

«Получение электропроводящих покрытий на основе наночастицами серебра»

НИКИТИН ДМИТРИЙ АЛЕКСЕЕВИЧ

Цель проекта:

- ▶ Целью работы является получение электропроводящих покрытий на основе наночастиц серебра для нанесения на диэлектрические системы, с последующим изучением их свойств и устойчивости к механическим воздействиям.

Основные задачи проекта:

- ▶ 1. Анализ литературно-патентных источников по теме научно-исследовательской работы
- ▶ 2. Исследование методик коллоидного синтеза наночастиц серебра.
- ▶ 3. Определение размеров полученных наночастиц серебра.
- ▶ 4. Изучение методик нанесения электропроводящих покрытий на диэлектрики.
- ▶ 5. Получение составов на основе наночастиц серебра для нанесения на диэлектрики.
- ▶ 6. Изучение свойств полученных покрытий. 7. Исследование устойчивости к механическим воздействиям полученных покрытий.

Актуальность проекта:

- ▶ Актуальность и научная новизна работы заключается в получении и изучении механически устойчивых тонкопленочных токопроводящих покрытий на основе наночастиц серебра, применяемых в качестве подложки, для электролитического осаждения композиционных нанопокровтий различного функционального назначения.

Методы ИССЛЕДОВАНИЯ

- ▶ Металлизация диэлектриков при помощи активации поверхности хлоридом олова 2 (SnCl_2)
- ▶ Металлизация диэлектриков методом вжигания
- ▶ Получение наночастиц серебра при помощи их восстановления цитрат анионом
- ▶ Осаждение наночастиц из раствора
- ▶ Методы измерения электрических характеристик проводящих поверхностей

Механизм действия процесса:

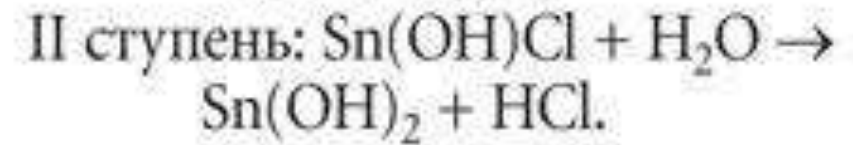
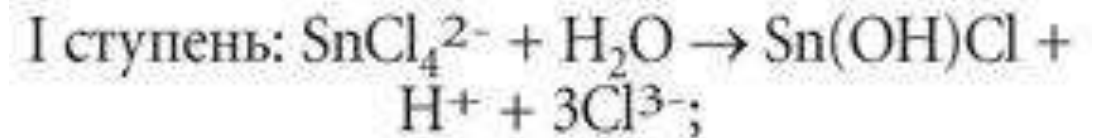
- ▶ Образование микроскопических зародышей, являющиеся катализатором дальнейшей реакции восстановления , в результате которой образовывается тонкий токопроводящий подслой
- ▶ На полученный слой при помощи метода электрохимического осаждения наносят слой меди
- ▶ Затем наносится любой другой металл, который предполагается использовать в качестве основного металлического покрытия.

Металлизация
диэлектриков
при помощи
активации
поверхности
хлоридом
олова 2 (SnCl_2)

- ▶ Процесс активирования и сенсibilизации (активация поверхности)-процесс приобретения поверхностью диэлектрика каталитических свойств в результате реакции химического восстановления металла.

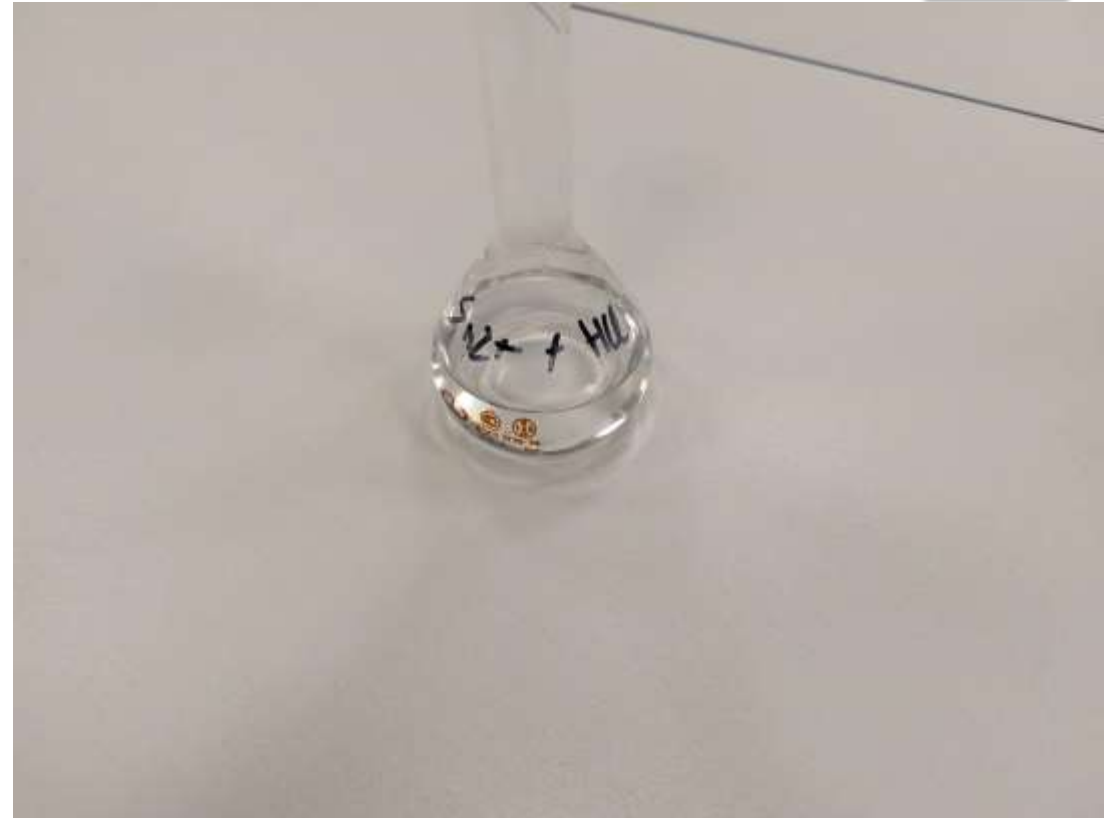
Присоединение олова (II) на поверхности происходит при промывании образца диэлектрика от раствора сенсibilизации, в результате реакции гидролиза солей олова.

Этот процесс можно представить следующими уравнениями реакции



Получение хлорида олова 2

- 1) Хлорид олова 2 (SnCl_2) получали из порошка металлического олова. 0,2 г порошка металлического олова тщательно перемешивали с 0,7 г хлорида аммония, после чего перемещали в пробирку.
- 2) При нагревании на стеках пробирки образовывался хлорид олова.
- 3) Пробирку охлаждаем, затем добавляем 1 мл воды и перемешиваем, наблюдая образование раствора хлорида олова 2 (SnCl_2)



Полученный раствор SnCl_2 для сенсабилизации поверхности дээлектриков

Получение коллоидного раствора наночастиц серебра

1) Для его получения 0,017 г азотнокислого серебра AgNO_3 растворяли в 25 мл.

Затем готовили раствор восстановителя на основе цитрат аниона, для этого отвешивали 0,012 г гидроксида натрия и 0,0045 г лимонной кислоты, после чего растворяли в 25 мл воды.

2) обезжириваем путем помещения и выдерживания его, в течение 10 минут, в насыщенном растворе гидроксида натрия NaOH

3) После этого образец обмывался в дистиллированной воде и помещался в раствор сенсибилизации SnCl_2 , так же на 10 минут.

4) После выдерживания образец диэлектрика снова обмывался дистиллированной водой и опускался в раствор наночастиц серебра



Образец диэлектрика в растворе наночастиц серебра

Поверхность диэлектрика, покрывается тонким электропроводящим слоем наночастиц серебра:

а – поверхность активирована



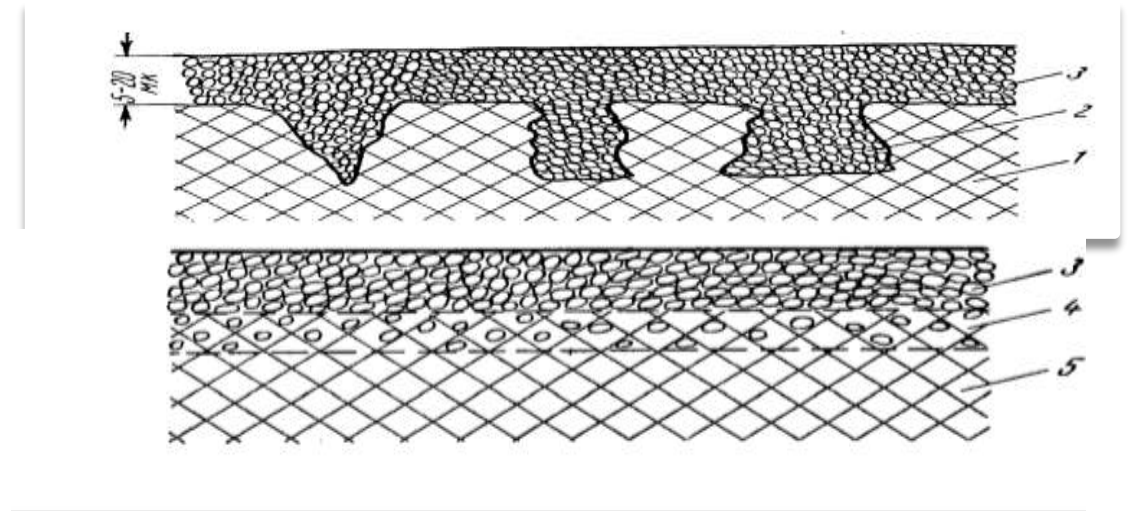
б – поверхность неактивирована



Металлизация диэлектриков методом вжигания

Металлизация вжиганием может применяться для материалов диэлектриков, выдерживающих температуру вжигания 550-850° С.

В ходе реализации метода вжигания применяют специальные пасты на основе соединений серебра, например азотнокислое, которое наиболее устойчиво при хранении. Наиболее дешевым вариантом плавня является свинцово-борное стекло. Рисунок 1 – Закрепление проводящего слоя на керамике, не содержащей стеклофазы (а), и на стекле (б):

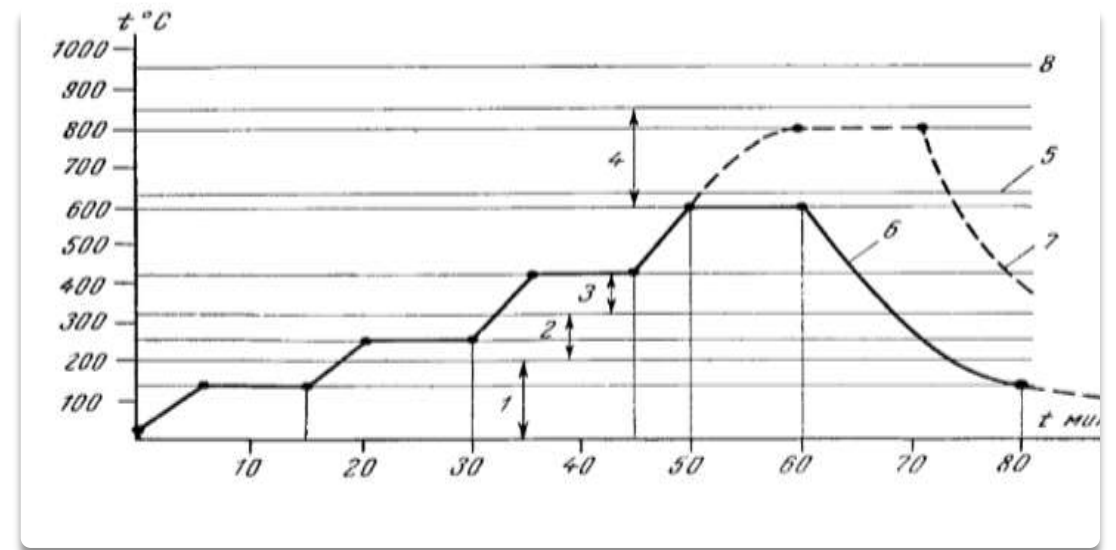


1 - керамика, не содержащая стеклофазы (феррит, сегнетокерамика);
2 - поры; 3 - вожженный слой затвердевшего коллоидного раствора металла в плавне; 4 - промежуточный слой взаимно диффундированные плавня и стекла основания; 5 - неорганическое стекло или ситал.

При реализации метода вжигания наиболее важным параметром является температурный режим процесса.

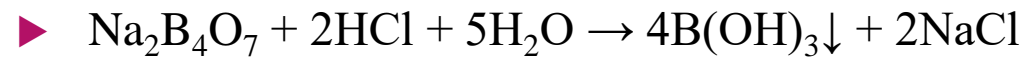
Рисунок 2 – График зависимости времени протекания процесса вжигания от температуры обжига.

1 - зона удаления жидких составляющих пасты (20-140°C); 2 - зона разложения и удаления канифоли (200-320°C); 3 - зона пиролиза соединений серебра (320-410°C); 4 - интервал вжигания (600-850°C); 5 - нижняя граница стеклования стеклянной подложки; 6 - график вжигания серебра в стекло; 7 - график вжигания серебра в керамику; 8 - температура плавления серебра (961°C).



Приготовление паст: Получение борной кислоты.

В качестве плавня применяли легкоплавкое свинцово-борное стекло, которое получали следующим образом. На первом этапе проводили синтез борной кислоты ($B(OH)_3$) из тетрабората натрия $Na_2B_4O_7$, для этого к раствору 1 части буры в 4 частях горячей воды прибавляли соляную кислоту (HCl) до окрашивания лакмуса в красный цвет (кислотная среда), после чего раствор охлаждали, наблюдая выпадение, в виде тонких чешуек, борной кислоты.



Борная кислота с примесями хлорида **натрия**.

Очиста борной кислоты: перекристаллизация

Перекристаллизацию борной кислоты проводили по следующей схеме:

- приготовление насыщенного при повышенной температуре раствора;
- быстрое фильтрование раствора, его охлаждение;
- отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора;
- промывание – сушка.

Из полученного осадка борной кислоты готовили насыщенный при 60°C раствор. Горячий раствор фильтровали, не допуская его охлаждения и выделения кристаллов.

Далее фильтрат упаривали на водяной бане, в фарфоровой чашке, до появления пленки на поверхности раствора



Фильтрация борной кислоты



Упаривание в водяной бане
фильтрат

После водяной бани отфильтровывают раствор от примесей и охлаждают.

Вследствии охлаждения фильтрата, чистая борная кислота выпадает в осадок, её фильтруют и сушат.



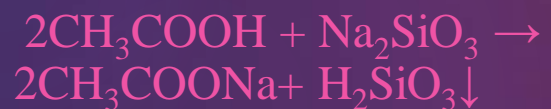
Фильтрация после водяной бани.



Охлаждение отфильтрованного раствора.

Приготовления оксида кремния

На следующем этапе приготовления стекла мы получали оксид кремния. Его получали из жидкого натрия стекла.



Вследствии данной реакции в осадок выпадает оксид кремния. Для очищения данный раствор прокаливают на плитке.



Прокаливание раствора оксида кремния



Высушенный оксид кремния

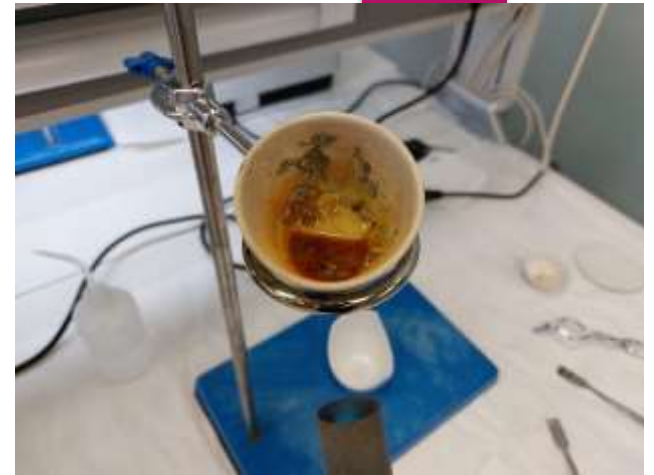
Приготовление легкоплавкого свинцово-борного стекла

Для приготовления легкоплавкого свинцово-борного стекла использовали оксид свинца (PbO), а так же, синтезированные на предыдущих этапах работы, оксид кремния (SiO_2) и борную кислоту ($B(OH)_3$). Все компоненты стекла тщательно перемешивали и растирали в фарфоровой ступке. Полученную смесь помещали в тигель и нагревали газовой горелкой

А)



Б)



В)



Приготовление стекла: а- готовое стекло б- стекло в жидком состоянии в- смешанные компоненты в тигеле.

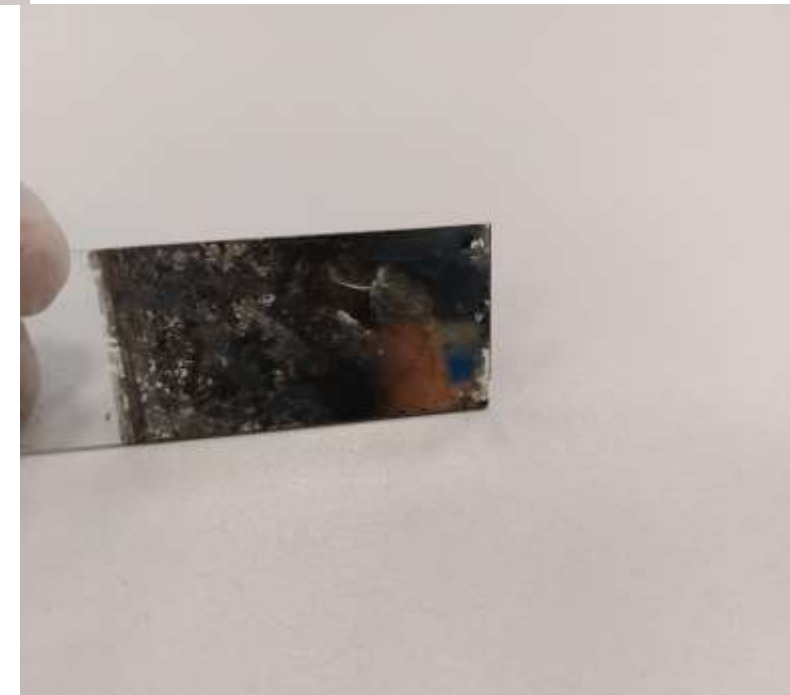
Связующий компонент для пасты

В качестве связующего компонента использовали 50% раствор канифоли в скипидаре. В него для увлечения времени высыхания добавляли 5% растительного масла. Для придания пасте пластичности добавляли 5% пластификатора, для снужения поверхностного натяжения добавляли 2% ацетона.



Приготовление связующего
компонента

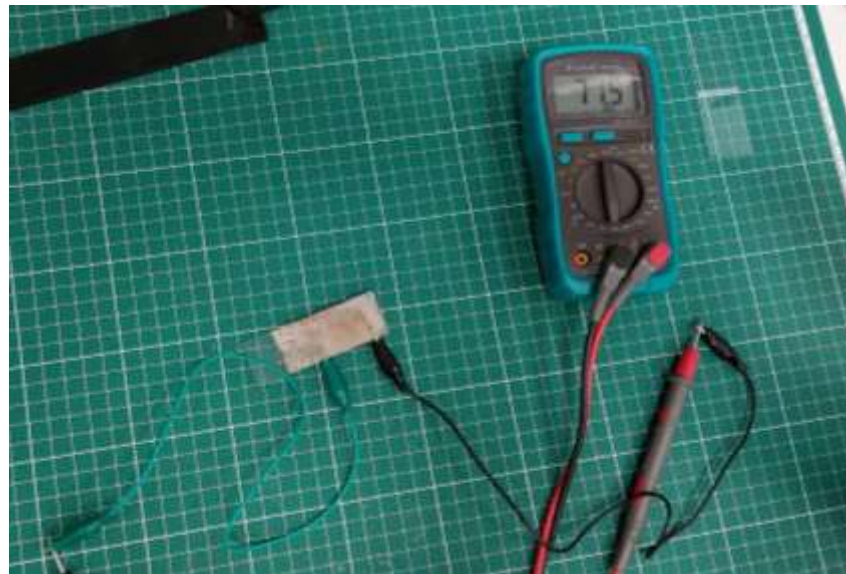
Установлено, что при металлизации диэлектрика методом вжигания поверхность обладает достаточно однородной поверхностью с малым количеством дефектов. Поверхность устойчива к механическим повреждениям.



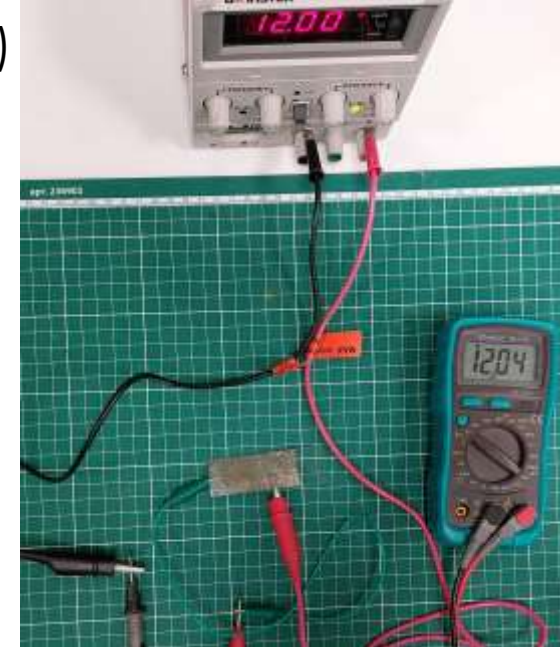
Измерение показаний

Таким образом, выявлено наличие проводимости на поверхности диэлектрика, обработанного наночастицами серебра при помощи метода вжигания. Показано, что полученная на поверхности пленка из наночастиц серебра обладает высокими характеристиками электрической проводимости, при этом напряжение на концах исследуемого образца составляет 12 В, а сопротивление поверхности – 71,5 Ом.

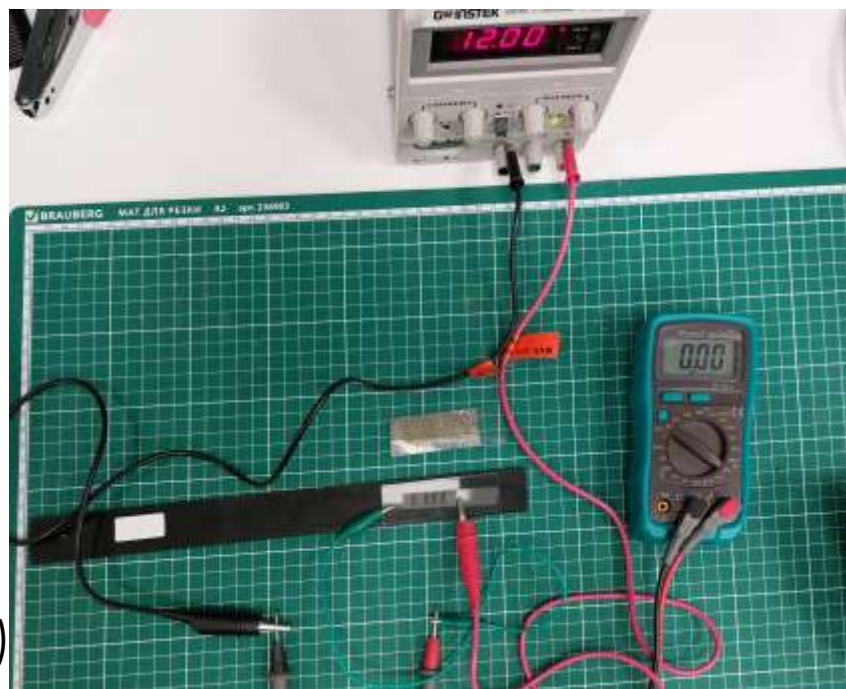
А)



Б)



Б)



Измерение электропроводимости и сопротивления на поверхности диэлектрика, прошедшего обработку методом вжигания: а – измерение сопротивления б – измерение электрической проводимости, в – измерение электрической проводимости контроль

Заключение

- ▶ Выявлено, что при металлизации диэлектрика методом вжигания поверхность диэлектрика обладает однородностью поверхности и практически лишена дефектов, а так же устойчива к механическим повреждения, обладает хорошей электропроводимостью и имеет низкое сопротивление.

Спасибо за внимание

Список используемой литературы.

- ▶ 1. Генденштейн Л.Э., Дик Ю.И. Физика.10 класс: учебник в 2-х частях (базовый и углубленный уровни). М.: Мнемозина, 2014. 304, 238 с.
- ▶ 2. Зубков Ю.Н. и [др.] Введение в нанотехнологии. Модуль физика: уч. 19 пособ. для учащихся 10-11 классов средних общеобразовательных учреждений. СПб: Образовательный центр «Участие», 2012. 160 с.
- ▶ 3. Бега Р.К., Лебедев В.В., Хлюстиков И.Н. Электростатика. М.:МЦНМО, 2008. 320 с.
- ▶ 4.Иванов-Есипович. И.К. Физико-Химические основы производства радиоэлектронной аппаратуры.
- ▶ 5.Гальванические покрытия диэлектриков. Справочник-МИ.Белорусь.1987.—176 с.
- ▶ 6. Hill T.L. Thermodynamics of small systems. New York: Dover Publications, 1994. P. 100-105.
- ▶ 7. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. Москва: Физматлит, 2005. 416 с. 8. Ijung Kim, Andrew J. Worthen, Keith P. Johnston, David A. Di Carlo, Chun Huh. Size-dependent properties of silica nanoparticles for Pickering stabilization of emulsions and foams. J Nanopart Res. 2016. vol. 18, P. 82-94