

**ПОЛУПРОВОДНИКОВАЯ МИКРОЭЛЕКТРОНИКА****SEMICONDUCTOR MICROELECTRONICS**

УДК 621.315.593

**СПОСОБ ГЕРМЕТИЗАЦИИ ДАТЧИКОВ ТЕМПЕРАТУРЫ С  
НАНОКЛАСТЕРАМИ НИКЕЛЯ**

*Насриддинов Сайфилло Саидович\**, д.т.н, доцент НИИ физики полупроводников и микроэлектроники при НУУз, Ташкент, Узбекистан. e-mail: sfera@yandex.uz.

*Усманова Шоира Пулатовна*, старший преподаватель Ташкентского государственного педагогического института, Ташкент, Узбекистан.

*Исмоилов Шухратбек Абдипаттаевич*, младший научный сотрудник НИИ физики полупроводников и микроэлектроники при НУУз, Ташкент, Узбекистан.

*Аннотация.* Приводится метод герметизации датчиков температуры для защиты их от внешних факторов. Также рассматриваются свойства компаунда: высокая механическая прочность, водостойкость, малая влагопроницаемость, термостойкость, озоностойкость, высокая электрическая прочность.

*Ключевые слова:* герметизация, датчики температуры, заливочный компаунды, чувствительность, нанокластеры.

**THE METHOD OF SEALING OF TEMPERATURE SENSORS  
WITH NICKEL NANOCCLUSERS**

*Nasriddinov Saifillo Saidovich\**, Dr. of Tech. Sc., Ass.Professor of the Institute of Semiconductor Physics and Microelectronics at NUUz., Tashkent, Uzbekistan. e-mail: sfera@yandex.uz.

*Usmanova Shoira Pulatovna*, Senior Lecturer of the Tashkent State Pedagogical Institute, Tashkent, Uzbekistan.

*Ismoilov Shukhratbek Abdipattaevich*, Junior Researcher of the Institute of Semiconductor Physics and Microelectronics at NUUz, Tashkent, Uzbekistan.

*Abstract.* A method of sealing of temperature sensors to protect them from external factors is presented. The properties of the compound are also considered: high mechanical strength, water resistance, low moisture permeability, heat resistance, ozone resistance, high electrical strength.

*Keywords:* sealing, temperature sensors, filling compounds, sensitivity, nanoclusters.

**1. Введение**

Герметизация - это совокупность работ по обеспечению работоспособности датчиков температуры в процессе их производства, хранения и последующей эксплуатации. Компаунды - полимерные композиции, предназначенные для заливки или пропитки токопроводящих схем и деталей с целью их элект-

роизоляции и герметизации [1]. Заливочные компаунды предназначены для заливки электротехнических изделий, узлов и деталей, а также для заполнения промежутков между деталями радиотехнических и электронных устройств в электрических машинах и аппаратах, поэтому они должны обладать низкой вязкостью, обеспечивающей хорошее заполнение различных объемов, в том числе, минимальных зазоров [2].

Сильнокомпенсированный кремний, на основе которого были изготовлены датчики температуры, обладает чувствительностью к свету, это тоже вносит погрешности в измерения, поэтому материал герметизации не должен пропускать свет. Кроме того, материал должен обладать хорошей теплопроводностью для лучшего контакта термодатчиков со средой (для увеличения быстродействия), а также для лучшего отвода тепла от самого термодатчика (для увеличения максимального значения рассеиваемой мощности). В качестве герметика использовали эпоксидный компаунд. Эпоксидные компаунды в отвержденном состоянии отличаются общими свойствами, независимо от их рецептуры. Этими свойствами являются: высокая механическая прочность, водостойкость, малая влагопроницаемость, термостойкость, износостойкость, высокая электрическая прочность.

Эпоксидные компаунды обладают адгезией ко всем полярным веществам и при отверждении отличаются малой усадкой, которая колеблется, в зависимости от условий отверждения и состава компаунда, от 0,4 до 2,5% [3]. Учитывая эти особенности эпоксидных компаундов, а также то, что любой компаунд после его приготовления находится в жидком или низковязком состоянии либо может быть доведен до такого состояния, которое сохраняется более или менее длительно в зависимости от условий его применения, эпоксидные компаунды можно использовать в самых разнообразных областях. В зависимости от назначения эпоксидные компаунды можно разделить на три основные группы: пропиточные, заливочные, клеи [4,5].

## 2. Методика эксперимента

Учитывая технические требования, предъявляемые к разработанным термодатчикам, нами были выбраны заливочные компаунды, которые должны обладать соответствующими вязкостью и износостойкостью, обеспечивать хорошее заполнение необходимых объемов; обладать механической прочностью в полимеризованном состоянии, отвечать возможным статическим и динамическим нагрузкам в различных эксплуатационных условиях; малой водопоглощаемостью и влагопроницаемостью; высокой электрической прочностью и удельным объемным сопротивлением; стабильностью электрических характеристик в рабочих условиях; термостойкостью при циклическом изменении температуры; стабильным коэффициентом линейного расширения. Для быстрого отверждения при комнатной температуре мы использовали в качестве отвердителя малеиновый ангидрид, требующий нагрева для полимеризации. Состав в весовых частях заливочного компаунда приведен в табл.1.

Таблица 1

Состав заливочного компаунда (в весовых частях)

Условное обозначение компаунда	Смола	Отвердитель	Наполнитель
		ЭД-20	малеиновый ангидрид
Д-2	100	35	200

При изолировании компаундами металлических деталей разница между коэффициентами линейного расширения компаунда изолируемого материала может быть причиной возникновения в компаунде больших внутренних механических напряжений.

Для устранения этого недостатка в компаунд вводят наполнители, благодаря которым коэффициент линейного расширения компаунда снижается, приближаясь к значению, характерному для изолируемого материала. В качестве наполнителя мы использовали сурик-свинцовую краску. Вводя в смолу отвердитель, можно получить термореактивные продукты, отличающиеся высокой химической стойкостью, механической прочностью и стабильностью электрических свойств. Из кислотных отвердителей нами были использованы малеиновый ангидрид.

### 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Критерием для выбора отвердителя является «жизненность» компаунда в требуемых температурных условиях. Количество отвердителя устанавливается расчетным путем в зависимости от содержания эпоксигрупп и смол или от эпоксидного числа. Обычно исходят из эквимолекулярного соотношения отвердителя и эпоксигруппы. Расчет можно производить по следующей формуле

$$g = \frac{M_o}{M_s} K, \quad (1)$$

где  $g$  - количество отвердителя, требующееся на 100 г смолы;  $M_o$  - молекулярный вес отвердителя;  $M_s$  - молекулярный вес эпоксигруппы;  $K$  -эпоксидное число смолы данной партии. В случае применения малеинового ангидрида формула может быть приведена к следующему виду  $g=2,28K$ .

Для уменьшения хрупкости эпоксидные компаунды нами пластифицированы сложными эфирами. Наряду с положительным влиянием пластификаторов (уменьшение хрупкости, повышение термостойкости, удлинение жизненности, в некоторых случаях снижение начальной вязкости компаунда) бывает и отрицательное влияние, в результате которого снижается теплостойкость компаунда; уменьшается его прочность на изгиб, разрыв и сжатие, могут ухудшиться и электрические характеристики (снижение электрической прочности и повышение диэлектрических потерь, особенно, при повышенных температурах), может также увеличиться и влагопроницаемость компаунда. Количество вводимых пластификаторов обычно колеблется в пределах 5÷30% по отношению к смоле. Введение наполнителя снижает механические напряжения и этим упрочняет компаунд. Наполнители могут оказать большое влияние на многие физико-механические и электрические свойства компаундов и снижают их стоимость. В зависимости от рода и количества наполнителя можно повысить теплопроводность и температуропроводность эпоксидного компаунда, уменьшить усадку, увеличить механическую прочность, снизить механические напряжения в изолируемом слое компаунда при его отверждении, повысить тиксотропность компаунда, снизить или повысить, в зависимости от требований, диэлектрические потери, значительно увеличить диэлектрическую проницаемость, повысить электропроводность. В качестве наполнителя мы использовали сурик свинцовую краску. Отверждение эпоксидной смолы начинается с момента введения в нее отвердителя. В зависимости от рода и количества отвердителя этот процесс

может протекать более или менее быстро при комнатной температуре или при нагревании.

Отверждение эпоксисмол - процесс экзотермический. Количество тепла в компаунде при его отверждении зависит от количества массы и состава компаунда. Скорость реакции, а, следовательно, и кинетика изменения температуры компаунда в процессе отверждения зависят от температуры смолы в момент введения отвердителя, его чистоты, рода и количества наполнителя, теплопроводности материала, формы и ее геометрии, а также от условий нагрева. Чем выше температура среды, тем короче процесс отверждения, тем быстрее изменяется и температура компаунда и тем больше экзотермический эффект, характеризуемый максимальным температурным перепадом или разностью температур компаунда и окружающей среды (температура печи). Чем ниже температура смолы и окружающей ее среды в момент введения отвердителя, тем менее интенсивней идет процесс отверждения и тем меньше экзотермический эффект.

#### 4. Заключение

Таким образом, в соответствии с предъявленными требованиями к эпоксидным компаундам нами были разработаны оптимальные рецептуры заливочных компаундов. За основу заливочных компаундов были взяты смолы ЭД-20 с малеиновым ангидридом и триэтаноломином в качестве отвердителей. Выбор малеинового ангидрида и триэтаноломина обусловлен тем, что малеиновый ангидрид позволяет получить компаунды с малой начальной вязкостью и высокой износостойкостью. Триэтанолламин же выбран из-за малой его токсичности, несмотря на худшие технологические качества получаемого компаунда. Рецепттура эпоксидного заливочного компаунда Д-2 приведена в табл.2.

Таблица 2

Рецептура эпоксидного заливочного компаунда Д-2

Компаунд	Условное обозначение	Состав, весовые части					
		Смола		Отвердитель		Наполнитель	
		наименование	количество	наименование	количество	наименование	количество
Заливочное	Д-2	ЭД-20	100 г	ма	2,28 г	СС	1,5÷1,8 г

С точки зрения предотвращения больших механических напряжений большое значение имеет усадка компаунда в процессе полимеризации.

Поэтому нами проводился экзотермический прогрев при различных температурах в процессе полимеризации при температуре  $T=80^{\circ}\text{C}$  в течение 4 ч, при  $T=120^{\circ}\text{C}$  в течение 12 ч, при  $T=140^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч.

Это позволило свести к минимуму образование механических напряжений в процессе отверждения эпоксидных смол. Как показали результаты многочисленных тестовых проверок, выбранный состав компаундов за счет сведения к минимуму механических напряжений наилучшим образом соответствует предъявляемым требованиям применительно к датчикам температуры на основе компенсированного кремния.

**Литература**

1. Chernin I.Z., Smekhov F.M., Zherdev Yu.V. *Epoksidnye polimery i kompozitsii* [Epoxy polymers and compositions]. *Khimiya* [Chemistry]. 1982, Moscow, p. 155. (In Russ.)
  2. Gladkov A.Z. *Elektroizolyatsionnye laki i kompaundy* [Electrical insulating varnishes and compounds]. *Energiya* [Energy]. 1973, Moscow, p. 23. (In Russ.)
  3. *Istochniki pogreshnosti izmeritel'nykh preobrazovatelei na osnove poluprovodnikovyykh datchikov i razrabotka metodov ikh kompensatsii* [Sources of error of measuring transducers based on semiconductor sensors and the development of methods for their compensation]. *Kimyoviy tekhnologiya nazorat va boshqaruv* [International Journal of Science and Technology. Control and management of chemical technology]. 2012, pp. 30-35. (In Russ.)
  4. K. I. Chernyak *Epoksidnye kompaundy i ikh primeneniye*. Mashinostroenie Publ., 1967.
  5. S.N. Gladkikh, L.I. Kuznetsova, E.N. Basharina. *Zalivochnye kompaundy na osnove modifitsirovannykh epoksidnykh smol* [Casting compounds based on modified epoxy resins] (Ltd. Kompozit. 2007. (In Russ.)
-

## 1. Introduction

Sealing is a set of works to ensure the operability of temperature sensors in the process of their production, storage and subsequent operation. Compounds - polymer compositions intended for pouring or impregnating conductive circuits and parts with the aim of their electrical insulation and sealing [1]. Filling compounds are intended for filling electrical products, assemblies and parts, as well as for filling the gaps between parts of electronic and electronic devices in electrical machines and devices, so they must have a low viscosity that provides good filling of various volumes, including minimal gaps [2].

Highly compensated silicon, on the basis of which temperature sensors were made, is sensitive to light, this also introduces measurement errors, therefore, the sealing material should not transmit light. In addition, the material must have good thermal conductivity for better contact of the temperature sensors with the medium (to increase speed), as well as for better heat removal from the temperature sensor itself (to increase the maximum value of power dissipation). An epoxy compound was used as a sealant. Cured epoxy compounds have common properties, regardless of their formulation. These properties are: high mechanical strength, water resistance, low moisture permeability, heat resistance, wear resistance, high electrical strength.

Epoxy compounds adhere to all polar substances and, when cured, are characterized by low shrinkage, which varies from 0.4 to 2.5%, depending on the curing conditions and composition of the compound [3]. Given these features of epoxy compounds, as well as the fact that any compound after its preparation is in a liquid or low viscosity state or can be brought to a state that persists more or less for a long time depending on the conditions of its use, epoxy compounds can be used in a wide variety of areas. Depending on the purpose, epoxy compounds can be divided into three main groups: impregnating, pouring, adhesives [4, 5].

## 2. The experimental procedure

Considering the technical requirements for the developed temperature sensors, we have chosen casting compounds, which should have the appropriate viscosity and wear resistance, to ensure good filling of the required volumes; possess mechanical strength in the polymerized state, meet possible static and dynamic loads in various operating conditions; low water absorption and moisture permeability; high electric strength and specific volume resistance; stability of electrical characteristics under operating conditions; heat resistance during cyclic temperature changes; stable linear expansion coefficient. For rapid curing at room temperature, we used maleic anhydride as a hardener, which requires heating for polymerization. The composition in the weight parts of the casting compound is given in table. 1.

Table. 1.

Composition of the casting compound (in parts by weight)

Compound designation	Resin	Hardener	Filler
	ЭД-20	maleic anhydride	red lead
Д-2	100	35	200

When insulating metal parts with compounds, the difference between the linear expansion coefficients of the compound of the insulated material may be the reason for the appearance of large internal mechanical stresses in the compound.

To eliminate this drawback, fillers are introduced into the compound, due to which the coefficient of linear expansion of the compound is reduced, approaching the value characteristic

of the insulated material. As a filler, we used red lead paint. By introducing a hardener into the resin, it is possible to obtain thermosetting products characterized by high chemical resistance, mechanical strength, and stability of electrical properties. Of the acid hardeners we used maleic anhydride.

### 3. Experimental results and their discussion

The criterion for choosing a hardener is the “vitality” of the compound in the required temperature conditions. The amount of hardener is determined by calculation, depending on the content of epoxy groups and resins or on the epoxy number. Usually they proceed from the equimolecular ratio of hardener to epoxy group. The calculation can be made according to the following formula

$$g = \frac{M_o}{M_e} K, \quad (1)$$

where  $g$  is the amount of hardener required per 100 g of resin;  $M_o$  is the molecular weight of the hardener;  $M_e$  is the molecular weight of the epoxy group;  $K$  is the epoxy number of the resin in this batch. In the case of the use of maleic anhydride, the formula can be reduced to the following form  $g = 2.28K$ .

To reduce brittleness, we have plasticized the epoxy compounds with esters. Along with the positive effect of plasticizers (reducing brittleness, increasing heat resistance, in some cases, reducing the initial viscosity of the compound), there is also a negative effect, as a result of which the heat resistance of the compound decreases; its bending, breaking and compressive strength decreases, and electrical characteristics (deterioration in dielectric strength and increase in dielectric losses, especially at elevated temperatures) can deteriorate, and the moisture permeability of the compound can also increase. The number of introduced plasticizers usually ranges from 5 ÷ 30% with respect to the resin. The introduction of a filler reduces mechanical stress and thereby strengthens the compound. Fillers can have a great impact on many physicomachanical and electrical properties of compounds and reduce their cost. Depending on the type and amount of filler, it is possible to increase the thermal conductivity and thermal conductivity of the epoxy compound, reduce shrinkage, increase mechanical strength, reduce mechanical stresses in the insulated layer of the compound when it is cured, increase the thixotropy of the compound, reduce or increase, depending on requirements, dielectric losses, significantly increase dielectric constant, increase electrical conductivity. As a filler, we used red lead paint. Curing of the epoxy resin starts from the moment hardener is introduced into it. Depending on the type and amount of hardener, this process can proceed more or less quickly at room temperature or when heated.

Epoxy resin curing is an exothermic process. The amount of heat in the compound during curing depends on the amount of mass and composition of the compound. The reaction rate, and, consequently, the kinetics of the change in the temperature of the compound during the curing process, depends on the temperature of the resin at the time of introduction of the hardener, its purity, the type and amount of filler, the thermal conductivity of the material, the shape and its geometry, as well as the heating conditions. The higher the temperature of the medium, the shorter the curing process, the faster the temperature of the compound changes and the greater the exothermic effect, characterized by the maximum temperature difference or the temperature difference of the compound and the environment (furnace temperature). The lower the temperature of the resin and its environment at the time of the introduction of the hardener, the less intensive the curing process and the less exothermic effect.

#### 4. Conclusion

Thus, in accordance with the requirements for epoxy compounds, we have developed the optimal formulation of casting compounds. The casting compounds were based on ЭД-20 resins with maleic anhydride and triethanolamine as hardeners. The choice of maleic anhydride and triethanolamine is due to the fact that maleic anhydride allows to obtain compounds with low initial viscosity and high wear resistance. Triethanolamine is selected because of its low toxicity, despite the worst technological qualities of the resulting compound. The formulation of the epoxy casting compound Д-2 are given in table. 2.

Table. 2.

Formulation of the epoxy casting compound Д-2

Compound	Conditional designation	Composition, parts by weight					
		Resin		Hardener		Filler	
		name	quantity	name	quantity	name	quantity
Casting	Д-2	ЭД-20	100 г	ma	2,28 г	CC	1,5÷1,8 г

From the point of view of preventing large mechanical stresses, shrinkage of the compound during polymerization is of great importance.

Therefore, we carried out exothermic heating at various temperatures in the polymerization process at a temperature of  $T = 80^{\circ}\text{C}$  for 4 hours, at  $T = 120^{\circ}\text{C}$  for 12 hours, at  $T = 140^{\circ}\text{C}$  for 24 hours.

This made it possible to minimize the formation of mechanical stresses during the curing of epoxy resins. As the results of numerous test checks have shown, the selected composition of the compounds, by minimizing mechanical stresses, best meets the requirements for temperature sensors based on compensated silicon.