

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

по научной работе и качеству

АО «НИТС им. В.Ф. Солинова»,

доктор технических наук

Ю.И. Машир



« 03 » 06 2019 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу Чакветадзе Джулии Кобаевны «Припоечные композиты на основе стекол систем $PbO-V_2O_3$ и $R_2O-SnO-P_2O_5$ ($R=Li, Na, K$)», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

В промышленности технологичным инструментом, позволяющим получать надежные спаи различных изделий при определенных температурах, значениях ТКЛР, растекаемости, электроизоляционных характеристик и прочих параметрах, являются припоечные материалы на основе легкоплавких стекол. Они активно используются во всевозможных областях техники: при герметичном соединении материалов, конструкций и узлов полупроводниковых приборов, в вакуумной технике, микро- и оптоэлектронике, волоконной оптике, для спаивания стеклопластин при изготовлении газоразрядных индикаторных панелей, стеклопакетов, интегральных сенсоров и проч. В работе особое внимание уделяется применению стекокомпозиций в целях склейки корпусов интегральных схем, использующихся для нужд ракетостроения.

Несмотря на разнообразие и важность областей применения, производство соответствующих материалов на территории РФ не осуществляется уже несколько десятков лет, с момента ликвидации НИИЭС и МЭЛЗ. В связи с этим диссертационная работа Чакветадзе Д.К., посвященная изучению легкоплавких стеклоприпоечных материалов и модернизации технологии их производства, несомненно, является актуальной.

Среди большого разнообразия легкоплавких стеклоприпоев наиболее широкое распространение в промышленности получили высокосвинцовые стекла. Корректировка ТКЛР в них проводится с помощью вариаций соотношения стекла и наполнителя. В настоящий момент влияние granulometрии компонентов припоечных композиций на их свойства и процессы спаивания изучено крайне мало. Кроме того, свинец и его соединения входят в перечень материалов, нежелательных для использования при производстве электроники, в связи с растущими требованиями экологической безопасности. В странах Европейского Союза уже более десяти лет действует директива, законодательно ограничивающая их применение. Однако свинцовые стекла, применяемые в качестве припоечных материалов, отличаются редким сочетанием высокой легкоплавкости и удовлетворительной химической стойкости, что несвойственно многим другим составам стекол с низкими температурами стеклования. Зачастую попытки повышения химической стойкости приводят к повышению температур стеклования и спаивания, что ограничивает применение таких стекол для изделий электроники. В связи с этим, возможность полного отказа от свинецсодержащих стекол в пользу бессвинцовых неочевидна. Таким образом, в работе диссертанта поставлены две актуальные задачи: модернизация технологии получения свинцово-боратных стеклокомпозиций с учетом дисперсности компонентов и их влияния на свойства припоев и процессы спаивания, а также разработка

экологически-безопасного материала, обладающего аналогичными свинцово-боратным композициям свойствами.

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, выводов, списка литературы, включающего 123 наименования, и приложения. Она изложена на 141 страницах, включает в себя 30 таблиц и 36 рисунков.

Во введении содержится информация о научной и практической значимости работы, поставленных целях и задачах, обоснована актуальность проводимых исследований.

Первая глава посвящена аналитическому обзору литературных данных, относящихся к известным на сегодняшний день легкоплавким стеклам, наполнителям и композициям. В обзоре автор использует большое количество современных зарубежных публикаций в научно-периодической и патентной литературе, а российские источники, как правило, относятся к более ранним исследованиям, что также говорит об отсутствии отечественных производителей стеклоприпоечных материалов. Проанализировав существующие данные, дисертант выбирает объекты для своего исследования.

Используемый в работе набор физико-химических методов исследования, представленный во второй главе, представляется достаточным для решения поставленных задач. Достигнутые в ходе выполнения результаты представлены в третьей главе.

В ходе исследования свинцово-боратных стеклокомпозиций автор обнаружил ярко-выраженную зависимость их свойств от дисперсности наполнителя – титаната свинца. Для одного и того же состава композиции, отличающегося только гранулометрией наполнителя, вариации в значениях ТКЛР составляли до $30 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Схожая зависимость была обнаружена при исследовании олово-фосфатных стекол с β -эвкриптитом.

Известно, что в процессе помола, часть энергии удара мелющих тел запасается в измельчаемом веществе в виде дефектов его структуры, тем самым увеличивая его внутреннюю энергию. Это приводит к изменению

упругих характеристик материала, что хорошо известно при переходе в наноразмерную область. Выдвинув предположение о том, что подобные изменения могут реализовываться для микрочастиц, диссертант провел обратный расчет по формуле Кинегри и обнаружил, что упругие константы наполнителя действительно изменяются в зависимости от степени его измельчения. Выявленные закономерности обеспечивают контролируемое воздействие на свойства (ТКЛР, растекаемость и прочность спая) стеклокомпозитов при помощи изменения дисперсности наполнителя.

Другим интересным результатом является значительное повышение электроизоляционных свойств стекол на основе системы $R_2O-SnO-P_2O_5$ (RSP), где $R = Li, Na$ и/или K , при оптимизации содержания щелочей и использовании полищелочного эффекта. Разработанные составы стекол RSP системы по совокупности параметров не уступают традиционно применяемым свинцово-боратным стеклоосновам и подходят в качестве их альтернативы при разработке припоечных стеклокомпозиций.

Подводя итог обсуждению диссертационной работы, следует отметить, что Чакветадзе Д.К. проведено полное, методологически выверенное исследование, имеющее, помимо упомянутого выше научного вклада, также высокую прикладную значимость. В производство корпусов интегральных схем на «НПО Автоматики» внедрена разработанная и запатентованная стеклокомпозиция на основе свинцово-боратного легкоплавкого стекла и кристаллического наполнителя – титаната свинца с учетом гранулометрии компонентов.

Кроме того, спроектирована экологически-безопасная композиция на основе олово-фосфатного стекла с β -эвкрипитом, обладающая аналогичными свойствами.

Диссертантом выявлены диапазоны значений удельных поверхностей компонентов композиций, оптимальные для склейки керамических корпусов интегральных схем.

В целом работа производит благоприятное впечатление, но не лишена некоторых незначительных недостатков:

1. При разработке олово-фосфатного стекла проводился эксперимент по вариации содержания оксида олова за счет изменения концентрации всех остальных компонентов в равных долях. На графике, отображающим изменения свойств (рис. 30 б), схож ход кривой объемного удельного электросопротивления и химической стойкости, выраженной через потери массы при кипячении. Это несколько необычно, так как оба параметра зависят от связности структуры и подвижности щелочных катионов, соответственно, при увеличении электросопротивления ожидается уменьшение потерь по массе при кипячении.
2. Данные по прочности свинцово-боратной композиции с титанатом свинца приведены без учета доверительного интервала или среднеквадратичного отклонения, что представляется несколько некорректным.
3. На рис. 22 не приведена расшифровка обозначений, а восприятие рисунка затруднено обилием схожих линий, целесообразнее было бы сделать их цветными.
4. Микрофотографии со сканирующего электронного микроскопа, представленные на рис. 29, демонстрируют наличие сферических включений, которые автор умозрительно приравнял к газообразным. Стоило бы подтвердить это предположение с помощью энергодисперсионного спектрометра для электронно-зондового микроанализа, который, согласно методической части работы, был доступен на используемой модели микроскопа.

Сделанные замечания носят рекомендательный характер и не снижают теоритической и практической значимости полученных результатов. Автореферат диссертации и публикации в научно-периодической и патентной литературе полностью отражают основное содержание работы.

Диссертационная работа Чакветадзе Джулии Кобаевны «Припоечные композиты на основе стекол систем $PbO-B_2O_3$ и $R_2O-SnO-P_2O_5$ ($R=Li, Na, K$)» представляет собой законченную научно-квалификационную работу, соответствует паспорту специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов» и удовлетворяет требованиям п.п. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г., и имеет ряд научно-обоснованных технологических решений в области разработки и производства легкоплавких припоечных стеклокомпозиций, которые вносят значительный вклад в развитие отрасли.

Автор диссертационной работы, Чакветадзе Джулия Кобаевна, заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Диссертация и автореферат Чакветадзе Д.К. «Припоечные композиты на основе стекол систем $PbO-B_2O_3$ и $R_2O-SnO-P_2O_5$ ($R=Li, Na, K$)» обсуждены, а отзыв заслушан и утвержден на заседании Научно-технического Совета АО «НИТС им. В.Ф. Солинова», протокол №160 от «03» июня 2019 г.

Начальник научно-производственной лаборатории №23

АО «НИТС им. В.Ф. Солинова»,

кандидат химических наук

Е.Х. Мамаджанова

Подпись Е.Х. Мамаджановой удостоверено.

Инженер отдела кадров

АО «НИТС им. В.Ф. Солинова»



В.Н. Иванова