

УДК 681.586.7

НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ЛЕНГМЮРА–БЛОДЖЕТТ ПЛЕНОК ПЕРФТОРООКТАДЕКАНОВОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ГИБКИХ ДАТЧИКОВ АНАЛИЗА ИОНОВ СВИНЦА В ВОДЕ

Мельникова Г.Б.^{1,2}, Толстая Т.Н.¹, Сапсалёв Д.В.¹, Корольков И.В.^{2,3}, Жуманазар Н.Н.^{2,3}
Чижик С.А.^{1,5}, Здоровец М.В.^{2,3,4}

¹*Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси
Минск, Республика Беларусь*

²*Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева
Астана, Республика Казахстан*

³*Институт ядерной физики
Алматы, Республика Казахстан*

⁴*Уральский федеральный университет
Российская Федерация*

⁵*Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь*

Аннотация. Разработаны методики модификации полиэтилентерефталатных трековых мембран (ПЭТФ ТМ) монослойным покрытием на основе перфтороктадекановой кислоты (ПФОДК) методом Ленгмюра–Блоджетт, а также двухслойными покрытиями ПФОДК/диметилглиоксим (ДМГ) путем выдерживания ПЭТФ ТМ/ПФОДК в растворах красителя. Методом атомно-силовой микроскопии изучена структура ПЭТФ ТМ до и после модификации. На основании измерения электрохимических характеристик установлено, что модифицированные мембраны имеют более высокие отклик электрохимических характеристик по сравнению с ПЭТФ ТМ. Рабочий диапазон обнаружения ионов свинца в водных растворах при pH 12 для датчиков ПЭТФ ТМ/ПФОДК составляет от 2,26 мкг/л до 500 мкг/л.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, гибкие датчики, Ленгмюра–Блоджетт технология, структура, перфтороктадекановая кислота.

NANOSTRUCTURED COATINGS BASED ON LANGMUIR–BLODGETT FILMS OF PERFLUORO-OCTADECANOIC ACID FOR FLEXIBLE SENSORS FOR THE ANALYSIS OF LEAD IONS IN WATER

Melnikova G.B.^{1,2}, Tolstaya T.N.¹, Sapsaliou D.V.¹, Korolkov I.V.^{2,3}, Zhumanazar N.N.², Chizhik S.A.^{1,5}, Zdorovets M.V.^{2,3,4}

¹*A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus
Minsk, Republic of Belarus*

²*L.N. Gumilyov Eurasian National University
Astana, Kazakhstan*

³*The Institute of Nuclear Physics
Almaty, Kazakhstan*

⁴*Ural Federal University, Ekaterinburg
Russian Federation*

⁵*Belarusian National Technical University
Minsk, Republic of Belarus*

Abstract. Techniques for modifying polyethylene terephthalate track-etched membranes (PET TM) with a monolayer based on perfluorooctadecanoic acid (PFODA) using the Langmuir-Blodgett method, as well as two-layer PFODA/dimethylglyoxime (DMG) coatings by keeping PET TM/PFODA in dye solutions have been developed. The structure of PET TM before and after modification was studied using atomic force microscopy. Based on measurements of electrochemical characteristics, it was found that the modified membranes have a higher response of electrochemical characteristics compared to PET TM. The limit of lead ions detection in aqueous solutions at pH 12 for PET TM/PFODA sensors is from 2.26 µg/L to 20.0 µg/L.

Key words: atomic force microscopy, flexible sensors, Langmuir–Blodgett technology, structure, perfluoro-octadecanoic acid.

*Адрес для переписки: Мельникова Г.Б., ул. П. Бровки, 15, г. Минск, 220072, Республика Беларусь
e-mail: galachka@gmail.com*

Тяжелые металлы относятся к одним из основных загрязнителей окружающей среды. Разработка новых надежных и портативных методов контроля является перспективной задачей в области развития микроэлектромеханических систем.

Экспериментальная часть. В качестве гибкой полимерной подложки использовали полиэтилентерефталатные трековые мембраны (ПЭТФ ТМ) с диаметром пор 50 нм. Методика получения ТМ описана в работе [1].

Наноструктурированные чувствительные покрытия на поверхности мембран формировали методом Ленгмюра–Блоджетт (ЛБ) с использованием горизонтального типа выделения на установке «Автоматизированный комплекс для модифицирования поверхностей мембран молекулярными и ультратонкими слоями» (Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, Беларусь). Мономолекулярные слои перфтороктадекановой формировали из раствора (ПФОДК, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_{16}\text{CO}_2\text{H}$, AlfaAesar) в гексафторбензоле с концентрацией 0,5 мг/мл. Согласно изотермам сжатия для ПФОДК фазовое состояние «твердая пленка» соответствует $\pi = 10$ мН/м.

Многослойные покрытия формировали путем последующего нанесения пленки диметилглиоксима (ДМГ) методом спин-коатинга. Для этого аликвоту раствора ДМГ в этиловом спирте ($c = 1$ мг/мл) объемом 9 мкл прикапывали на подложку, вращающуюся со скоростью 3200 об/мин в течение 1 мин.

Структуру поверхности мембран изучали на атомно-силовом микроскопе (НТ-206, ОДО «Микротестмашины», Республика Беларусь) с использованием стандартных кремниевых кантилеверов FMG 01 («TirpNano», Российская Федерация) и радиусом кривизны не более 10 нм.

Датчики изготавливали на основе ТМ, с обеих сторон которых наносили слои золота толщиной 60 нм методом магнетронного напыления с использованием шаблона. Калибровку и определение рабочих характеристик датчиков осуществляли в растворах, приготовленных последовательным разбавлением стандартного раствора ионов свинца (НК-ЭК, 10 г/дм³, ООО «Экросхим», Российская Федерация), варьируя концентрацию ионов свинца от 0,01 мг/л до 1 мг/л. В присутствии электрода сравнения (Ag/AgCl, 1М KCl) при потенциале $-1,2$ В в течение 60 с проводили осаждение ионов свинца. Сканирование вольт-амперных характеристик выполняли от -1 до 1 В. В качестве электролита использовали 0,1 М раствор ацетата натрия.

Результаты и их обсуждение. На основании анализа структуры поверхности (рисунок 1) показано, что ЛБ-пленка ПФОДК формирует однородный мономолекулярный слой.

Значения шероховатости R_a и R_q модифицированных поверхностей по сравнению с исходными мембранами снижаются до значений 1,0 и 1,3 нм соответственно. Слой ДМГ равномерно распределен на поверхности ПЭТФ ТМ, отмечается наличие единичных конгломератов, значения R_a и R_q близки к значениям для исходных мембран: и составляют 1,5 и 2,0 нм, соответственно.

Согласно электрохимическим характеристикам установлено увеличение отклика сенсоров в области концентраций до 500 мкг/л (рисунок 2).

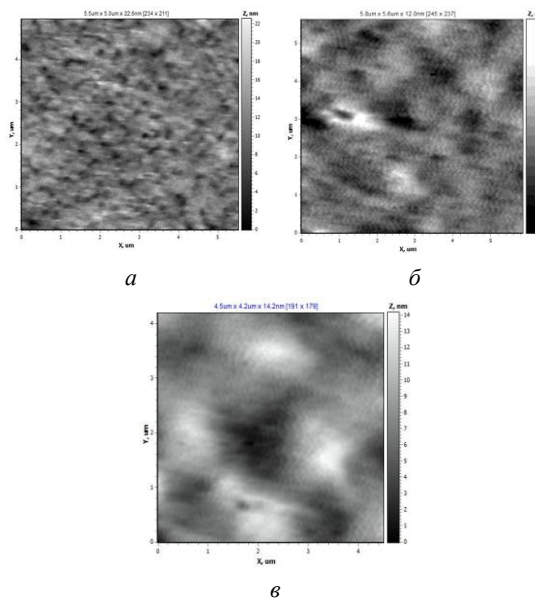


Рисунок 1 – АСМ-структура исходных ПЭТФ ТМ с диаметром пор 50 нм (а) и модифицированных ПФОДК (б) и ПФОДК/ДМГ (в)

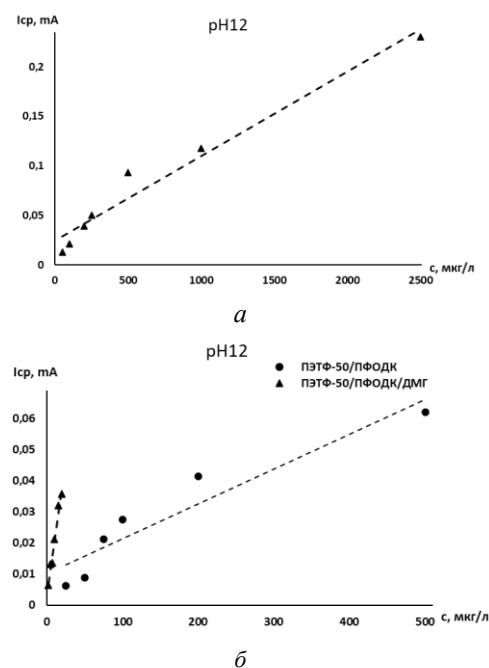


Рисунок 2 – Зависимость силы тока от концентрации для исходных (а) и модифицированных (б) ПЭТФ ТМ при pH 12

Показано, что предельно допустимая концентрация определения ионов свинца в водных растворах для гибкого датчика типа ПЭТФ ТМ / ПФОДК составила от 30 до 500 мкг/л, для ПЭТФ ТМ/ПФОДК – от 2,26 до 20 мкг/л. В то время как для исходных мембран значения данной концентрации не ниже 350 мкг/л.

Заключение. На основании полученных данных структуры и электрохимических характеристик разработаны гибкие датчики, позволяющие

определять ионы свинца в водных растворах при концентрациях от 2,26 мкг/л.

Благодарность. Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (договор от 04.05.2022 № Т22МС-029).

Литература

1. Application of Silver-Loaded Composite Track-Etched Membranes for Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue under Visible Light / A.A. Mashentseva [et al.] // Membranes. – 2021. – Vol. 11. – P.11010060.

УДК 621.3.049

ДИАГНОСТИКА КАЧЕСТВА СБОРКИ ИНТЕГРАЛЬНЫХ СХЕМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСТРОЙСТВА ИК-НАГРЕВА И ВАКУУМИРОВАНИЯ

Некрасевич Д.А.¹, Щербакова Е.Н.²

¹ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕРАЛ»,

²Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь

Аннотация. Представлены результаты исследования уровня влаги в корпусах интегральных схем, определен оптимальный метод герметизации корпусов для минимального содержания внутрикорпусной влаги.

Ключевые слова: интегральная микросхема, сборка, ИК-нагрев.

DIAGNOSTICS OF ASSEMBLY QUALITY OF INTEGRATED CIRCUITS USING IR HEATING AND VACUUMING DEVICES

Nekrashevich D.A.¹, Shcherbakova E.N.²

¹JSC "INTEGRAL" is the management company of the "INTERAL" holding

²Belarusian National Technical University
Minsk, Republic of Belarus

Abstract. The results of a study of the moisture level in integrated circuit packages are presented, and the optimal method of sealing packages to minimize the content of intra-case moisture is determined.

Key words: integrated circuit, assembly, IR heating.

Адрес для переписки: Щербакова Е.Н., ул. Я. Коласа, 22, г. Минск, 220113, Республика Беларусь
e-mail: scherbakova@bntu.by

Операции сборки были и остаются наиболее трудоемкими в техпроцессе изготовления полупроводниковых приборов и ИМС. Миниатюризация, увеличение функциональной сложности и уменьшение стоимости микросхем создают необходимость в постоянном поиске новых и модернизации существующих технологий производства.

При контроле прочности крепления кристалла клей должен обеспечивать высокую надежность соединения, необходимое количество передачи тепла от кристалла к подложке, снижение механических напряжений в активной структуре. Процесс соединения кристалла с выводами основания выполнялся методом ультразвуковой сварки.

Визуальный контроль микросхем до монтажа кристаллов и после сборочных операций перед герметизацией необходим для обнаружения производственных дефектов, которые не могут быть выявлены другими видами испытаний: дефектов металлизации кристаллов, скрайбирования, монтажа и разварки кристаллов, которые впоследствии могут вызвать отказы микросхем при их эксплуатации.

Термовыдержка проводится для стабилизации электрических параметров микросхем и снятия механических напряжений. После проведения

монтажа кристаллов, разварки межсоединений и промежуточных операций выполняют операцию сварки крышки с основанием корпуса. Затем производилась герметизация с термообработкой и ИК-отжигом. При достижении заданной температуры печь охлаждается и закачивается азот.

Внутри скафандра герметизации расположена герметичная камера ИК-нагрева, подключаемая через клапан к вакуумной сети при отжиге и к азотной сети при продувке. Данная камера предназначена для десорбции составляющих элементов конструкции непосредственно перед герметизацией и исключает контакт обрабатываемой аппаратуры с внешней атмосферой после отжига.

Система мониторинга влажности газовой среды внутри скафандра должна обеспечивать непрерывный контроль; значение влажности в скафандре в процессе работы должно обеспечивать на уровне 0,07 %.

При герметизации корпуса интегральной схемы совмещают крышку корпуса с основанием корпуса, проводят ИК-нагрев в инертной среде. Было установлено, что сборка ИС с использованием устройства ИК-нагрева с вакуумированием способствует снижению содержания подкорпусной влаги и составляет от 0,01 до 0,09 % объемных.