

« Получение электропроводящих покрытий на основе наночастиц серебра »



Цель и задачи проекта:

ЦЕЛЬ РАБОТЫ:

Целью работы является получение тонкопленочных токопроводящих покрытий на основе частиц серебра для нанесения на диэлектрические системы, с последующим изучением их свойств.

Задачи:

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

Актуальность работы:

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

Методы исследования и Механизм действия процесса:

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 частиц из раствора

Механизм действия процесса:

Образование микроскопических 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 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.

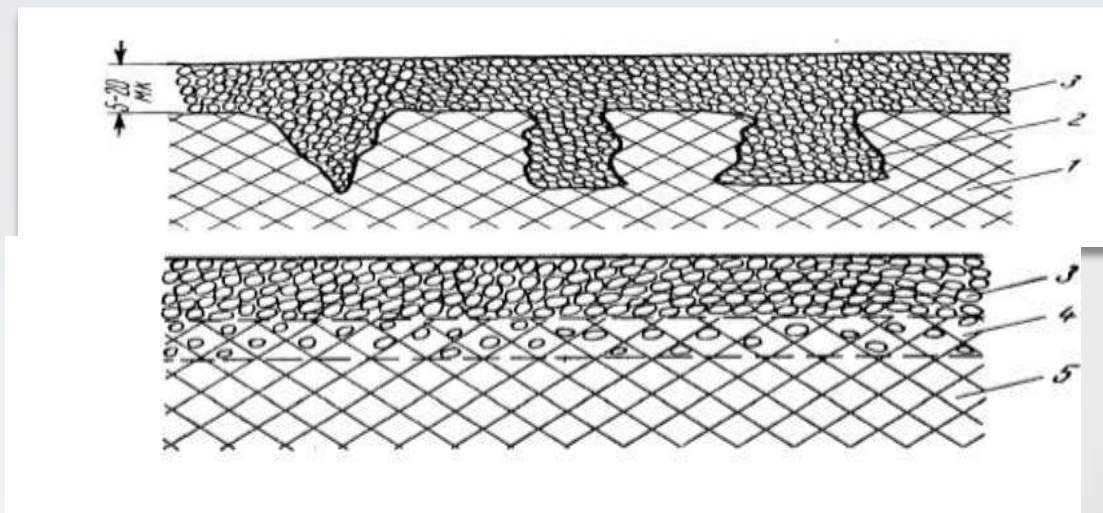


Рисунок 1 – Закрепление проводящего слоя на керамике, не содержащей стеклофазы (а), и на стекле (б).

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

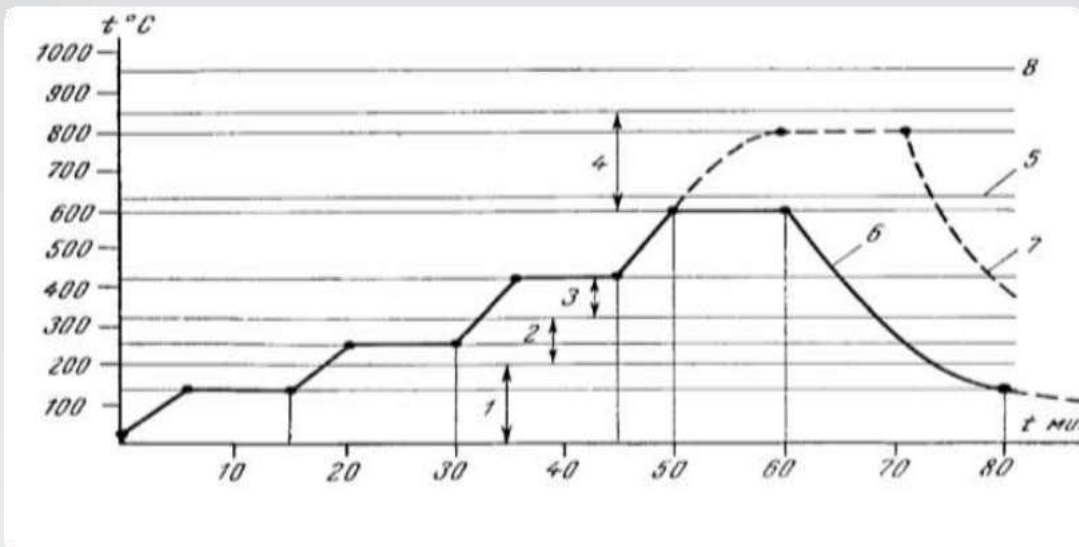


Рисунок 2 – График зависимости времени протекания процесса вжигания от температуры обжига.

1 - зона удаления жидких составляющих пасты (20- 140°С);

2 - зона разложения и удаления канифоли (200-320° С);

3 - зона пиролиза соединений серебра (320-410° С);

4 - интервал вжигания (600-850° С);

5 - нижняя граница стеклования стеклянной подложки;

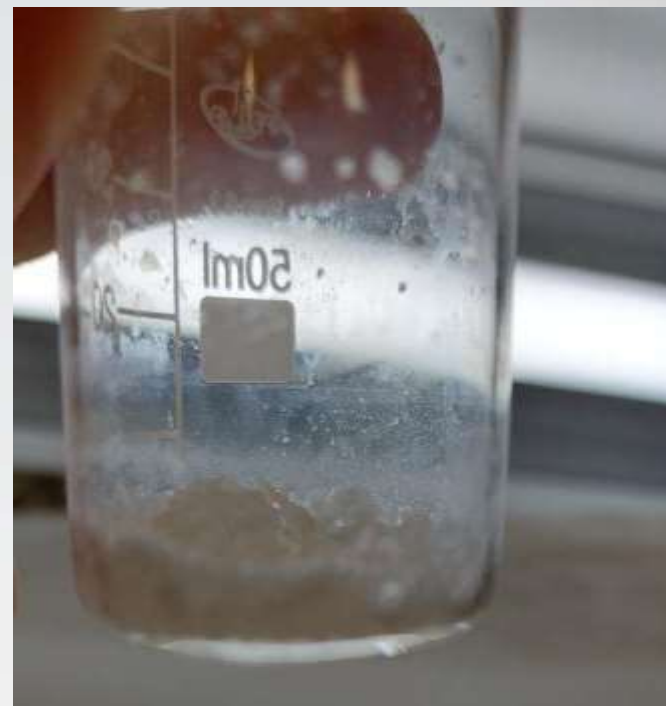
6 - график вжигания серебра в стекло;

7 - график вжигания серебра в керамику;

8 - температура плавления серебра (961° С).

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°С 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



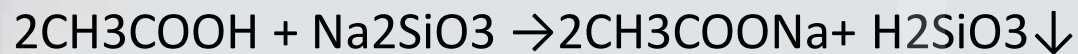
Фильтрация борной кислоты

Упаривание в воденой бане



Приготовления оксида кремния:

На следующем этапе приготовления стекла мы получали оксид кремния. Его получали из жидкого натриевого 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 и результаты:

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.



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

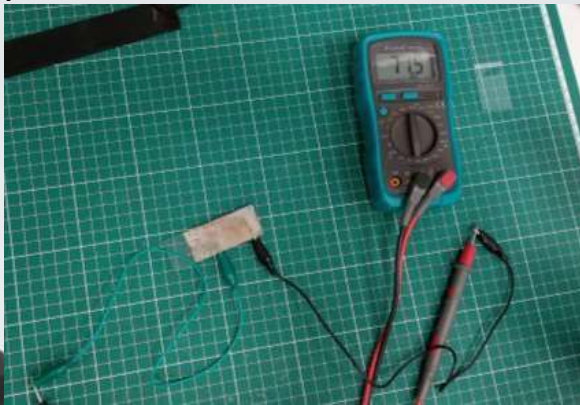
Приготовление связующего компонента



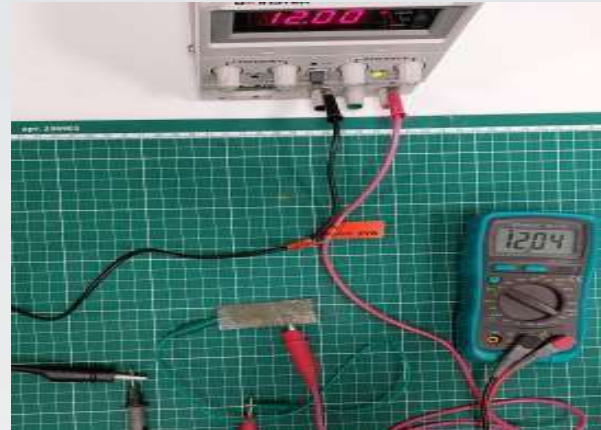
Измерение показаний:

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)



В)



Б)

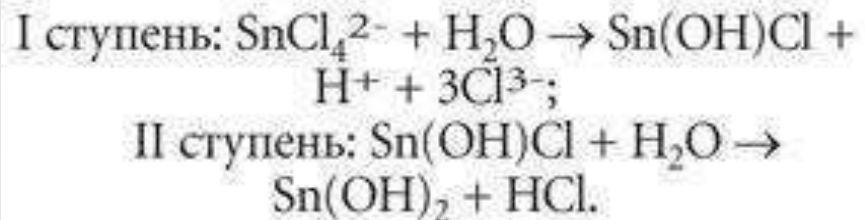


Измерение электропроводности и сопротивления на поверхности диэлектрика, методом вжигания:
а – прошедшего обработку измерение сопротивления
б – измерение электрической проводимости, в – измерение электрической проводимости контроль

Металлизация диэлектриков при помощи активации поверхности

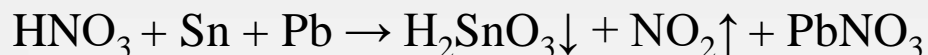
Хлоридом олова:

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

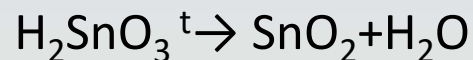


- Присоединение олова (II) на поверхности происходит при промывании образца диэлектрика от раствора сенсбилизации, в результате реакции гидролиза солей олова.

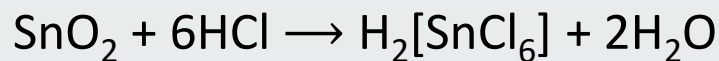
Синтез раствора хлорида олова 2 (SnCl₂) производили при помощи выделения соединений олова из свинцово-оловянного Pb-Sn припоя.



Полученную α-оловянной кислоту подвергали термическому разложению до оксида олова (II) SnO₂ при помощи воздействия открытого пламени газовой горелки, а так же путем обжига в муфельной печи при температуре 1100 оС.



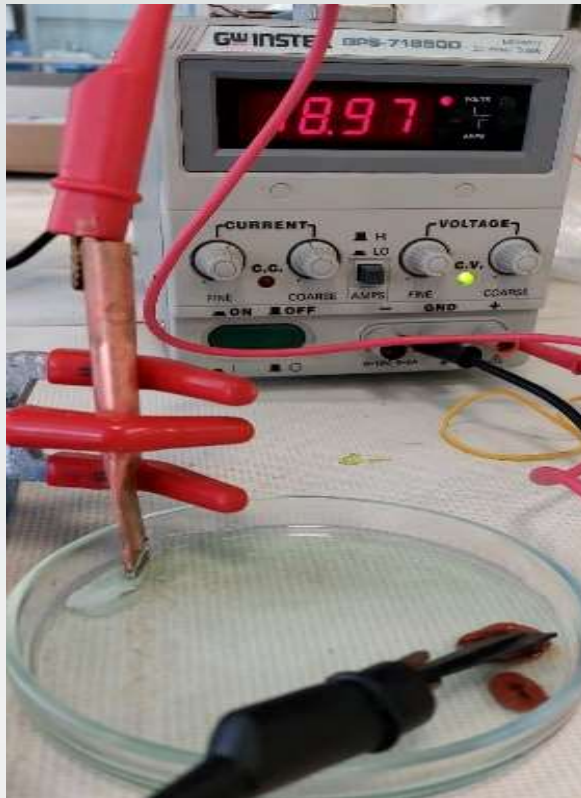
Полученный SnO₂ растворяли в соляной кислоте с образованием гексахлоростаннат (IV) водорода – неорганическое соединение, сильная кислота с формулой H₂[SnCl₆], бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде, устойчив в виде кристаллогидрата



Изготовленный оксид олова (II) SnO₂



Получившийся раствор SnCl_4 подвергали реакции восстановления при помощи метода электролиза. В ванну с заранее наполненной электролизёром, с раствором SnCl_4 , помещаются угольные и медные электроды, при включении прибора пропускается постоянный электрический ток, под действием которого происходят процессы восстановления на катоде, подключённому к отрицательному полюсу и окисления на аноде, подключённому к положительному полюсу. По окончании электролиза на катоде видны кристаллы выпавшего металлического олова.



Заключение

1. В результате проведенного литературного анализа исследуемой тематики рассмотрены наиболее реализуемые методы металлизации поверхности диэлектриков.
2. Получены наночастицы серебра в виде коллоидного раствора со средним размером частиц 45-50 нм.
3. Рассмотрен метод металлизации поверхности диэлектриков при помощи процесса вжигания с использованием специализированной пасты. Самостоятельно, химическим путем, получены компоненты необходимые для изготовления легкоплавкого борно-свинцового стекла (плавня), такие как борная кислота и химически чистый оксид кремния. Подобраны составы связующей и твердой составляющих пасты для вжигания.
4. Показано, что использование методов вжигания и осаждения с последующей тепловой обработкой являются одинаково эффективными, однако стоит отметить, что метод вжигания при помощи специально подготовленных паст является более энерго- и трудозатратным, что указывает на наибольшую эффективность метода осаждения.
5. Выявлено, что при металлизации диэлектрика методом вжигания поверхность диэлектрика обладает однородностью поверхности и практически лишена дефектов, а так же устойчива к механическим повреждениям, обладает высокой электрической проводимостью и имеет низкое сопротивление.
6. Методами ионного обмена, осаждения, термического разложения и электролиза, получен хлорид олова (II), который предполагается использовать для выполнения методики активации поверхности диэлектрика с дальнейшей его обработкой токопроводящими покрытиями на основе наночастиц серебра.