

# ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ИНТЕГРИРОВАННОЙ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОРИСТЫХ АЛЮМООКСИДНЫХ СТРУКТУР, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОРГАНИЧЕСКИМИ НАПОЛНИТЕЛЯМИ

Д. Л. Шиманович

---

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
ул. П. Бровки, 6, 220013 Минск, Беларусь, e-mail: ShDL@tut.by*

Изучено влияние технологических приемов и режимов электрохимического анодирования Al-сплава АМГ-2М и заполнения пористых каналов  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий диэлектрическими грунтовочными материалами (электроизоляционным кремнийорганическим лаком КО-921 и полиимидным лаком АД-9103) на параметры интегрированной теплопроводности многослойных алюмооксидных оснований, модифицированных органическими грунтовочными наполнителями. Продemonстрировано увеличение интегрированной теплопроводности таких алюмооксидных оснований по сравнению с немодифицированными и негрунтованными покрытиями, которые не отличались значениями толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и Al. Установлено, что максимальные значения интегрированной теплопроводности ( $\sim 90$  Вт/м·К и  $\sim 87$  Вт/м·К) характерны для модифицированных структурных систем «Al– $\text{Al}_2\text{O}_3$ » (Al  $\sim 3$  мм;  $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 50$  мкм), прошедших одностадийное уплотнение грунтовочными наполнителями АД-9103 и КО-921 соответственно.

**Ключевые слова:** алюминий; электрохимическое анодирование; пористый оксид алюминия; грунтовочный материал; интегрированная теплопроводность.

## CHARACTERIZATION OF INTEGRATED THERMAL CONDUCTIVITY OF MULTILAYER POROUS ALUMINA STRUCTURES MODIFIED BY ORGANIC FILLERS

D. L. Shymanovich

---

*Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics,  
P. Brovki str. 6, 220013 Minsk, Belarus  
Corresponding author: D. L. Shymanovich (ShDL@tut.by)*

The influence of technological methods and regimes of AMG-2M alloy electrochemical anodizing and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings porous channels filling by dielectric organosilicon varnish KO-921 and polyimide varnish AD-9103) on the integrated thermal conductivity parameters of multilayer alumina bases modified by organic sealing materials was studied. An increase in the integrated thermal conductivity of such alumina bases as compared to unmodified and unsealing coatings, which did not differ in the thicknesses of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and Al, was demonstrated. It has been established that the maximum values of the integrated thermal conductivity ( $\sim 90$  W/m·K and  $\sim 87$  W/m·K) are typical for the modified structural systems «Al– $\text{Al}_2\text{O}_3$ » (Al  $\sim 3$  mm;  $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 50$   $\mu\text{m}$ ) that have undergone one-stage sealing by AD-9103 and KO-921, respectively.

**Key words:** aluminium; electrochemical anodizing; porous alumina; sealing material; integrated thermal conductivity.

## ВВЕДЕНИЕ

Анализ литературных данных и предварительные исследования [1–3] свидетельствуют о существенном влиянии условий электрохимического анодирования и структурно-морфологических параметров анодного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на функциональные характеристики и качество формируемых покрытий. Поэтому, благодаря возможности контролирования размера пор, регулирования химическим составом слоев, модификации каналов пор и поверхности пропитывающими материалами и наполнителями, пористые структуры анодного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  представляют большой потенциал для формирования покрытий на несущем алюминии с оптимизированными параметрами теплопроводности и теплоотвода.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве вариантов тестовых образцов были представлены основания из Al-сплава АМГ-2М размером  $48 \times 60$  мм, толщиной 1–3 мм с анодными  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытиями различной толщины (~50–100 мкм), сформированными при различных технологических режимах и модифицированными различными органическими грунтовочными материалами (электроизоляционным кремнийорганическим лаком КО-921 и полиимидным лаком АД-9103).

Химическое обезжиривание исходных Al-оснований осуществлялось в бензине нефрас и в хромовой смеси  $\text{CrO}_3 : \text{H}_2\text{SO}_4$  (1:100) в течение ~2–3 мин. Термоотжиг Al проводился при  $T \sim 300^\circ\text{C}$  в течение 2 ч, а терморихтовка Al-оснований осуществлялась на механическом прессе с усилием сжатия  $\sim 2 \cdot 10^5$  кг/см<sup>2</sup> при  $T \sim 100^\circ\text{C}$ . Химическое травление дефектного слоя Al проводилось в 5 %-ном водном растворе щелочи NaOH при  $T \sim 45\text{--}50^\circ\text{C}$  в течение ~10 мин, а химическая полировка – в растворе  $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{HNO}_3$  (8:1) при  $T \sim 85^\circ\text{C}$  в течение ~3–5 мин.

Далее проводилось электрохимическое анодирование Al-оснований в 3; 5; 7 %-ных водных растворах щавелевой кислоты ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) в потенциостатических режимах при постоянных напряжениях формовки  $U \sim 50; 60; 70$  В до формирования  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий толщиной ~50–100 мкм. Существовали варианты тестовых образцов, подвергнутых влиянию дополнительных операций модификации пор химическим травлением в 5 %-ной  $\text{H}_3\text{PO}_4$  при  $T \sim 40 \pm 3^\circ\text{C}$  в течение  $t \sim 13$  мин до операций грунтовки и порозаполнения  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Заполнение пористой структуры  $\text{Al}_2\text{O}_3$  электроизоляционным кремнийорганическим лаком КО-921 осуществлялось в ультразвуковой ванне при частоте ~20–40 кГц при максимальной мощности ~0,5 кВт при температуре  $\sim 30^\circ\text{C}$  в течение ~20 мин. Этот технологический прием проводился в 1–3 цикла, а после заполнения излишки лака с поверхности снимались ракелем и обрабатывались раствором толуола. Многостадийная термообработка с целью полимеризации лака КО-921 проводилась при следующих температурных режимах: 1)  $T \sim 100^\circ\text{C}$  (нагрев ~45 мин, выдержка ~10 мин); 2)  $T \sim 170^\circ\text{C}$  (нагрев ~40 мин, выдержка ~30 мин); 3)  $T \sim 200^\circ\text{C}$  (нагрев ~5 мин, выдержка ~30 мин); 4)  $T \sim 280^\circ\text{C}$  (нагрев ~60 мин, выдержка ~90 мин).

Заполнение пористых каналов  $\text{Al}_2\text{O}_3$  полиимидным лаком АД-9103 проводилось либо погружением в растворы полиимидных лаков, либо нанесением слоев на  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -поверхность и центрифугированием. Полиимидная имидизация осуществлялась термически при варьировании температуры и времени выдержки в пределах определенных диапазонов: 1)  $T \sim 100\text{--}120^\circ\text{C}$  (~15–30 мин); 2)  $T \sim 160\text{--}180^\circ\text{C}$  (~30–60 мин); 3)  $T \sim 250\text{--}270^\circ\text{C}$  (~30–60 мин).

На рис. 1 представлены температурные профили многостадийной обработки алюмооксидных покрытий для полимеризации и имидизации грунтовочных материалов на основе кремнийорганических (КО-921) или полиимидных (АД-9103) лаков.

Для определения толщины  $Al_2O_3$ -слоев применялся толщиномер UNI-T UT342. Измерения интегрированной теплопроводности тестовых образцов со структурной системой «несущий  $Al - Al_2O_3$ -покрытие» проводились на стандартном приборе ИТ-λ-400, позволяющем определять значения теплопередачи в диапазоне температур от 15 до 150 °С. В качестве смазки использовалось силиконовое масло. Следует заметить, что тестовые образцы должны были обладать высокой плоскопараллельностью сторон, т.к. воздушные зазоры приводят к существенному занижению показаний коэффициента теплопроводности.

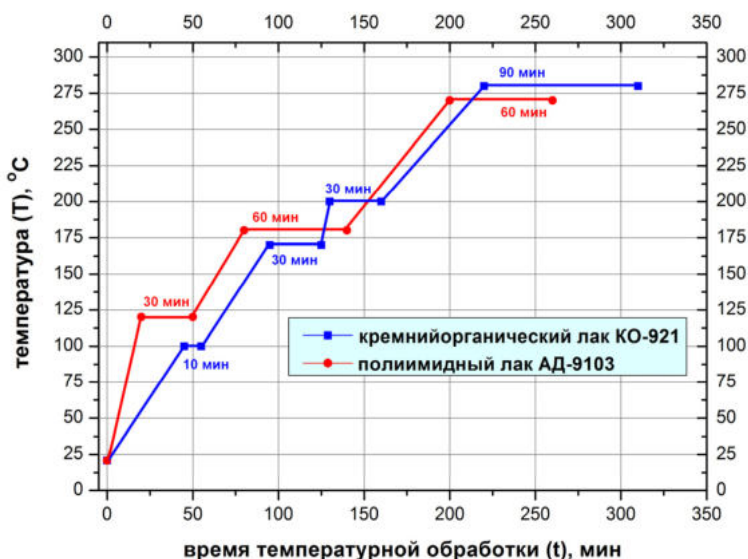


Рис. 1. Температурные профили многостадийной обработки алюмооксидных покрытий для полимеризации и имидизации грунтовочных материалов

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе проведения научных исследований был проведен сравнительный анализ значений коэффициента интегрированной теплопроводности алюмооксидных покрытий на несущих алюминиевых основаниях в зависимости от технологических режимов и приемов формирования, структурно-морфологических параметров диэлектрических  $Al_2O_3$ -покрытий и методов модификации и заполнения пористой структуры двумя видами органических грунтовочных материалов (электроизоляционным кремнийорганическим лаком КО-921 и полиимидным лаком АД-9103).

Первоначально была установлена зависимость коэффициента интегрированной теплопроводности в структурной системе « $Al-Al_2O_3$ » от толщины  $Al$ -оснований из АМГ-2М (рис. 2, а) и от толщины немодифицированных и негрунтованных алюмооксидных покрытий (рис. 2, б), сформированных в 3–7 %-ной  $H_2C_2O_4$  при  $U = 50–70$  В.

Было показано, что с увеличением толщины несущего  $Al$  от 1 мм до 3 мм и с уменьшением толщины  $Al_2O_3$ -слоев от ~100 до ~50 мкм происходит увеличение параметров теплопередачи. Было продемонстрировано, что значения коэффициента теплопроводности в системе « $Al-Al_2O_3$ » для варианта  $Al$ -сплава толщиной 2 мм варьировались в пределах от ~41 до ~53 Вт/м·К, а толщиной 3 мм — от ~56 до

~73 Вт/м·К при изменении значений толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  от ~100 до ~50 мкм. А при изменении значений толщины несущего Al от 1 мм до 3 мм в рамках одинаковой толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (~50 мкм) значения коэффициента интегрированной теплопроводности увеличивались от ~40 до ~73 Вт/м·К.

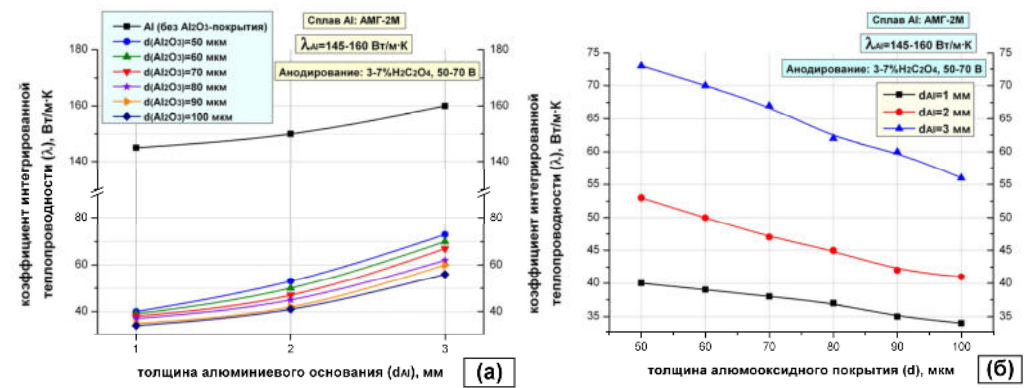


Рис. 2. Зависимость коэффициента интегрированной теплопроводности в структурной системе «Al-Al $_2$ O $_3$ »: *a* – от толщины оснований из Al-сплава АМГ-2М; *б* – от толщины анодных алюмооксидных покрытий

Было установлено влияние различных вариантов органической модификации  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий при одностадийном уплотнении грунтовочными материалами на интегрированную теплопроводность алюмооксидных оснований в зависимости от толщины несущего Al (АМГ-2М) (рис. 3, *a*) и толщины анодного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (рис. 3, *б*), и было показано, что, как и для немодифицированного  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , с уменьшением толщины модифицированного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  от ~100 до ~50 мкм и увеличением толщины Al от 1 мм до 3 мм происходит увеличение значений интегрированной теплопередачи в системе «Al–Al $_2$ O $_3$ ».

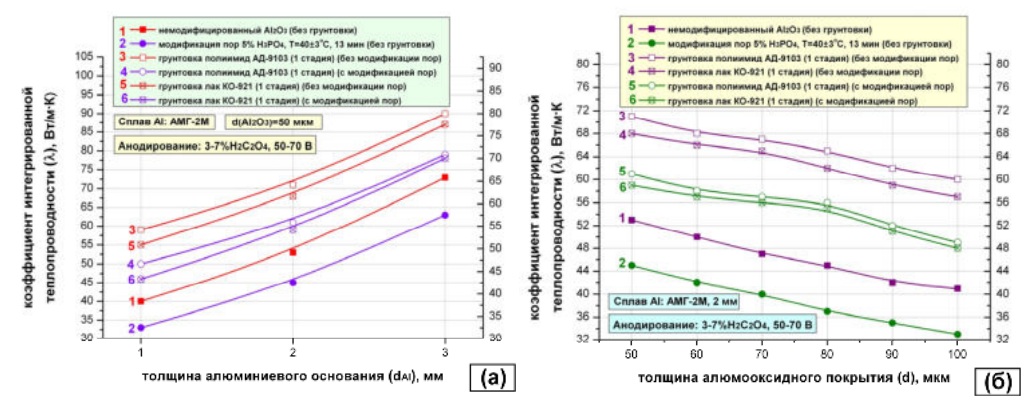


Рис. 3. Влияние толщины несущих Al-оснований (АМГ-2М) (*a*) и толщины анодных  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий (*б*), немодифицированных и модифицированных химическим расширением пор и уплотнением различными грунтовочными материалами, на интегрированную теплопередачу в структурной системе «Al–Al $_2$ O $_3$ »

Кроме того, было продемонстрировано увеличение параметров теплопроводности уплотненных грунтовочными лаками алюмооксидных оснований по сравнению с немодифицированными и негрунтованными покрытиями, которые не отличались значениями толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}$ . Так, значения интегрированной теплопроводности в системе « $\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ » при толщине 2 мм несущего  $\text{Al}$  и толщине  $\sim 50$  мкм модифицированного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  составляли  $\sim 71$  Вт/м·К и  $\sim 68$  Вт/м·К при использовании грунтовки соответственно в виде полиимидного лака АД-9103 и кремнийорганического лака КО-921, тогда как значение характеристики теплопередачи немодифицированных алюмооксидных структур с теми же параметрами толщины  $\text{Al}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  составляло  $\sim 53$  Вт/м·К.

На рис. 4, а и б представлены графики влияния толщины анодных алюмооксидных покрытий, модифицированных различными грунтовочными наполнителями в течение 1–2 стадий, на параметры интегрированной теплопередачи на основаниях из алюминиевого сплава АМГ-2М толщиной 2–3 мм и сравнительный анализ влияния количества технологических стадий грунтовки органическими материалами (АД-9103 и КО-921) на коэффициент интегрированной теплопроводности многослойных алюмооксидных покрытий толщиной  $\sim 50$  мкм на основаниях из алюминиевого сплава АМГ-2М толщиной 2–3 мм.

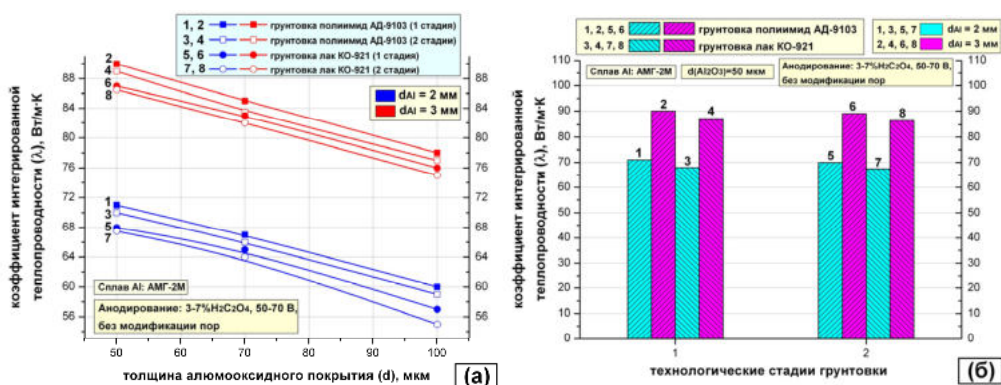


Рис. 4. Сравнительная гистограмма влияния толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий (а) и количества технологических стадий органической грунтовки (АД-9103 и КО-921) (б) на коэффициент интегрированной теплопроводности многослойных алюмооксидных покрытий на основаниях из  $\text{Al}$ -сплава АМГ-2М толщиной 2–3 мм

Было установлено, что применение грунтовочного полиимидного лака АД-9103 приводит к увеличению значений интегрированной теплопроводности алюмооксидных структур на  $\sim 3$ –5 % по сравнению с кремнийорганическим лаком КО-921.

Однако было замечено, что тестовые образцы с алюмооксидными покрытиями, модифицированными грунтовочными составами в две и три стадии, имели незначительно более низкие показатели интегрированной теплопроводности по сравнению с  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -слоями, прошедшими одностадийное уплотнение, что может быть связано с наличием слоя остаточных грунтовочных материалов непосредственно на поверхности тестовых образцов.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, была исследована зависимость параметров интегрированной теплопроводности модифицированных алюмооксидных оснований от технологических приемов и режимов электрохимического анодирования Al-сплава АМГ-2М и заполнения пористых каналов  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -покрытий диэлектрическими грунтовочными материалами (электроизоляционным кремнийорганическим лаком КО-921 и полиимидным лаком АД-9103). Было показано увеличение интегрированной теплопроводности таких алюмооксидных оснований по сравнению с немодифицированными и негрунтованными покрытиями, которые не отличались значениями толщины  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и Al.

Было установлено, что максимальные значения интегрированной теплопроводности ( $\sim 90$  Вт/м·К и  $\sim 87$  Вт/м·К) характерны для модифицированных структурных систем «Al– $\text{Al}_2\text{O}_3$ » (Al  $\sim 3$  мм;  $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 50$  мкм), прошедших одностадийное уплотнение грунтовочными наполнителями АД-9103 и КО-921 соответственно.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Preparation and morphology-dependent wettability of porous alumina membranes / D.L. Shimanovich [et al.] // Beilstein Journal of Nanotechnology. – 2018. – Vol. 9. – P. 1423–1436
2. Шиманович, Д.Л. Технологические режимы для снижения внутренних напряжений, улучшения термической устойчивости к образованию трещин и повышения электрической прочности в анодных структурах Al– $\text{Al}_2\text{O}_3$  / Д.Л. Шиманович // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2015. – Том 15, № 3. – С. 79–82.
3. Шиманович, Д.Л. Электрохимическая алюмооксидная технология для приборов силовой электроники / Д.Л. Шиманович, В.А. Яковцева // Доклады БГУИР. – 2019. – № 3 (121). – С. 5–11.

## ИНТЕРПОЗЕРЫ НА ОСНОВЕ АЛЮМООКСИДНЫХ ПЛАСТИН СО ВСТРОЕННОЙ СИСТЕМОЙ АЛЮМИНИЕВОЙ МЕТАЛЛИЗАЦИИ

Д. Л. Шиманович

---

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
ул. П. Бровки, 6, 220013 Минск, Беларусь, e-mail: ShDL@tut.by*

Изучены и оптимизированы технологические приемы и режимы формирования интерпозеров на основе однослойных и двухслойных мембранных алюмооксидных пластин со встроенной внутри диэлектрического объема системой алюминиевых пассивных элементов, коммутационных межсоединений и сквозных переходных элементов, полученных локальным односторонним и двухсторонним сквозным анодированием с использованием дополнительного биполярного анодирования. Изготовлены однослойные и двухслойные интерпозеры размером соответственно  $1,2 \times 1,2$  см и  $1,0 \times 1,0$  см. Показано, что конструктивно-технологически толщина  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -интерпозеров может варьироваться от  $\sim 30$  до 100 мкм. Продемонстрировано, что толщина имплантированных Al-проводников может составлять от  $\sim 5$  до  $\sim 100$  мкм, причем возможна различная глубина их залегания в объеме мембранных  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -пластин.

**Ключевые слова:** алюминий; электрохимическое анодирование; пористый оксид алюминия; грунтовочный материал; интегрированная теплопроводность.