joints is 25-30% higher than the strength of the joints obtained by conventional technology. The main drawback of this method, which prevents widespread use, is that the existing technology for manufacturing ceramics does not provide constancy of shrinkage and, consequently, the geometric dimensions of ceramic parts. It is almost impossible to use parts metallized in this way in nodes with precise geometric dimensions. This method can be successful when soldering small parts (up to 5-7 mm in size).

Also in practice, methods of plasma metallization to and metallization with solutions of salts of refractory metals are used[16]. During plasma metallization, the powder of a refractory metal (usually molybdenum with or without additives) is fed into the plasma torch flame and transferred to the part by a directed plasma flow. Short-term residence of powder particles in the plasma torch, which has a temperature of several thousand degrees, leads to the fact that fused particles of refractory metal are applied to the surface of the ceramic. This creates a metallization layer, whose adhesion strength to ceramics is usually low. Ceramics

metallized by this method make it possible to obtain strong and vacuum-tight junctions only when soldering with copper solder. To obtain strong and vacuum-tight junctions with other solders, the operation of burning the metallization and applying a second layer of metal to it is necessary.

Metallization with solutions of salts of refractory metals (for example, with a solution of Li_2MoO_4) consists in applying a layer of salt solution to the surface of ceramic parts to be metallized, and then the part is subjected to drying and heating. During heat treatment, the salt decomposes, restores it to metal, and interacts with ceramics. As a result of these processes, a metallization layer with a thickness of 5 to 15 microns is created on the surface of ceramics.

1.4 HTCC и LTCC

One of the most important and most energy-consuming technological operations is the firing stage, in which a number of physical and chemical transformations occur in ceramic products, which are completed by the sintering process. When making multilayer ceramic modules and metallization of ceramics, the firing stage may be repeated, this negatively affects the characteristics of products, and also leads to an increase in resource and energy costs. To solve these problems, a combined firing of the metal layer and ceramics was developed.

Co-firing can be divided into low-temperature (LTCC) and high-temperature (HTCC)

High-temperature ceramic packages (HTCC) are fired at a temperature of approximately 1550-1850 ° C, with refractory metals such as W, Mo and Pt used as the conductor layer.

Low-temperature ceramic packages (LTCC) are fired at a temperature of about 800-1000 ° C, and the following metals are used as conductors: Cu, Ag and Au.

The technology of production of high-temperature ceramic modules (HTCC) is one of the most modern and provides the most reliable sealing of microelectronic products.

As the main material for the production of boards using HTCC technology, raw ceramic sheet is used: from Al_2O_3 , or AlN , as well as other components. First, a ceramic mass is obtained, which is diluted with organic matter and mixed into a slip. Ceramic tape flows from the slip. Transition and leveling holes and voids are made in raw ceramic sheets.

A metallization paste is applied to the ceramic tape, usually using screen printing, and the outlet holes are also covered, which are applied with a tungsten paste to the surface of the ceramic sheets, followed by drying and curing in the oven.

Each ceramic sheet with a printed pattern and metallized holes is combined and stacked. Carry out cutting down on the size to separate the boards from the total weight and surface treatment. Sintering of ceramics and tungsten metallization is performed at a temperature of $1500-1850^{\circ}C$.

For better wetting of the solder before soldering, all metal and metallized surfaces are coated with Nickel. Output frames of cases, Kovar rims and heat sinks to metal contact pads are soldered using silver-copper eutectic melt (or pure silver) at a temperature of $800-1000^{\circ}C$. All exposed metal and metallized surfaces of the housing are coated with metal (often gold with a Nickel sublayer) by an electrolytic or electrolysis method to protect against environmental influences.

Advantages of HTC technology[17]:

- small size tolerances – thanks to the small CTE, increased dimensional stability of the housings is ensured;
- the coefficient of thermal expansion (CTE) of high-temperature ceramics is quite close to the CTE of silicon, which allows you to mount the crystals directly on the ceramic base;
- sufficiently high dielectric and thermal characteristics of the housings;
- possibility of manufacturing multi-layer sealed ceramic boards, since high-temperature ceramics have a dense structure, and after sintering, multi-layer ceramic modules become monolithic;

- extremely high hardness of the ceramic materials used.

Multilayer ceramics received its further development with the introduction of LTCC technology, when ceramics were mixed with special glasses. The firing temperature of the ceramic has decreased to 850°C, which has led to a significant simplification of the production process. Currently, LTCC technology includes ceramics fired at temperatures below 1000°C.

The production process of LTCC ceramic products begins with the creation of a ceramic suspension by mixing ceramic powder, organic binders, solvents and modifying additives. A ceramic tape is subsequently formed from the suspension. The tape is cut into sheets of the required size according to the available equipment. Then the transition holes are formed, the transition holes are filled with a conductive paste, and the topology is formed using special conductive and resistive pastes. Ceramic sheets are combined, laminated, cut into separate elements and fired. The process of heat treatment of ceramics usually consists of an isostatic laminated stage at temperatures of 60-70 °C under pressure, the stage of burning organic matter at temperatures of 450-500 °C for 2-2.5 hours, followed by firing at a temperature of 850 °C for 10 minutes.

Low firing temperatures allow the use of metals with low resistivity (gold, silver). This is one of the key advantages of LTCC technology, as it significantly reduces the cost of creating a multi-layer ceramic structure and improves performance. The use of silver reduces the electrical resistance of the conducting layers, and the oxidizing atmosphere (air) makes it possible to jointly use oxide ceramics with a high coefficient of permittivity.

Among the main advantages and features of LTCC technology, we note the following[18]:

- Extremely good electrical characteristics and stability up to millimeter wavelengths.
- Excellent mechanical stability and preservation of linear dimensions.

- The CTE of low-temperature ceramics is close to the CTE of the main semiconductor materials of electronics (Si, GaAs, InP). This allows you to mount the semiconductor crystals directly on the base of the Board.

- Excellent thermal conductivity. The thermal conductivity of LTCC ceramics is 2-4 W / MK, which is much higher than that of printed circuit boards based on organic materials (0.1-0.5 W/MK).

- Tightness and possibility of high-temperature soldering.

1.5 Problem of creating a strong metal-ceramic connection

Successful application of ceramics in many devices and structures requires a certain type of connection with metal. However, obtaining high-strength compounds between ceramics and metals is a difficult task. The properties of ceramics that make them attractive can create serious barriers to joint production. To obtain an adequate bond quality, high temperature and pressure are often required, as well as the use of bonding media (glass compositions) with reactive elements. However, even the successful formation of the gap layer does not guarantee the mechanical strength of the joint. The inherent differences in physical properties between ceramics and metal make it very difficult to find an effective bonding process that preserves all-round strength and flexibility. There are two main factors that cause the problem of connection reliability, such as mismatch of the coefficient of thermal expansion (CTE) and the difference in the nature of the bond of the metal-ceramic layer[19].

1.5.1 CTE

Cermet compounds are an important class of components due to their use in aggressive environments. As a rule, a metal-ceramic compound creates a field of residual stresses that occurs in the process of thermomechanical manufacturing and is associated with the difference in CTE between ceramics and metal. Residual stresses have a significant impact on the mechanical stability of the interface, as they can cause plastic deformations on the metal side and cracking in the ceramic, thereby breaking the adhesion or even causing the joint to break.

Thermal stress can be removed by two different methods. One method introduces a metal with approximately the same coefficient of thermal expansion as that of ceramics to reduce the amount of thermal stress generated, while the other method involves removing thermal stress using a ductile metal that easily develops plastic deformation under thermal stress. These two methods can also be used in combination.

To overcome and reduce the residual stress mentioned above caused by the mismatch of the coefficient of thermal expansion between the materials being joined, the following methods can be used[20]:

Using soft filler metals, soft filler metals have a low yield strength and can relieve residual stress.

When using a soft intermediate layer, the residual stress can be reduced by elastic and plastic deformation of the intermediate layer, for example, when using Al or Cu as an intermediate layer, the residual stress is reduced.

The use of solid metals whose thermal expansion coefficient is close to that of ceramics as an intermediate layer. Use of hard metals such as W, Mo, etc. as an intermediate layer, it can reduce the residual stress.

Use of a composite intermediate layer, where the composite intermediate layers are often hard metals and soft metals, such as Cu / Mo-Cu / Nb, which have a noticeable effect on reducing residual stress, combining the advantages of these two types of metals.

Low temperature connection, when the connection of ceramics with metal at low temperature is good to reduce the joint deformation and effectively reduce the residual stress.

Additional heat treatment to remove residual stress.

The appropriate connection configuration can reduce the stress concentration and reduce the residual stress.

1.5.2 Differences in the nature of communication

In ceramic and metal joints, the properties of the interface significantly affect the mechanical reliability of the joints. The mechanism of bond formation at the interface determines the structure of the layer, which strongly depends on the processing conditions, as well as on the materials. Binding mechanisms can be classified in terms of mass transfer through the intermediate layer. When there is only charge transfer without mass transfer, the binding is called chemical binding. In some literature, this is also called physical or adhesion. When mass transfer occurs at the interface, such as a chemical reaction and diffusion, the binding mechanism is called a chemical binding reaction[19,21].

Chemical reactions at the interface lead to the formation of interfacial reaction layers, whose properties differ from both ceramics and metal. This can have a beneficial effect on the quality of the joint by increasing the initial wettability of the metal on ceramic surfaces, however, thick reaction layers increase the volume mismatch stresses and thermal residual stresses that degrade the strength of the joint. For example, soldering is a method of joining that includes anomalies and gaps that occur on the surfaces of work that is brought into a tight coupling state by the liquid phase. It is also known that solid-phase coupling, including good adhesion, which is achieved by heating, increasing pressure, distortion that occurs through work surfaces, and the interdependence of natural temperature. It includes threads with normal temperature tension that are manufactured to create a fully contact interface between these materials by means of an energy source from a source other than thermal, and to create a connection at the interface near its normal temperature.

The driving force of a chemical reaction is the chemical potential of atomic particles. In many systems, a chemical reaction is not expected if only the interaction of metal with non-metallic elements of ceramics is considered. However, when all possible reaction potentials are taken into account, a net negative free energy can occur, which indicates that the chemical reaction is

thermodynamically advantageous. Equilibrium thermodynamics can be used to predict possible reactions at the interface. But when there are more than three elements in a metal – ceramic system, it is almost impossible to predict all possible reactions based on a phase diagram. In addition, the degree and possibility of the reaction are limited by the kinetics, data on which may be missing[19].

Reaction phases, such as brittle intermetallides and solid solutions, often cause the interface to collapse at very low voltage. An increase in the bonding temperature and excessive time usually increases the chemical reactions and leads to the formation of a thick reaction layer, which can reduce the strength of the compound. At the interface where flat reaction layers are formed, the layer thickness is often optimized by controlling the bonding conditions to prevent interfacial delamination or brittle interfacial destruction along the reaction layer[21].

CHAPTER 2 RESEARCH METHODS

2.1 Goal and tasks

Goal: to develop the composition of a metallization paste based on tungsten powders for co-firing with aluminum nitride ceramics.

Tasks:

Analysis of available literature on co-incineration / sintering of metallization pastes and aluminum nitride ceramics;

Choose and justify the composition of the metallization paste;

Choose and justify the heat treatment mode;

Analysis of the properties of the obtained samples

2.2 Research methods

2.2.1 X-Ray diffraction analysis

X-ray diffraction analysis (XRD) is one of the most advanced direct methods for studying the composition and structure of solid crystalline materials. This method is based on the phenomenon of x-ray diffraction on the crystal lattice of the analyzed material.

The main task of x-ray diffraction analysis is to identify various crystal phases in the mixture based on the analysis of the diffraction pattern of the sample under study. The most commonly used practical method of XRD is the powder method, which is widely used due to its simplicity and universality [22].

To register the diffraction pattern, modern equipment is used – x-ray diffractometers, which allow the analysis of samples quickly and with great accuracy.

The x-ray image of the analyzed sample is a graph of the dependence of the intensity of x-rays reflected by the sample on the angle of their reflection. The x-ray shows a number of clear peaks (reflexes) if the substance is crystalline, and blurred peaks if the substance is amorphous.

Currently, a large number of computer programs have been developed for processing radiographic data. They allow phase identification by comparing the x-ray image of the analyzed sample with the database cards.

X-ray phase analysis of the source materials was performed using a Shimadzu XRD – 7000S x-ray diffractometer with a diffraction angle of 10 to 80 deg with a $\text{CuK}\alpha 1$ cathode.



Figure 2.1 – Diffractometer Shimadzu XRD – 7000

2.2.2 Scanning electron microscopy

Raster electron microscopy (SEM). The SEM principle consists in scanning the surface of the test sample with a narrowly focused electron beam (probe) and simultaneously detecting the resulting radiation. Signals registered by sensors (secondary and reflected electrons, x-rays, etc.) carry a large amount of information to describe the nature and properties of the object under study [23].

The simplicity of sample preparation for research, high information content, as well as a high degree of automation of quantitative analysis and processing of measurement results make this method the most versatile for studying the structure of materials and surface topography.

A scanning electron microscope JEOL JCM–6000 Neoscope II was used to study the morphology and size of powder particles, the structure of ceramics on the fracture, and the structure of metallization layers.



Figure 2.2-JEOL JSM-7500FA Scanning electron microscope

This desktop microscope has a magnification range from $\times 10$ to $\times 6000$ times and is capable of operating in high and low vacuum modes. This model of microscope is equipped with secondary and reflected electron detectors, as well as an energy-dispersive x-ray spectrometer (EDXRS) for performing elemental microanalysis.

2.2.3 Determination of specific surface area

The specific surface of a powder is the sum of the outer surfaces of all particles per unit of its mass or volume. To determine the specific surface area, methods based on measuring the gas permeability or adsorption capacity of the powder are most often used.

To determine the specific surface area, the PSX-4 device was used (Fig. 2.3) [24]. Cuvette 1 is intended for laying a layer of the test material in it. It is a test chamber, blocked at a certain height by a disk with holes drilled in it. The part of the chamber bounded by the disk and the bottom of the cuvette is connected to the liquid pressure gauge 6 using a fitting 2 and a rubber tube 3. On the outer surface of the cuvette, a millimeter scale with a Vernier is applied to measure the thickness of the material layer.

The plunger is used to seal the material layer in the ditch.

8 rubber bag with valves is used to create a vacuum under the material layer.

A single-track glass pressure gauge is filled with tinted water.

It is designed to determine the air pressure under the test material layer and allows you to track the rate of pressure change in the lower cavity of the cuvette due to the air permeability of the material layer.

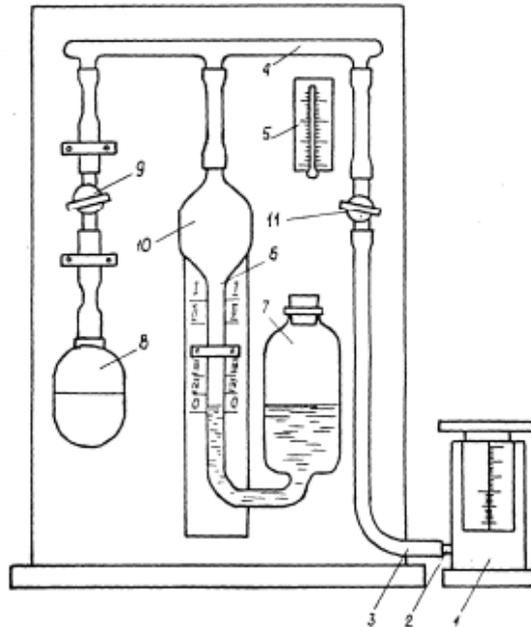


Figure 2.3 Diagram of the PSX-4 device[24]

The specific surface S_{sp} , cm^2/g , is calculated using the formula:

$$S_{sp} = K \cdot \frac{M \cdot \sqrt{\tau}}{g}$$

where K is the constant of the device (the values of K for the lower and upper pairs of figures are given in the device passport);

M-coefficient depending on the thickness of the test material layer L and the air temperature during measurement (values M reference data);

τ – the time during which the meniscus of the fluid descends between the corresponding risks;

g-the weight of the tested powder, g.

Assuming the spherical shape of the powder particles, you can calculate their average diameter using the formula:

$$D = \frac{6}{S_{sp} \cdot \rho}, \text{ where } \rho \text{ is the specific weight of the powder material;}$$

S_{sp} – specific surface area of the powder material.

2.2.4 Determination of rheological properties of pastes

Rheological properties of pastes play an important role in ensuring the characteristics of screen printing.

One of the most important technological properties of metallization paste is its viscosity. Viscosity is the resistance to Newtonian flow.

The essence of the paste viscosity control is to measure the diameter of the spot formed from the paste suspension when exposed to a load of mass (250 ± 1) g.

Weigh the weight of the paste weight (0.15 ± 0.01) g on a clean pre-washed glass plate with isopropyl alcohol or acetone size $(60\times 60)\pm 5$ mm, placing the paste in the center of the plate. In this case, the paste should occupy a minimum area and should not be smeared on the plate.

Cover the paste suspension with a second clean glass, in the center of which a weight of 250 ± 1 g is glued with epoxy resin. the paste Suspension is kept in this state for 15 minutes.

Measure the spot diameter using a ruler. The value of the conditional viscosity is taken as the arithmetic mean of three measurements of the spot diameter. Determination of the viscosity is carried out on a paste kept for 2 hours at an ambient temperature ($20 \dots 22$)°C.

2.2.5 Determination of metallization conductivity

Monitoring the specific surface resistance of the film is necessary to determine how effectively the paste conducts electric current. In order to determine the electrical conductivity of the paste, you need to determine the specific surface resistance of the film, and take the inverse value of it.

To measure the specific surface resistance, the following methods are used:

- Digital multimeter;
- Multi-turn indicator.

Determination of the specific surface resistance takes place in several stages. To begin, measure the thickness of the 0.5 mm wide conductor using the 1mig indicator on each of the two lines of five control samples and calculate the average

value of ten measurements. Then measure the resistance on each of the two 0.5 mm wide conductors on each of the 5 control samples. Then the resulting resistance value is divided by 100 and the average value of 10 measurements is calculated.

In the end, it is necessary to calculate the value of the specific surface resistance, reduced to the value of the thickness of the conductor, equal to 15 microns by the formula: $R = \frac{R_1 \cdot D_1}{15}$,

where R is the specific surface resistance reduced to 15 microns, mOm / square;

R1-actual average resistance value, mOm / square;

D1 – actual average conductor thickness, microns.

The resulting value of the specific surface resistance is taken in the reverse equivalent and determine the amount of electrical conductivity of the metallization.