

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Казанский государственный
энергетический университет

**ТЕХНОЛОГИЯ МАТЕРИАЛОВ И
ЭЛЕМЕНТОВ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ**

Лабораторный практикум
для студентов направления подготовки 11.03.04
«Электроника и наноэлектроника»

Казань 2024

УДК 621.3.01: 666.3

ББК

Женжурист И.А.

Технология материалов и элементов электронной техники: лабораторный практикум. /Сост.: Женжурист И.А. – Казань: Казан. гос. энерг. ун-т, 2024 – 29 с.

Приведены необходимые сведения о методах исследования материалов электронной техники, даны методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, связанных с изучением структуры и свойств материалов электронной техники.

Лабораторный практикум содержит четыре лабораторные работы, предназначенные для студентов, обучающихся по направлению подготовки бакалавриата 11.03.04 “Электроника и наноэлектроника”. Методические указания направлены на выработку умения использовать различные методы испытания материалов в профессиональной деятельности, применять методы расчета основных параметров материалов и анализа результатов исследований, составления отчета по выполненной работе.

Продолжительность каждой практической работы - 4 часа.

УДК 621.3.01: 666.3

ББК

© Женжурист И.А. 2024

© Казанский государственный энергетический университет, 2024

Введение

«Технология материалов и элементов электронной техники» относится к общепрофессиональному циклу и на неё опираются практически все следующие за ней дисциплины в учебных планах «Технология новых материалов», «Композитные материалы», «Технология подготовки производства материалов электроники».

Полученные в результате обучения знания необходимы студентам при подготовке, выполнении и защите выпускной квалификационной работы и при решении научно-исследовательских, проектно-конструкторских, производственно-технологических, организационно-управленческих задач в будущей профессиональной деятельности.

В структуру дисциплины в соответствии с учебным планом входят как теоретические (лекционные), так и практические занятия.

Цель лабораторных занятий – освоение информации, полученной на лекциях и выработка определенных умений, связанных с изучением свойств различных материалов; выполнении практических расчетов в области определения параметров, характеризующих свойства материалов электронной техники.

В лабораторные занятия входят экспериментальные исследования свойств материалов, расчётно-графической работы по теме лабораторной работы. Для данных дисциплин согласно рабочим программам целесообразнее проводить лабораторные занятия в виде экспериментального исследования с расчётными и графическими работами, на которых рассматривается решение поставленных задач по темам лабораторной работы, связанных с технологией получения материалов электронной техники.

Общие требования к оформлению отчетов

Отчет по работе должен состоять из следующих разделов:

1. Цель работы.
2. Теоретические положения.

Раздел должен содержать необходимые определения, их объяснение и формулы расчета приведенных характеристик или параметров.

3. Практическая часть.

В данном разделе следует приводить результаты экспериментальной работы в зависимости от количества вариантов. Полученные результаты согласно заданию необходимо обязательно привести в графическом виде или в таблице, графике.

4. Ответы на приведённые в конце описания работы контрольные вопросы.

Лабораторная работа № 1
Исследование дисперсного состава измельченных
материалов, грансостава порошков.
Определение свойств порошков неорганических материалов.

Цель работы

Приобретение студентами практических навыков исследования дисперсного состава измельченного материала, грануляционного состава порошков.

Общие положения

Природное полиминеральное сырье и многие неорганические отходы производства представляют собой композиции из различных по величине и химического состава частиц и зерен. Чем больше таких частиц (зерен) в единице объема, тем выше дисперсность материала. Частицы могут отличаться по таким показателям как длина, ширина, толщина, объем, цвет, фактура поверхности, физико-химическим характеристикам (твердости, хрупкости, растворимости в воде и растворителях и др.) Материал называют монодисперсным или полидисперсным в зависимости от того, состоит он из частиц одного или разных размеров. Большинство пород и отходов производства представляют собой полидисперсное сырье.

Характеристику – зависимость содержания частиц от их размера – называют *гранулометрическим или зерновым* составом материала.

Существует несколько методов определения гранулометрического состава глин, которые можно разделить на две группы: прямые и косвенные.

Прямые методы - позволяют непосредственно установить размер и содержание частиц, слагающих породу. К ним относятся: ситовый метод, где используется набор сит с разным размером отверстий, например: 3, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,1 мм; метод подсчета частиц различных размеров под микроскопом; электронно-микроскопический с обработкой микрофотографий, седиментационные методы анализа, гранулометрический анализ в газовом потоке и др.

Ситовой анализ может проводиться двумя способами: мокрым и сухим.

Косвенные методы - позволяют установить размеры частиц по какому-либо косвенному признаку: массе, скорости оседания частиц в воде или в другой жидкости, способности к набуханию, отражению света и т.д

В различных областях промышленности для получения прессованных изделий используются порошки, которые состоят из частиц, имеющих неправильную форму и разные размеры. Если представить себе порошок, состоящий из одинаковых шарообразных частиц, уложенных рядами, объем пустот независимо от диаметра частиц будет равен 27%, а пористость –

47,6%. Но на практике гранулометрический состав пресс порошка определяет и пористость, и среднюю плотность, связанных между собой определенными зависимостями. Подобрать состав пресс-порошка по величине частиц можно двумя способами.

По первому способу имея набор частиц разного диаметра готовят массу необходимого гранулометрического состава. В этом случае расчет количества фракций проводится по формуле Фулера, согласно которой сыпучее тело обладает наиболее плотной упаковкой частиц в том случае, когда:

$$A = 100 \frac{Vd}{D} \%, \quad (1)$$

где A – содержание искомой фракции, % по массе; d – диаметр искомой фракции, мм; D – диаметр наиболее крупных частиц, мм; V – объем навески.

На основании этих расчетов, задаваясь наибольшим размером частиц, строят кривые, показывающие влияние содержания каждой фракции на насыпную плотность пресс-порошка.

По второму способу применяется простой отсев размолотой композиции через сито с определенным диаметром отверстий, например 3-5 мм для грубокерамических изделий. Для характеристики гранулометрического состава определяются частные остатки на ситах четырех фракций: 3-2; 2-1; 1-0,5 и менее 0,5 мм. Наибольшая насыпная плотность порошка обеспечивается при оптимальном гранулометрическом составе.

В керамической промышленности основным сырьем для производства большинства материалов являются глины. Глины являются полиминеральным сырьем, в состав которого входят частицы широкого размерного ряда, различного химического состава и физико-механических свойств (твердости, пластичности, хрупкости и др.).

Рабочее задание

Определение гранулометрического состава глинистого сырья по ситовому и седиментационному методам.

Оборудование

Проба глины, биологический микроскоп МБС-10, весы лабораторные МИДЛ МЛ 0,11-II В1ЖА, лупа, нож, деревянная ступка, предметное стекло, деревянная скалка, молоток, набор сит с диаметром отверстий 3, 2, 1, < 0,5 мм, 2 мерных цилиндра на 100 см³, стеклянная палочка, раствор CaCl₂ (5,5 г CaCl₂ на 100 см³ воды).

Определение гранулометрического состава глин

Ситовой метод

Для определения гранулометрического состава 100 г высушенной и размолотой в ступке глины последовательно просеивается через сито с отверстиями диаметром 3, 2, 1 и 0,5 мм, остатки взвешиваются, и результаты записываются в таблицу 1

Таблица 1

Гранулометрический состав глиняного порошка

Наименование сырья	Диаметр отверстия сита, мм	Частные остатки	
		Граммы	%
	3		
	2		
	1		
	< 0,5		

Седиментационный метод

Косвенные методы - позволяют установить размеры частиц по какому-либо косвенному признаку: массе, скорости оседания частиц в воде или в другой жидкости, способности к набуханию, отражению света и т.д.

В методических указаниях приводится наиболее простой и чаще применяемый в практике косвенный метод исследования глинистого сырья - метод Рутковского. Он основан на способности глинистых частиц набухать в воде и на различной скорости падения частиц в воде в зависимости от их размера (седиментометрии, или скорости осаждения).

Для определения полного гранулометрического состава глины используется седиментационный метод. Он основан на законе Стокса, согласно которому частицы шарообразной формы, оседающие в вязкой среде, имеют скорость осаждения, пропорциональную своему диаметру.

Основная задача анализа – определить количественное содержание частиц разных размеров в процентах от массы исследуемой пробы, что характеризует гранулометрический зерновой состав глинистой породы, от которого зависят такие важные свойства глинистого сырья, как пластичность, усадка, набухание и т.д.

Набухание – способность глины увеличивать свой объем за счет поглощения влаги из воздуха или при ее непосредственном контакте с водой.

Размокание – представляет собой распад в воде агрегированных глинистых частиц на более мелкие или элементарные зерна с образованием полидисперсной системы.

Минеральный состав глин представлен глинистой частью (каолинитом, монтмориллонитом, гидрослюдой и др.) и примесями (кварцем, полевым шпатом, карбонатами, гипсом, пиритом, растворимыми солями, органическими включениями и др.). При взаимодействии с водой способны набухать только минералы глинистой части.

Известны два наиболее простых метода определения зернового состава глинистой породы – полевой метод Рутковского и пипеточный метод Робинзона.

Определение гранулометрического состава глин по седиментационному методу Б.И. Рутковского

С помощью метода Рутковского можно выделить три основные фракции: глинистую – с размером частиц менее 5 мк (менее 0,005 мм); пылеватую – с размером частиц 5-50 мк (0,005-0,05 мм); песчаную – с размером частиц от 50 мк и более (0,05-2 мм).

Для проведения анализа каждый студент должен:

- отобрать две пробы глинистого сырья после ситового метода определения гранулометрического состава;
- приготовить раствор коагулятора (CaCl_2);
- приготовить глинистую суспензию к набуханию;
- провести гранулометрическое описание проб.

Содержание глинистых частиц, т.е. частиц размером менее 5 мк, определяют методом, основанным на способности глинистых частиц набухать в воде.

Проба сухой глины (около 100 г) дробится деревянной скалкой или молотком и просеивается через сито с диаметром отверстий 1,25 мм. Затем глина высыпается в мерный цилиндр вместимостью 100 см³ и уплотняется постукиванием цилиндра 15-16 раз о мягкое основание (ладонь, книга). Объем уплотненной глины в цилиндре должен быть 10 см³. Потом проба разрыхляется, доливаема водой до метки 50-60 см³ и перемешивается стеклянной палочкой с резиновым наконечником до тех пор, пока на стенах цилиндра не исчезнут мазки глины. К полученной суспензии добавляют 2,5-3 см³ раствора CaCl_2 (5,5 г на 100 см³ воды) в качестве коагулятора. Затем суспензия доливается водой до метки 100 см³ и отстаивается 1-2 суток. После отстаивания замеряется объем осадка в цилиндре и вычисляется приращение K см³/см³, объема пробы на 1 см³ первоначального объема по формуле:

$$K = \frac{V - V_0}{V_0}, \quad (2)$$

где V_0 – первоначальный объем глины в цилиндре 10 см^3 ; V – объем глины после отстаивания, см^3 .

Содержание глинистых частиц $A_{\text{гл}}$, % вычисляется по эмпирической формуле: $A_{\text{гл}} = 22,7 K$, где K – приращение объема на 1 см^3 первоначального объема глины, см^3 .

Затем на этой же пробе определяют содержание песчаных частиц.

Содержание песчаных частиц. Метод определения количества песчаных частиц основан на различной скорости падения частиц в воде в зависимости от их размера.

Проба после определения содержания глинистых фракций взбалтывается стеклянной палочкой, полученная суспензия отстаивается в течение 90 с , а мутная вода сливается примерно до отметки 40 см^3 .

Отмучивание повторяется до тех пор, пока вода не станет прозрачной. Затем в цилиндр наливается вода, отстаивается 5 мин , измеряется объем осевшего песка и вычисляется его количество в процентах. 1 см^3 осевшего песка соответствует 10% его содержания в пробе. Например, при осадке $1,2 \text{ см}^3$ содержание песчаных частиц $A_{\text{песч}} = 1,2 \cdot 10 = 12 \%$.

Содержание пылеватых частиц. Вычисляется по разности между 100% и суммой процентного содержания глинистых и песчаных частиц:

$$A_{\text{пыл}} = 100 - A_{\text{гл}} - A_{\text{песч}} \quad (3)$$

Тип глины по результатам гранулометрического состава.

Полученные данные гранулометрического состава наносят на тройную диаграмму «глина - пылеватые частицы - песок» и по найденной на диаграмме точке определяют тип глины или суглинка (рис.1).

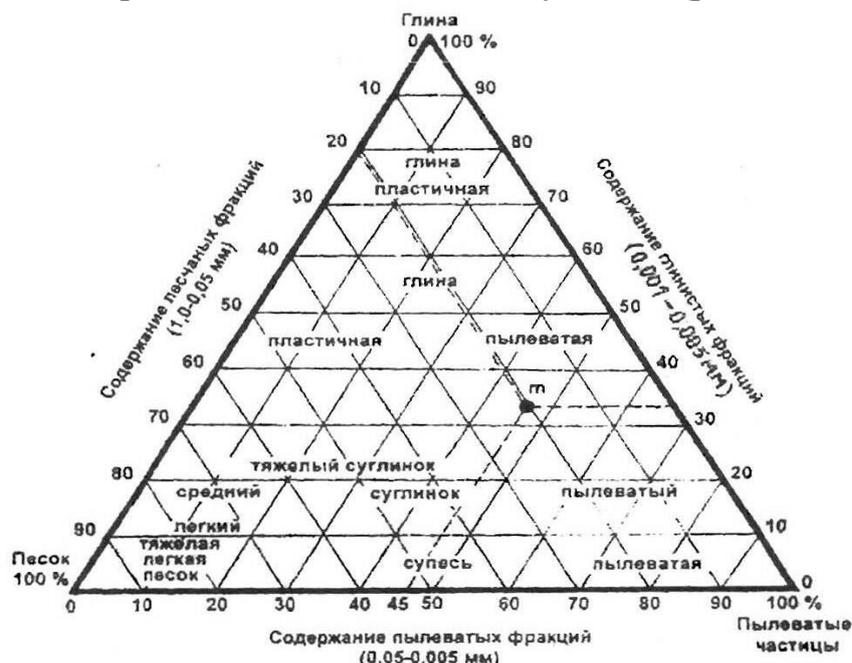


Рис. 1. Тройная диаграмма «глина - пылеватые частицы - песок»

Указания по обработке результатов измерений

Результаты определений гранулометрического состава заносятся в табл. 2 и на рис. 1.

Таблица 2

Гранулометрический состав сырья

№ /п	Начальный объем, см ³	Объем глины после набухания, см ³	Приращение объема, см ³	Количество глинистых частиц, %	Объем песчаных частиц, см ³	Количество песчаных частиц, %	Количество пылеватых частиц, %	Тип глинистого сырья по гранулометрическому составу

Контрольные вопросы

1. В чем сущность гранулометрического анализа сырья?
2. Какими методами можно определить гранулометрический состав глинистого сырья?
3. Как проводят ситовой метод анализа порошков?
4. Какой закон лежит в основе седиментационного метода анализа ?
5. Что понимают под «набуханием» и «размоканием» глинистого сырья?
6. Какие существуют методы определения гранулометрического состава глин?
7. Какие фракции можно выделить методом Рутковского?
8. Что является причиной набухания глинистой фракции?
9. Какие глинистые минералы способны к набуханию и почему?
10. По какой формуле определяется приращение глинистого сырья?
11. На чем основан принцип определения типа сырья по тройной диаграмме?
12. Какие виды сырья можно определить по тройной диаграмме?

Литература

1. Технология строительной керамики: метод. указания к выполнению лабораторных работ / М.Н. Мороз, В.Л. Хвастунов, В.И. Калашников, Р.И. Ибрагимов; под общ. ред. д-ра техн. наук, проф. Ю.П. Скачкова. – Пенза: ПГУАС. 2013.– 60 с.

2. ГОСТ 9169-75. Сырье глинистое для керамической промышленности. Классификация. М.: Изд-во стандартов. 1975.

3. ГОСТ 21216-2014. Сырье глинистое. Общие требования к методам анализа. М.: . Изд-во стандартов. 2014.

Лабораторная работа №2
Кристаллизация солей из раствора, очистка
поверхности материалов и элементов электронных
приборов.

Цель работы

Исследовать процесс кристаллизации методами изучения влияния условий кристаллизации на характер и форму роста кристаллов.

Знакомство с методами очистки деталей, подложек различной природы и контроля степени чистоты испытываемой поверхности.

Общие положения

Под *монокристаллом* понимают однородный кристалл, имеющий непрерывную кристаллическую решетку и характеризующийся анизотропией свойств. Атомно-кристаллическая структура и условия кристаллизации обуславливают внешнюю форму монокристалла.

Выращивают монокристаллы разными способами: из расплава, из газовой фазы, из раствора. В первых двух случаях необходима высокая температура и давление, а в условиях лаборатории можно вырастить монокристаллы из раствора: при медленном испарении растворителя из насыщенного раствора или медленном понижении температуры раствора.

В *насыщенном* растворе растворено максимальное количество растворяемого вещества, которое может растворяться при повышении температуры. При особых условиях (медленное охлаждение горячего насыщенного раствора в замкнутом сосуде) осадок не выпадает, а образуется *пересыщенный* раствор. При введении в такой раствор центра кристаллизации избыточное количество растворенного вещества выпадает в осадок и образуется насыщенный раствор. Центрами кристаллизации могут служить загрязнения, мелкие кристаллы растворенного вещества – *затравки*.

На правильность формы монокристалла влияет форма затравочного кристалла, скорость охлаждения (при медленном охлаждении формируются кристаллы правильной формы). Для выращивания более совершенных кристаллов дополнительно перемешивают раствор или закрепляют кристалл на вращающемся держателе.

На образование зародышей монокристалла могут влиять:

Температура кристаллизации, с ростом которой снижается устойчивость пересыщенных растворов, в случае вязких растворов снижение температуры может привести к застекловыванию растворов и вероятность зарождения кристалла падает.

Растворимые примеси. Известно, когда очень небольшие добавки примесей, практически не влияющие на растворимость, существенно меняют скорость зародышеобразования – примеси адсорбируются на кристаллических зародышах и препятствуют их дальнейшему росту.

Механические воздействия типа перемешивания, встряхивания очень сильно увеличивают вероятность зарождения кристалла.

Термин «*техническая чистота*» широко применяется в различных областях техники, в том числе для электронной промышленности. Тем более, что плотность монтажа компонентов и расстояние между контактными площадками уменьшаются, увеличивается удельная мощность электроники. Поэтому даже незначительное присутствие загрязнений может существенно повысить вероятность выхода из строя и нарушения работы изделия. Например, в электронике особое внимание уделяется отмывке печатных узлов, удалению остатков флюсов и др. с поверхности благодаря последовательному прохождению этапов очистки, ополаскиванию и сушки.

Две группы способов очистки поверхности: физические и химические. В зависимости от вида загрязнений применяются в различной последовательности следующие способы очистки: обезжиривание, травление, промывка в воде, отжиг.

Обезжиривание – процесс удаления жировых загрязнений проводят в органических и щелочных растворах.

Травление – удаление загрязнений, химически связанных с материалами детали, и создание шероховатой структуры поверхности. Проводят смесью кислот, часто с добавками ингибиторов.

Промывка в воде – важнейшая операция очистки поверхности материалов и деталей в технологии электронных приборов. Применяют самостоятельно, после обезжиривания и травления.

Отжиг – комплексный процесс нагрева изделия, выдержки его при заданной температуре и медленного охлаждения.

Способы контроля качества очистки поверхности.

По смачиваемости – основан на хорошей смачиваемости водой чистой обезжиренной поверхности.

Люминисцентный способ – на флуоресценции невидимых при обычном свете минеральных масел, которые флуоресцируют (т.е. испускают видимый свет) под действием ультрафиолетового излучения кварцевой лампы.

Трибометрический способ – основан на зависимости коэффициентного трения покоя между двумя поверхностями от количества загрязнений на них.

Рабочее задание

1. Провести эксперимент по кристаллизации монокристалла из водного раствора соли сульфата меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, замерить время кристаллизации и размер кристаллов.

2. Провести эксперимент по очистке поверхности различных материалов, эмитирующих поверхность частей электронного прибора.

Оборудование и реактивы

Для раздела кристаллизации соли: соль $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, дистиллированная вода, аналитические весы МИДЛ МЛ 0,11-II В1ЖА, стеклянный стакан на 100 мл, водяная баня, чашка Петри, стеклянная палочка, предметное стекло, фильтровальная бумага, пинцет, термометр, эксикатор.

Для раздела очистки поверхности материалов элементов электронных приборов: пластины из стекла, керамики, дистиллированная вода, спирт, жидкое мыло, машинное масло, кварцевая лампа, салфетки.

Проведение эксперимента

Кристаллизация соли

Приготовление насыщенного раствора соли.

В химический стакан налить 30-50 мл дистиллированной воды и поместить стакан на водяную баню ($T_{\text{max}} = 65-70 \text{ }^\circ\text{C}$). Постепенно в воде растворить соль, засыпая мелкими порциями (по 1 ложке) после полного растворения первой порции соли. Когда соль перестает растворяться получен насыщенный раствор соли.

Фильтрация раствора.

Стакан с раствором соли охладить до температуры около $35 \text{ }^\circ\text{C}$. Раствор отфильтровать от нерастворившейся соли через фильтровальную бумагу.

Получение затравок.

Отфильтрованный раствор перелить в чашку Петри и накрыть листом фильтровальной бумаги, чтобы не попали инородные частицы. После того, как в чашке выпадут мелкие кристаллы отобрать с помощью пинцета кристаллы: один правильной формы, другой неправильной формы.

Проведение кристаллизации.

В оставшийся раствор после получения затравок добавить соль и довести до пересыщенного состояния, отфильтровать раствор от нерастворившейся соли.

Раствор нагреть на водяной бане в течении 3-5 минут при постоянном перемешивании, не допуская образования кристаллов на поверхности

раствора. Вынуть стакан с раствором и дать ему остыть до образования на поверхности раствора мелких кристаллов.

Отобранные кристаллы привязать нитью к стеклянной палочке и поместить в стакан с насыщенным раствором так, чтобы кристаллы были посередине раствора (рис. 2).

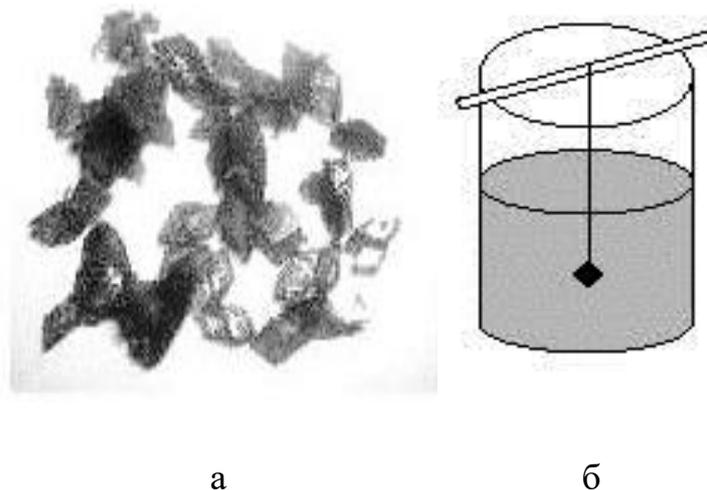


Рис. 2. Кристаллы (а) и стакан с затравкой в растворе (б)

Наблюдение за кристаллизацией.

Поместить стакан с раствором и затравками в эксикатор и наблюдать за ростом кристаллов. Вода постепенно остывает, испаряется, а кристаллы начинают расти. Когда кристаллы вырастут их можно вытащить, сполоснуть в проточной воде, протереть салфеткой, взвесить на аналитических весах, измерить размер.

Наблюдение за ростом кристалла.

Насыщенный раствор перелить в чашку Петри, поместить в раствор замеренный кристалл и через равные промежутки времени (5-10 минут) его извлекать для нового взвешивания. По результатам измерений построить график зависимости $m = f(t)$ и сделать выводы.

Контрольные вопросы по разделу кристаллизация соли

1. Дайте определение монокристалла.
2. Методы выращивания монокристаллов.
3. Дефектность кристаллов.
4. Что может служить центром кристаллизации?
5. Дайте определение насыщенного раствора.
6. Что понимают под затравкой?
7. Какие факторы влияют на рост кристалла?
8. От чего зависит правильность формы кристалла.

Очистка поверхности материалов элементов электронных приборов

Проведение эксперимента

На пластины образцов материала капнуть каплю машинного масла и растереть ее по поверхности салфеткой. Каждую пластину последовательно протереть чистой салфеткой, смоченной ацетоном, высушить салфеткой и посмотреть под кварцевой лампой есть ли следы масла, если остались следы протереть салфеткой, смоченной в спирте – посмотреть под кварцевой лампой. После этого пластину промыть под струей воды, протереть чистой салфеткой и посмотреть под лампой. Описать внешний вид пластины в отчете.

В такой же последовательности проверить все образцы материала. Сделать вывод об эффективности последовательности очистки каждого образца материала.

Контрольные вопросы по разделу очистки поверхности материалов электронных приборов

1. Виды загрязнений и методы очистки.
2. Особенности каждого вида очистки.
3. Методы контроля чистоты поверхности.

Список литературы

1. Холодкова Н.В. Технология материалов электронной техники: лабораторный практикум / Н.В. Холодкова, Т.Г. Шикова. Иван. Гос. Хим.-технол. Ун-т. – Иваново. 2013. – 181 с.
2. Раскин, А.А. Технология материалов микро-, опто- и наноэлектроники: учеб. пособие для вузов. Ч.1 / А.А. Раскин, В.К. Прокофьева. – М.: БИНОМ. Лаборатор. знаний, 2010. – 163 с.
3. Роцин, В.М. Технология материалов микро-, опто- и наноэлектроники: учеб. пособие для вузов. Ч.2 / В.М. Роцин, М.В. Силибин. – М.: БИНОМ. Лаборатор. знаний, 2010. –179 с.

Лабораторная работа №3

Определение свойств керамических масс и водных шликеров (набухаемость, коллоидальность, текучесть).

Цель работы

Приобретение студентами практических навыков определения свойств керамических масс и водных шликеров.

Общие положения

Шликером называют устойчивую глинистую суспензию, состоящую из фаз: тонкодисперсной (твердой), дисперсной (жидкой) и газообразной.

Шликерное литье является одним из наиболее распространенных и передовых способов получения керамических материалов, благодаря которому можно производить изделия сложной формы широкого назначения. Прогрессивными способами являются горячее литье под давлением, пленочное литье. Качество отливок зависит от ряда реологических свойств шликерных масс - вязкости, текучести, загустеваемости, седиментационной устойчивости, тиксотропности.

Простейший глинистый раствор представляет собой взвесь диспергированной глины в воде. Состав и качество его определяются составом и качеством дисперсной фазы и дисперсионной среды. В качестве основной дисперсионной среды используется вода. Между поверхностью дисперсной фазы и дисперсионной средой наблюдается определенное взаимодействие. Помимо чисто механического диспергирования глины в воде происходят процессы физико-химического взаимодействия, которые затем приобретают особую значимость: набухание, диссоциация, обмен катионами и адсорбция.

Свойства глинистых суспензий определяются минералогическим составом, морфологией и дисперсностью твердой фазы, концентрацией суспензий, видом и концентрацией ионов и поверхностно - активных веществ, температурой. Воздействуя на эти факторы, можно изменить свойства шликеров.

Среди методов формования керамических изделий литьем можно выделить три главные группы: литье из водных суспензий, литье с использованием термопластичного связующего, литье тонких пленок из шликеров на полимерных связующих.

Шликерное литье из водных суспензий применяется при формировании тонкой керамики, санитарно-технических изделий, а также при изготовлении термостойких специальных огнеупорных изделий, технической керамики.

Метод основан на способности глинистых компонентов массы образовывать в водной среде устойчивые суспензии, обладающие реологическими свойствами, и на поглощении жидкой фазы капиллярами гипсовой формы с образованием на ее поверхности твердого слоя.

Шликерные массы представляют собой концентрированные суспензии с объемным соотношением дисперсной фазы к дисперсионной среде от 9.5 до 2.5, содержащие в своем составе твердый наполнитель (Т), временную связку (Ж) и технологические добавки.

Временные связки шликерных масс бывают водными и неводными.

Водные временные связки (вода или ее растворы с кислотами, основаниями или солями), подразделяются на:

- кислые рН = 2-4;
- нейтральные рН = 6-7;
- щелочные рН = 10-13.

Неводные временные связки встречаются двух видов:

- термопластичные - обратимо твердеющие (парафин, стеарин, церезин);
- терморезистивные - необратимо твердеющие (фенол-формальдегидные и другие смолы).

Технологические добавки в шликерных массах выполняют роль дефлокуляторов (разжижителей), стабилизаторов, коагулянтов или пластификаторов. К числу технологических добавок относятся различные электролиты (растворимое стекло, сода и т.д.) и поверхностно-активные вещества (сульфитно-спиртовая барда, щелочные препараты метил - или карбоксил-целлюлозы и т.п.).

Независимо от вещественного состава, различия технологических и физико-химических свойств к керамическим шликерным массам предъявляют ряд общих требований, важнейшими из которых являются:

- однородность, агрегативная устойчивость шликера по всему объему;
- хорошая *текучесть* при относительно низком содержании связующего и обеспечение полного заполнения массой всех деталей форм;
- качественные внутренняя и наружная поверхности набранной массы;
- высокая скорость набора черепка, быстрая сушка массы в форме после слива шликера и минимальное корродирующее воздействие на форму;
- свободное отделение от формы, высокая плотность и связность (малая деформируемость) отливок.

Известны способы формования литьем - сливной, наливной, доливной (комбинированный).

Глиняный шликер должен удовлетворять следующим требованиям: иметь заданный химический и минералогический состав; обладать необходимой подвижностью (текучестью) при минимальном содержании воды; иметь минимальную загустеваемость; не содержать газовых пузырьков и не вспениваться при отливке; быть устойчивым против расслаивания при длительном хранении; отличаться высокой фильтрующей способностью для быстрого образования стенки изделия на поверхности гипсовой формы; обеспечивать достаточную прочность изделий после отливки и сушки; иметь усадку, необходимую для выемки изделий из формы в максимально короткий срок без растрескивания.

Глины при контакте с водой способны увеличивать объем (*набухать*). *Набухание* глины происходит вследствие того, что поляризованные молекулы

воды вклиниваются между отдельными агрегатами глинистых минералов, прежде всего монтмориллонита, и, адсорбируясь на их поверхности, увеличивают объем суспензии. На структуру суспензии влияет дисперсный состав добавок и их полярность. Комплекс характеристик добавок влияет на технологические параметры шликеров, на процесс формирования структурных особенностей отливаемого изделия и конечные свойства материала.

Набухаемость основана на том, что кристаллическая решетка монтмориллонита проявляет способность к расширению в присутствии жидкости. *Коллоидальность* так же, как и *набухаемость*, в основном зависит от степени диссоциации монтмориллонита. Диссоциация происходит под действием молекул воды, которые своими отрицательно заряженными полюсами, притягиваясь к обменным катионам, стремятся оторвать их от анионов, находящихся на поверхности коллоидных частиц. Чем выше диссоциация, тем больше коллоидальность бентонита.

В средних значениях *набухаемость* для гидротермальных бентонитов составляет 12,8 раз, вулканогенно-осадочных 8,1 раз, в том числе щелочных разновидностей 10 и щелочноземельных 3 раза. Осадочные и элювиальные бентониты набухают незначительно - в среднем не более чем в 3 раза. Высококачественные набухающие бентониты в среднем обладают *коллоидальностью* более 85%, гидротермальные 86,2%, вулканогенно-осадочные 98,0%, в то время как ненабухающие бентониты того же генетического типа - 40% (морские 35% и континентальные 44,5%). Щелочноземельные бентониты осадочного и элювиального типов характеризуются низкой набухаемостью и коллоидальностью, в среднем не превышающих 25%.

При шликерном способе формования образцов определяют *устойчивость* шликера, которая характеризует способность не оседать в течение десяти минут. Для этого все твердые компоненты шликера предварительно измельчают. Обычно размер частиц литьевого шликера, кроме шамотизированного, не должен превышать 100 мкм. Стабильность шликера поддерживают за счет длительного механического перемешивания и введения добавок, состоящих из электролитов, например жидкого стекла, соды и др.

Вязкость (текучесть) шликера определяется как время (секунды), за которое стандартный объем шликера (обычно 100 мл) вытекает через калибровочное отверстие вискозиметра (обычно диаметром 4 мм). Вязкость шликера при сливном способе (влажность 31-34%) должна достигать 10-15 с., при наливном (30-32%) – 15-20 с.

Глинистые суспензии имеют свойство образовывать внутренние структуры, разрушающиеся при интенсивном перемешивании и загустевающие в состоянии покоя. Поэтому текучесть шликера существенно зависит от времени, которое прошло с момента прекращения перемешивания. Отношение текучести, измеренной после 30-минутного стояния шликера (без перемешивания), к текучести, измеренной после 30-секундного стояния, называют *загустеваемостью*. Нормальный шликер должен иметь *коэффициент загустеваемости* 1,5-2,5 (табл. 3).

Слишком низкие значения свидетельствуют о низкой способности структурироваться – замедленном времени набора массы. Вязкость шликера регулируют введением воды и электролитов. Традиционные добавки – жидкое стекло, кальцинированная сода, углещелочной реагент, триполифосфат натрия. Типичное содержание – 0,05-0,50%.

Приготовленный шликер при выдерживании в спокойном состоянии загустевает, а при встряхивании или интенсивном перемешивании, а также при вибрации, воздействии ультразвука вновь разжижается без добавления воды. Такое загустевание называется *тиксотропным упрочнением*.

Таблица 3

Свойства литейных шликеров

Технологические параметры шликеров	Шликер из массы:		
	Фарфоровой	Полуфарфоровой	Фаянсовой
Остаток на сите № 0056 (размер отверстия 56 мкм), %	1-2	5-8	11-12
Влажность, %	32-34	30-32	29-30
Плотность, г/см	1,75-1,76	1,75-1,76	1,75-1,76
Коэффициент загустеваемости	1,8-2,2	2,0-2,2	2,0-2,5

Рабочее задание

Замерить и рассчитать набухаемость и коллоидальность глин. Приготовить шликер из полученных от преподавателя глин и добавок, замерить его текучесть. Графически сравнить параметры двух глин.

Оборудование и реактивы

1. Фарфоровая ступка с пестиком;
2. Сито с диаметром отверстий 1 мм;
3. Цилиндр на 15 см³;
4. Мерный стакан с отверстиями на дне – 2 шт.
5. Весы аналитические МИДЛ МЛ 0,11-П В1ЖА
6. Вискозиметр лабораторный ВЗ-4;
7. Секундомер;
8. Глины – два вида.
9. Добавки (жидкое стекло, сода- Na₂CO₃, оксид магния - MgO).

Экспериментальная часть

На примере двух различных глин изучают влияние добавок на характеристики глин и шликера, по которым делают вывод о технологических параметрах глины.

Набухаемость,

При полном насыщении водой глинистых пород объем у них может увеличиться в 1,5.-2,0 раза. Коэффициент свободного набухания определяется как относительное увеличение объема породы при ее полном увлажнении [1-2].

В мерном стакане уплотнялась глина на 10 мл. Стакан с таблеткой глины помещали в резервуар с водой. После набухания измеряли объем глины.

$$K_{наб} = \frac{V_{вл}}{V_{сух}} \cdot 100 \% , \quad (4)$$

Где $V_{вл}$ – объем насыщенного водой образца, $V_{сух}$ – объем сухого образца.

Коллоидальность в K в % вычисляют по формуле 5 [3].

Определить коллоидальность двух глин.

Навеску глины массой 0,5 г помещают в мерную пробирку, наливают воду до общего объема 15 см³ и взбалтывают до получения однородной суспензии. Добавляют 0,1 г оксида магния и снова взбалтывают в течение 1 мин. Затем пробирку оставляют в покое на 24 ч.

На следующем занятии измеряют объем V образовавшегося осадка и далее вычисляют коллоидальность K , %, по формуле:

$$K = \frac{V}{15} \cdot 100 \% \quad (5)$$

Делают сравнительный анализ о набухаемости и коллоидальности двух глин.

Шликер и его параметры

600 г. сухой глины размолоть в ступке и просеять через сито № 1. Из 150 г. глины приготовить шликер влажностью 35-45% (в зависимости от вида глины).

Влажность – содержание воды в исходном сырье, керамической формовочной массе или полуфабрикаты выражают в процентах по отношению к общей массе влажного или сухого материала.

Значения влажности абсолютной и относительной рассчитывают по формулам:

$$W_{аб} = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100\%; \quad (6)$$

$$W_{отн} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100\%, \quad (7)$$

где m_1 и m_2 - масса влажного и сухого материала, г.

Приготовленный шликер должен легко вытекать через калибровочное отверстие вискозиметра (рис. 3). Далее следует определить текучесть и коэффициент загустеваемости шликера на двух пробах.

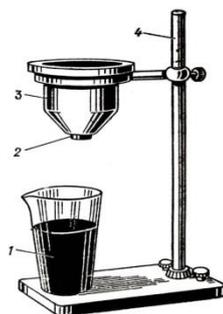


Рис. 3. Вискозиметр лабораторный ВЗ-4

1. чаша для слива шликера; 2.- калибровочное отверстие; 3. резервуар для шликера из нержавеющей стали, (100 мл); 4. штатив.

Полученные данные заносятся в таблицу 4.

Таблица 4.

Технологические параметры шликера

Состав массы	Влажность шликера, %	Время истечения через 30 с	Время истечения через 30 мин	Коэффициент загустеваемости

По результатам выполненной работы каждый студент оформляет отчет, который должен содержать:

- краткое описание работы;
- характеристику набухаемости и коллоидальности глин;
- график зависимости коэффициента загустеваемости от количества добавки;
- вывод по графическому материалу.

Контрольные вопросы

1. Набухаемость и ее определение.
2. Коллоидальность и ее определение
3. Что такое шликер и для каких целей он используется?
4. Какие основные технологические параметры являются характеристикой шликерной технологии формования материалов?
5. Как влияет добавка отощителя на характеристики шликера ?
6. Как определяют вязкость (текучесть) шликера?
7. Что понимают под тиксотропным упрочнением?
8. Как рассчитать коэффициент загустеваемости шликера?

Литература

1. Янченко Г.А. О коэффициентах разрыхления и набухаемости горных пород / Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2019.–№ 2.– С. 206–213.
2. ГОСТ 12248.6-2020. Грунты. Метод определения набухания и усадки. Введен 01.06. 2021. – 15 с.
3. ГОСТ 3594.10-93. Глины формовочные огнеупорные. Методы определения коллоидальности. Введен 01.01.1995. – 5 с.
4. Мороз Н.Н. Фарфор, фаянс, майолика.– Киев:Техника. 1975.– 315 с.
5. Масленникова Г.Н., Мамаладзе К.Н. и др. Керамические материалы. – М. Стройиздат. 1991. – 290 с.

Лабораторная работа № 4.

Исследование свойств стекол и диэлектрика,

влияние температуры

Цель работы

Приобретение студентами практических навыков исследования свойств стекол как диэлектрика, влияние температуры.

Общие положения

Стекло становится проводником только когда оно расплавлено. И то не всякое стекло. Кварцевое стекло, например, даже в расплавленном состоянии ток не проводит. Для электропроводности нужны подвижные носители

заряда, ионы. А в стекле, которое не расплавлено, таких подвижных ионов нет. Именно поэтому шар из стекла - диэлектрик и ток не проводит.

Пленки стекла играют важную роль в технологии элементов электронной техники. Они используются как ответственные элементы полупроводниковых приборов, стеклоэмалевых конденсаторов и резисторов, компонентов микро-, опто- и акустоэлектроники и как вспомогательные материалы в технологии производства полупроводниковых приборов (например, как источники диффузанта), а также для герметизации полупроводниковых приборов с целью защиты их от механических воздействий и химической коррозии, попадания влаги и примесей, ухудшающих их электрические характеристики.

Спектр применения пленок стекла довольно широк:

- защитные пленки для бескорпусной защиты СБИС и толстопленочных БГИС;
- межслойная изоляция;
- пассивация и стабилизация полупроводниковой поверхности;
- планаризация развитого рельефа;
- источник диффузионного легирования.

Защита полупроводниковых приборов и интегральных схем стеклом часто проводится комплексным методом, то есть стекло используют в сочетании с другими защитными покрытиями: плёнками нитрида кремния или оксидов металлов, что позволяет добиться высоких электрических характеристик приборов.

Слой защитного стекла можно наносить как на чистую полупроводниковую поверхность с р-п-переходом, так и на слой оксида или пассивированную поверхность. Кроме того, стекло может защищать часть металлических выводов, смежных с полупроводниковым материалом, для укрепления всей структуры прибора. Достоинство защиты поверхности полупроводниковых материалов методом нанесения на нее различных стекол заключается в том, что стекла обладают целым рядом ценных химико-физических свойств. К ним относятся влагонепроницаемость, нерастворимость в воде, кислотах и органических растворителях, устойчивость к кислороду даже при температуре размягчения, низкая реактивность по отношению к керамике, стабильность к расстекловыванию и широкая область стеклообразования.

Действие стекол не ограничивается лишь простой защитой от внешних воздействий. Стекла, находясь в жидком состоянии, действуют как геттеры нежелательных легкоподвижных ионов (Na^+ , K^+ , Cu^{2+} , Ag^+), блокируя их в своем объеме и стабилизируя тем самым параметры приборов. Это

характерно для пленок боросиликатного (БСС), фосфоросиликатного (ФСС) и борфосфоросиликатного (БФСС) стекол. Следует отметить, что оплавление ФСС и БСС сглаживает рельеф, что улучшает воспроизведение ступенчатого рельефа при его покрытии металлической плёнкой и способствует облегчению формирования топологического рисунка слоя металлизации [1].

При действии электрического поля на диэлектрик в нем протекает процесс поляризации.

Поляризация – ограниченное смещение связанных зарядов или ориентация полярных молекул под действием электрического поля.

Количественной мерой поляризации единицы объема диэлектрика служит *поляризованность* P , являющаяся векторной суммой индуцированных дипольных моментов p_0 всех (n) частиц (микрообъемов) диэлектрика:

$$P = \varepsilon_0 n \alpha E, \quad (8)$$

где $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$ – абсолютная диэлектрическая проницаемость вакуума, Ф/м; α – поляризуемость данной частицы (микрообъема), E' – напряженность локального электрического поля, действующего на частицу (микрообъем).

Поляризуемость α является микроскопической характеристикой поляризации диэлектрика.

Для линейных диэлектриков в области слабых электрических полей:

$$P = \varepsilon_0 (\varepsilon - 1)E = \varepsilon_0 \chi E, \quad (9)$$

где ε – относительная диэлектрическая проницаемость, χ – диэлектрическая восприимчивость, E – напряженность электрического поля, действующего на диэлектрик.

Относительная диэлектрическая проницаемость ε характеризует способность вещества к поляризации, является макроскопической характеристикой поляризации диэлектрика.

Численное значение относительной диэлектрической проницаемости показывает, во сколько раз увеличивается емкость конденсатора при замене вакуума между его обкладками на исследуемый диэлектрик:

$$\varepsilon = C_x / C_0 = 1 + C_d / C_0 \geq 1 \quad (10)$$

где C_x – суммарная емкость конденсатора, Ф; C_0 – емкость конденсатора с вакуумом между обкладками, Ф; C_d – емкость конденсатора, обусловленная поляризацией диэлектрика, Ф.

Из (10) следует, что ε не может быть меньше единицы. Для вакуума $\varepsilon = 1$.

Емкость плоского конденсатора определяется по выражению:

$$C_x = \varepsilon \varepsilon_0 \frac{S}{d}, \quad (11)$$

где S – площадь электрода, м²; d – толщина диэлектрика между электродами, м.

Из (11) получим:

$$\varepsilon = \frac{C_x}{S} d \cdot \frac{1}{\varepsilon_0}, \quad (12)$$

$$TK_\varepsilon = \frac{1}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dT}, \text{ К}^{-1} \quad (13)$$

Диэлектрические потери - часть энергии приложенного электрического поля, которая поглощается в диэлектрике. Эта энергия превращается в тепло и нагревает диэлектрик.

Релаксационные виды поляризации сопровождаются нагревом диэлектрика, то есть сопровождаются потерями энергии электрического поля. Упругие виды поляризации не вызывают потерь энергии электрического поля в диэлектрике.

Диэлектрические потери анализируют с помощью эквивалентных схем диэлектрика и векторных диаграмм. Эквивалентная схема диэлектрика представляет собой в виде электрической емкости последовательно или параллельно соединенные активное сопротивление R и реактивное сопротивление C_x .

Из этой диаграммы (рис. 4) следует, что

$$\operatorname{tg} \delta = I_a / I_p \quad (14)$$

Таким образом, $\operatorname{tg} \delta$ - это отношение активной и реактивной составляющих тока, возникающих под действием переменного (синусоидального) напряжения, приложенного к образцу диэлектрика.

Так как оба элемента схемы замещения (R и C) находятся под одинаковым напряжением, то отношение мощностей этих элементов оказывается равным отношению токов, протекающих через них. Поэтому тангенс угла потерь показывает, какую часть от реактивной мощности

составляет мощность активных потерь.

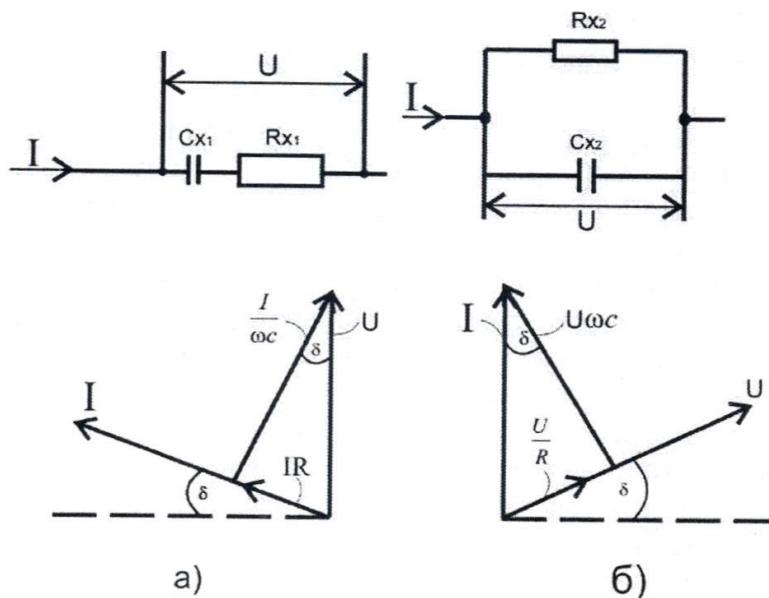


Рис. 4. Последовательная (а) и параллельная (б) схемы замещения реального конденсатора и соответствующие векторные диаграммы.

Физически *угол диэлектрических потерь* - угол, дополняющий до 90° угол фазового сдвига между током и напряжением в емкостной цепи. Для идеального диэлектрика вектор тока в такой цепи будет опережать вектор напряжения на 90° , при этом угол диэлектрических потерь δ будет равен нулю. Чем больше рассеиваемая в диэлектрике мощность, переходящая в теплоту, тем меньше угол фазового сдвига и тем больше угол и его функция $\operatorname{tg}\delta$.

Недопустимо большие диэлектрические потери в электроизоляционном материале вызывают сильный нагрев изготовленного из него изделия и могут привести к его тепловому разрушению. Даже если напряжение, приложенное к диэлектрику, недостаточно велико для того, чтобы за счет диэлектрических потерь мог произойти недопустимый перегрев, то и в этом случае большие диэлектрические потери могут принести существенный вред, увеличивая, например, активное сопротивление колебательного контура, в котором использован данный диэлектрик, а, следовательно, и величину затухания.

Рабочее задание

1. Изучить теоретические основы поляризации и диэлектрических потерь в твердых диэлектриках.

2. Освоить методику определения относительной диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь стеклянного образца на лабораторном стенде МВ – 004.

Оборудование

1. Лабораторный стенд (рис. 5) [5].

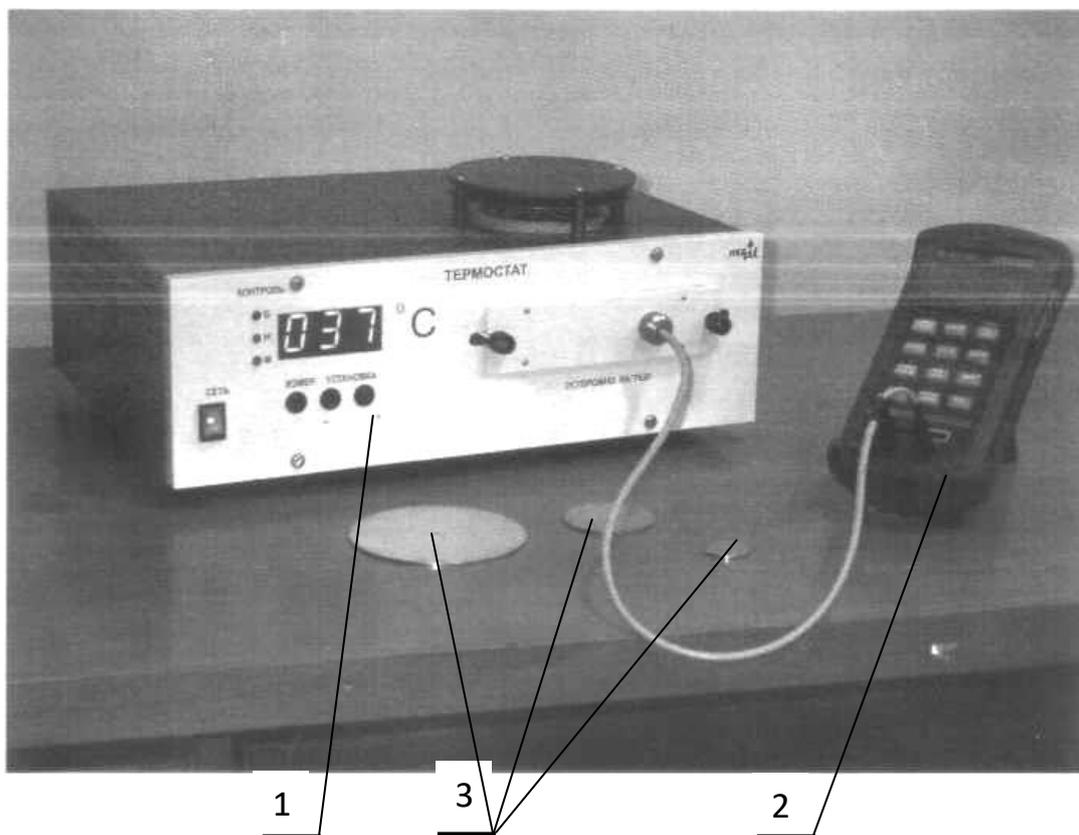


Рис. 5. Внешний вид лабораторного стенда:

1 – термостат, 2 – измеритель емкости и тангенса угла диэлектрических потерь RLC E7-22, 3 – сменные электроды [5].

2. Стеклянные образцы.

Экспериментальная часть

1. Изучить теоретический материал, достаточный для выполнения лабораторной работы. Ответить на контрольные вопросы и получить у преподавателя допуск к проведению лабораторной работы.

2. Произвести измерение емкости $C_{изм}$ и тангенса угла диэлектрических потерь $tg\delta$ моделей конденсаторов прямым методом - измерителем RLC.

3. Результаты измерений емкости и тангенса угла диэлектрических потерь диэлектриков при различных температурах занесите в табл. 5.

4. По измеренным значениям емкости и тангенса угла диэлектрических потерь с учетом геометрических размеров испытуемого образца и электрода вычислите значения диэлектрической проницаемости и коэффициента диэлектрических потерь k_{Π} :

$$k_{\Pi} = \varepsilon \cdot \operatorname{tg} \delta, \quad (15)$$

По экспериментальным данным построить график зависимости ε , C , $\operatorname{tg} \delta$ от температуры.

Таблица 5

Влияние температуры на диэлектрические характеристики материалов

Диэлектрик	$d_{\text{эл}}, \text{ м}$	$t, ^\circ\text{C}$	$C, \text{ Ф}$	$\operatorname{tg} \delta$	$\varepsilon = \frac{C_x \cdot d}{S} \cdot \frac{1}{\varepsilon_0}$	$k_{\Pi} = \varepsilon \cdot \operatorname{tg} \delta$
Материал 1 ($h = \dots\dots\text{м}$)		20				
		35				
		50				
		65				
		80				

Контрольные вопросы

1. Приведите определение поляризации
2. Назовите основные механизмы поляризации
3. Приведите определение относительной диэлектрической проницаемости.
4. Что такое векторная диаграмма токов в диэлектрике? Как определяются по векторной диаграмме угол диэлектрических потерь δ и $\operatorname{tg} \delta$?
5. Физическая природа диэлектрических потерь.
6. Приведите определение тангенса угла диэлектрических потерь.

Литература

1. Холодкова Н.В. Технология материалов электронной техники: лабораторный практикум / Н.В. Холодкова, Т.Г. Шикова. Иван. Гос. Хим.-технол. Ун-т. – Иваново. 2013. – 181 с.
2. Колесов С.Н. Материаловедение и технология конструкционных материалов: Учеб. пособие для вузов/ С.Н. Колесов, И.С. Колесов. – М.: «Высшая школа», 2007.– 519 с.
3. Материаловедение. Технология конструкционных материалов. Под ред. Чередниченко В.С. – М: Издательство «Омега –Л», 2008. – 752 с.

4. Филиков В.А. Электротехнические и конструкционные материалы / В.А. Филиков, В.Н. Бородулин, В.Н. Матюнин, А.С. Воробьев – М.: «Академия», 2009. – 280 с.

5. Материаловедение (Электротехнические материалы) Лабораторный практикум / Сост.: О.С. Сироткин, А.Е. Сухарников, П.Б. Шibaев, А.М. Трубачева, И.А. Ж.Е. Бунтин, А. В. Рязанова. – Казань: Казан. Гос. энерг. ун-т, 2009. – 156 с.

Содержание

Введение	3
Лабораторная работа № 1.	4
Лабораторная работа № 2.....	10
Лабораторная работа № 3.	14
Лабораторная работа № 4.	21

Женжурист Ирина Александровна

Технология материалов и элементов электронной техники

Лабораторный практикум

по курсу

Электроника и наноэлектроника

(Кафедра материаловедения и технологии материалов КГЭУ)

Редактор издательского отдела