

## ОТЗЫВ

официального оппонента, кандидата технических наук, начальника КТБ  
НПК-74 АО «Лыткаринский завод оптического стекла» Михаила  
Николаевича Гулюкина на диссертационную работу Чакветадзе Джулии  
Кобаевны «Припоечные композиты на основе стекол систем  $PbO-B_2O_3$  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

Развитие различных областей вакуумной и электронной техники неразрывно связано с разработкой новых материалов, обладающих тем или иным комплексом свойств. В полной мере это относится и к припоечным стеклам, обеспечивающим нормальное функционирование вакуум-электронной аппаратуры, микроэлектронных и полупроводниковых устройств, интегральных схем. Среди всего многообразия припоечных материалов выделяются стеклокомпозиции, в которых в качестве матрицы используются легкоплавкие стекла, а наполнителем служит вещество, обладающее необходимым значением ТКЛР. Композиты решают проблему сочетания низких температур спаивания с пониженным значением ТКЛР, несвойственным легкоплавким стеклам.

Тенденция к минимизации доли материалов, содержащих соединения тяжелых металлов и токсичных компонентов, в изделиях электронной техники, вызывает необходимость поиска их экологически безопасных альтернатив, тогда как большинство выпускаемых в промышленности припоечных стекол принадлежат к различным свинецсодержащим системам. Следует отметить, что в настоящее время возможность полного перехода к бессвинцовым составам неочевидна, этот вопрос должен решаться для каждой конкретной области применения, в зависимости от предъявляемых к материалу требований. Этот вывод также подтверждает значительный объем зарубежных публикаций, посвященных поиску бессвинцовых составов

легкоплавких стекол, обладающих тем или иным перечнем характеристик. На территории РФ разработка и производство припоечных стекол, с момента ликвидации отечественных производителей, таких как, НИИЭС, ведутся в ограниченном масштабе.

Таким образом, не вызывает сомнений актуальность диссертационной работы Чакветадзе Д.К., посвященной совершенствованию технологии производства припоечных композиций.

В работе сформулированы две задачи – разработка экологически безопасной альтернативы свинецсодержащим припоечным композитам и модернизация технологии получения припоечных композитов с учетом дисперсности компонентов. Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ (грант 14.Z50.31.0009).

Диссертация изложена на 141 страницах, содержит 30 таблиц и 36 рисунков и состоит из введения, трех глав, выводов, списка литературы, включающего 123 наименования, и приложения.

Обзор литературы содержит исчерпывающие данные по припоечным материалам на основе легкоплавких стекол, уровню их ключевых характеристик, видам наполнителей и адекватно отображает нынешнее состояние этой области. Значительная часть информации взята из зарубежных патентных публикаций.

За обзором литературы следует описание задействованных в работе методик синтеза и исследования припоечных стекол и композиций, а полученные с их помощью результаты описаны в третьей главе диссертации.

В ходе работы была обнаружена зависимость ряда свойств стеклокомпозитов, в частности значений ТКЛР, от гранулометрического состава наполнителя. В литературе мало изучено влияние дисперсности наполнителя на процессы спаивания, имеющиеся ранее публикации носят рекомендательный характер, ограничиваясь руководством избегать мелких частиц (менее ~ 5 мкм), способных вызвать кристаллизацию стеклокомпозита при спаивании, и крупных (более ~ 50 мкм), негативно влияющих на

прочность соединения. Автору удалось выявить закономерности, позволяющие управляемо варьировать свойства композиций за счет дисперсности наполнителя. Разница в значениях ТКЛР припоев, отличающихся только гранулометрическим составом наполнителя, достигала 30 единиц. В поисках причин этого явления, автор выдвинул гипотезу об изменении упругих характеристик кристаллических наполнителей в процессе их помола. Действительно, известно, что при переходе в наноразмерную область, многие свойства материалов претерпевают существенные изменения, однако исследованные наполнители оставались в микрометровой размерности. Для подтверждения своего предположения диссертант провел расчет упругих характеристик наполнителей с разным размером частиц при помощи формулы Кингери, который подтвердил исходное предположение. По мере увеличения удельной поверхности наполнителя коэффициент всестороннего сжатия, связывающий коэффициент Пуассона и модуль Юнга, уменьшался, как для титаната свинца, так и для  $\beta$ -эвкриптита.

В качестве основы для проектирования альтернативы свинцово-боратного легкоплавкого стекла, была выбрана система  $R_2O-SnO-P_2O_5$  (RSP), где  $R = Li, Na$  и/или  $K$ , отличающаяся высокой легкоплавкостью. При корректировке химической стойкости и электроизоляционных характеристик впервые для легкоплавких припоечных стекол на основе этой системы наблюдался полищелочной эффект, позволивший повысить объемное электрическое сопротивление стекла на 4 порядка и достичь величин, характерных для свинцово-боратных стекол. В рамках RSP системы диссертанту удалось получить легкоплавкое стекло, пригодное для замещения свинцово-боратных стекол в припоечных стеклокомпозитах и отвечающее современным требованиям экологической безопасности.

Полученные результаты имеют значительную ценность с практической точки зрения. Разработанная автором методика получения легкоплавких припоечных стеклокомпозиций на основе свинцово-боратных стекол и титаната свинца, учитывающая влияние дисперсности последнего на ТКЛР и

другие свойства припоя, внедрена в АО «НПО автоматики» для низкотемпературного вакуумплотного соединения корундовых корпусов интегральных схем, применяющихся в системах управления ракет. Также обнаружено, что технологические параметры стеклокомпозиций поддаются управляемому воздействию путем изменения гранулометрии порошка наполнителя. В ходе исследования определены и рекомендованы оптимальные диапазоны значений удельных поверхностей компонентов.

Автору впервые удалось получить композиции на основе легкоплавкого фосфатного стекла, по основным свойствам не уступающие свинцово-боратным.

В диссертационной работе Чакветадзе Д.К. однако присутствует ряд недостатков:

1. Автор проводит аттестацию порошков наполнителей измерением их удельной поверхности. При этом трудно оценить размеры частиц наполнителя, так как известно, что большой вклад в оценку удельной поверхности вносит пылевидная фракция.
2. На рисунке 30 представлена зависимость свойств стекол RSP системы от содержания SnO, однако, по приведенным в таблице 22 составам и по дальнейшим выводам автора, ясно, что варьировались все компоненты стекол. Приводить графики зависимости свойств составов этих стекол от концентрации оксида олова в таком случае представляется некорректным.
3. Диаграмма удельных объемных электросопротивлений стекол, продемонстрированная на рисунке 31, представлена в работе без пояснений, для более удобного восприятия стоило бы привести описание графического материала.
4. Написание названия организации АО «НПО автоматики» в тексте диссертации незначительно варьируется, местами отсутствует указание формы организации (АО).

Упомянутые замечания не влияют на общую положительную характеристику работы, которая выполнена на высоком уровне, на актуальную тему. Содержание автореферата и публикаций полностью отражают основное содержание работы.

По тематике, методам исследования, предложенным научным положениям диссертационная работа Чакветадзе Джулии Кобаевны «Припоечные композиты на основе стекол систем  $PbO-B_2O_3$  и  $R_2O-SnO-P_2O_5$  ( $R=Li, Na, K$ )» 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 от 24 сентября 2013 г. № 842, и включает в себе ранее неизвестные, фундаментально-обоснованные технологические решения в области получения припоечных композиций на основе легкоплавких стекол, весьма значительные для развития данной отрасли. Автор диссертации, Чакветадзе Джулия Кобаевна, заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Официальный оппонент,  
кандидат технических наук,  
начальник КТБ НПК-74

АО «Лыткаринский завод оптического стекла»  
140080, Московская обл., г. Лыткарино, ул. Парковая, д.1.  
Телефон: +7 (495) 552-95-74  
Почта: [m.gulyukin@lzos.ru](mailto:m.gulyukin@lzos.ru)

Гулюкин М.Н.

Подпись Гулюкина М.Н. удостоверяю.  
Начальник департамента развития персонала  
АО «Лыткаринский завод оптического стекла»



28.05.2019

Малица В.Л.