

## Optymalizacja procesu otrzymywania proszku srebra do past elektronicznych

### 1. WSTĘP

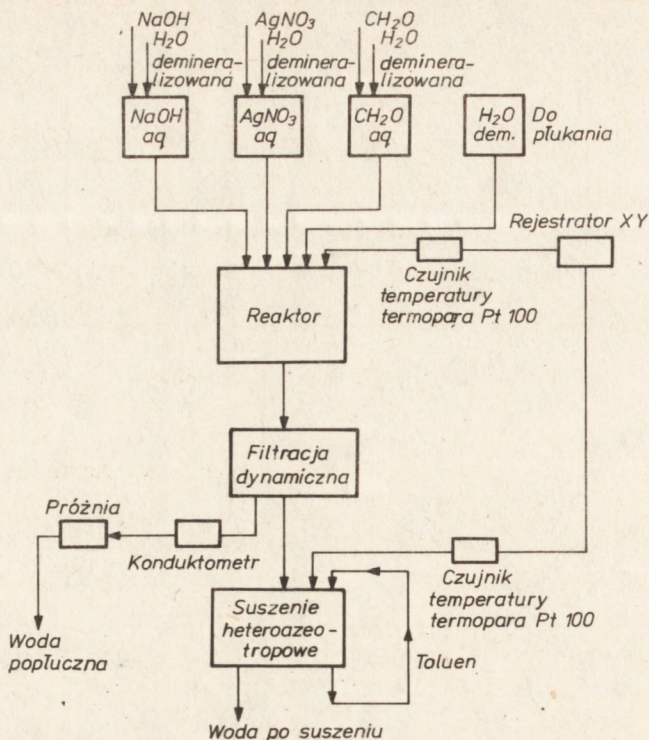
Optymalizacja procesów w technologii chemicznej oparta na doświadczeniu i intuicji eksperymentatora jest zwykle kosztowna i długotrwała. Opracowujący technologię są często zmuszani do ograniczenia liczby doświadczeń ze względu na wysokie koszty materiałowe jednostkowego procesu oraz dużą pracochłonność badań, co w konsekwencji nie pozwala na pełne poznanie mechanizmu zachodzących zjawisk. W związku z tym powstają wątpliwości, czy opracowany proces jest prowadzony w warunkach najbardziej korzystnych.

Istnieją jednak metody pozwalające znaleźć warunki optymalne dla prowadzonego procesu przy częściowej znajomości zachodzących w nim zjawisk. W tym celu stworzono matematyczną teorię doświadczeń ekstremalnych [1] ÷ [3], której fragment został zastosowany do optymalizacji nowej technologii otrzymywania proszku srebra stosowanego do past elektronicznych.

### 2. NOWA METODA OTRZYMYWANIA PROSZKU SREBRA

Przedmiotem niniejszej pracy było otrzymanie proszku srebra stosowanego jako faza przewodząca do past elektronicznych. W związku z tym dążono do otrzymania proszków o jak najniższym uziarnieniu (średnia wielkość ziarna poniżej  $1 \mu\text{m}$ ) i jak najniższym stopniu aglomeracji (poniżej  $30 \mu\text{m}$ ).

Proszek srebra otrzymano w wyniku procesu, którego schemat jest przedstawiony na rys. 1. Przeprowadzono reakcję wodnego roztworu azotanu srebra z wodnym roztworem wodorotlenku sodu. Powstały tlenek srebra redukowano formaliną [4]. Otrzymaną zawiesinę płukano wodą demineralizowaną w filtrze dynamicznym i suszono w suszarce heteroazeotropowej. Te dwie ostatnie fazy procesu stanowią nowe rozwiązanie w technologii otrzymywania proszków srebra [5].



Rys. 1. Schemat ideowy procesu strącania proszku srebra

Zasada filtracji dynamicznej polega na zastosowaniu wirującego elementu (mieszadła) umieszczonego nad przegrodę filtracyjną. Szybki ruch tego elementu wywołuje odpowiednią siłę odśrodkową i naprężenia ścinające, co w konsekwencji prowadzi do odrzucenia cząstek fazy srebrą od przegrody filtracyjnej oraz powoduje dodatkowo intensywne mieszanie zawiesiny w filtrze. Ma to istotne znaczenie w procesie przemywania proszku. W związku z tym w filtrze dynamicznym można utrzymać wysoką i stałą szybkość odbierania przesączu dzięki ciągłemu odnawianiu powierzchni filtracyjnej. W wyniku zastosowania filtracji dynamicznej skrócono znacznie czas płukania proszku, które prowadzi się aż do całkowitego usunięcia zanieczyszczeń rozpuszczalnych w wodzie płuczącej, co w konsekwencji zapobiega aglomeracji powstałego proszku.

Otrzymany proszek poddaje się suszeniu heteroazeotropowemu, co jest również nowym rozwiązaniem technologii otrzymywania proszku srebra. Proces ten polega na wprowadzeniu do zawiesiny proszku w wodzie czynnika porywającego, którym jest rozpuszczalnik organiczny, nie mieszający się z wodą o temperaturze wrzenia nie przekraczającej dopuszczalnej temperatury suszenia proszku srebra. Po dokładnym wymieszaniu zawartości suszarki, podgrzewa się układ do temperatury wrzenia heteroazeotropu, utworzonego przez wodę i czynnik porywający. Po oddestylowaniu azeotropu i rozdzieleniu faz zawraca się jedynie czynnik porywający. Gdy woda zostanie usunięta z układu, oddestylowany

tylowuje się rozpuszczalnik. Rozpuszczalnikiem używanym w opisywanych badaniach był toluen.

Podstawową zaletą tej metody jest skrócenie czasu suszenia w porównaniu z innymi konwencjonalnymi metodami. Osiąga się to dzięki zwiększonej intensywności wymiany ciepła w układzie. W suszonej zawieszynie proszku srebra woda jest zastępowana przez rozpuszczalnik organiczny. Zapobiega to powstawaniu dużych aglomeratów i agregatów, które tworzą się podczas suszenia proszku w konwencjonalnych suszarkach. Obecność dużej ilości aglomeratów i agregatów zwiększa trudności w otrzymaniu z tego proszku pasty elektronicznej.

W prowadzonych badaniach, których celem było określenie optymalnych warunków prowadzenia procesu, dysponowano laboratoryjnym filtrem dynamicznym i laboratoryjną suszarką heteroazeotropową. Minimalna ilość azotanu srebra pozwalająca na przeprowadzenie doświadczenia wynosiła 800 g, co powodowało, że koszt jednostkowego eksperymentu był bardzo wysoki. Zmuszało to do maksymalnego ograniczenia ilości doświadczeń.

Dlatego też przy optymalizowaniu warunków prowadzenia procesu wydawało się celowe zastosowanie matematycznej teorii doświadczeń ekstremalnych, która jak wspomniano we wstępie pozwala na znalezienie optymalnych lub prawie optymalnych parametrów prowadzonego procesu przy możliwie zminimalizowanej ilości doświadczeń.

### 3. ZASTOSOWANIE METODY DOŚWIADCZEŃ CZYNNIKOWYCH DO OPTIMALIZACJI PROCESU OTRZYMYWANIA PROSZKU SREBRA

Zadaniem tej pracy było zbadanie wpływu różnych czynników na parametry końcowe otrzywanego proszku srebra. W tym celu przeprowadzono eksperyment w oparciu o plan doświadczenia czynnikowego typu  $2^3$ , gdyż interesujący jest wpływ trzech czynników:

a/ stężenie formaliny -  $x_{1u}$  (zmienna ilość wody dodawana do jednakowej ilości formaliny). Stężenie na górnym poziomie (+1) wynosiło 6,5%, na dolnym poziomie (-1) 5,5%. Mniejsze stężenie formaliny mogłoby spowodować zbyt duży wzrost ziarna proszku, większe stężenie może spowodować zbyt duży wzrost aglomeratów proszku [4];

b/ czas od zakończenia procesu strącania proszku do początku oddestylowania samego toluenu -  $x_{2u}$  (tzn. czas przebywania proszku w kontakcie z wodą). Na dolnym poziomie (-1) wynosił on 1 godzinę, na górnym (+1) wynosił 16 godzin. Mniejszy czas był niemożliwy do badania ze względów technologicznych (duża pracochłonność przy przeładowywaniu srebra z filtra do suszarki), większy zbyt wydłużałby proces technologiczny;

c/ objętość otrzymanej z filtra zawiesiny srebra w wodzie -  $x_{3u}$  (inaczej stosunek objętości zawiesiny do objętości dodawanego w ilości 2000 ml toluenu). Objętość zawiesiny na dolnym poziomie (-1) wynosiła 800 ml, na górnym poziomie (+1) 2000 ml. Mniejsza objętość zawiesiny jest niemożliwa do uzyskania ze względów technologicznych, większa natomiast zbyt wydłużałaby czas prowadzenia destylacji.

Obserwowano wpływ zmiany tych parametrów na średnią wielkość ziarna, mierzonego metodą permeometryczną i wyrażoną w  $\mu\text{m}$  ( $y_{1u}$ ), oraz wielkość aglomeratów mierzonych na grindometrze, wyrażoną w  $\mu\text{m}$  ( $y_{2u}$ ) [6]. Parametry te są istotne w przypadku zastosowania tego proszku do past elektronicznych.

Otrzymane wyniki przedstawia tabela 1.

Tabela 1. Wyniki doświadczenia czynnikowego typu  $2^3$

u	$x_{1u}$	$x_{2u}$	$x_{3u}$	$y_{1u}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$y_{2u}$ [ $\mu\text{m}$ ]
1	-1	-1	-1	0,90	30
2	-1	+1	-1	1,05	30
3	+1	-1	-1	1,10	30
4	+1	+1	-1	0,87	35
5	-1	-1	+1	0,75	35
6	-1	+1	+1	1,06	70
7	+1	-1	+1	0,62	35
8	+1	+1	+1	0,70	70

Przybliżeniem mechanizmu doświadczenia jest równanie regresji, w którym każdy z czynników występuje w potędze pierwszej, a więc równanie to ma wtedy postać:

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^3 b_i x_i + \sum_{\substack{i \neq j \\ i, j=1}}^3 b_{ij} x_i x_j + b_{123} x_1 x_2 x_3$$

Stosując metodę najmniejszych kwadratów otrzymamy niezależne oszacowania współczynników równania regresji. Równanie dla pierwszego parametru  $y_{1u}$  (wielkość ziarna) ma postać:

$$y_{1u} = 0,881 - 0,059x_1 + 0,0388x_2 - 0,098x_3 - 0,076x_1x_2 + 0,059x_2x_3 - 0,066x_1x_3 + 0,021x_1x_2x_3$$

Dla drugiego parametru  $y_{2u}$  (wielkość aglomeratów) równanie ma postać:

$$y_{2u} = 41,87 + 0,625x_1 + 9,375x_2 + 10,625x_3 + 0,625x_1x_2 + 8,125x_2x_3 - 0,625x_1x_3 - 0,625x_1x_2x_3$$

Wyniki  $y_{1u}$  i  $y_{2u}$  były średnią arytmetyczną z trzech wyników pomiarów. Istnieje możliwość sprawdzenia istotności otrzymanych współczynników i ewentualnie adekwatności otrzymanych równań. Statystyczna analiza równania ma na celu pokazanie z uprzednio założonym prawdopodobieństwem P, że otrzymane oszacowania współczynników równania mogą być co do wartości bezwzględnej albo większe (wtedy istotnie różnią się od zera), albo mniejsze od błędu powstałego w ich definiowaniu (wtedy nieistotnie różnią się od zera) i powinny być usunięte z równania.

W tym celu liczymy

$$S^2 / b/ = \frac{S^2 (\bar{y})}{N} = \frac{\sum_{u=1}^N (y_{uk} - y_u)^2}{N(m-1)mN}$$

gdzie  $m$  jest ilością powtórzeń każdego doświadczenia.

Istotność badano za pomocą kryterium Studenta  $F(b) = t(\alpha, f / S/ b)$ , gdzie  $\alpha$  jest poziomem istotności testu zadany z góry,  $f$  - ilością stopni swobody,  $t(\alpha, f)$  - wartością krytyczną wziętą z tablic rozkładu Studenta. Jeżeli  $F/b_1 / < F/b/$  to oszacowanie współczynnika  $b_1$  istotnie różni się od zera.

Ustalmy poziom istotności  $\alpha = 0,05$ . Ilość stopni swobody wynosi  $f = N(m-1) = 16$  wtedy  $t(0,05; 16) = 8,12$ . W naszym przypadku  $N = 8$ ,  $m = 3$ . Dla 1-ego równania  $S^2 b = 6,25 \times 10^{-6}$ , a dla drugiego równania  $S^2(b) = 1,823$  czyli dla pierwszego  $F(b) = 0,0053$ , a dla drugiego  $F(b) = 2,86$ .

W rezultacie w pierwszym równaniu wszystkie współczynniki są istotne, a w drugim  $b_1$  nie jest istotne.

Nieistotność  $b_1$  może wynikać z trzech przyczyn:

- 1/ dany czynnik, czyli w tym przypadku stężenie formaliny, nie ma wpływu na doświadczenie;
- 2/ został wybrany za mały przedział zmian, ich wpływ jest porównywalny z wpływem czynników ubocznych lub nie jest wykrywalny z powodu zbyt małej dokładności przyrządów pomiarowych;
- 3/ wartość danego czynnika w środkowym punkcie eksperymentu, tzn. dla  $x_1=0$ , odpowiada wielkości optymalnej. W związku z tym jednakowe jego zmniejszanie lub zwiększanie zmienia wynik eksperymentu w przybliżeniu o tę samą wielkość.

Z otrzymanych wyników doświadczenia widać, że stężenie formaliny ma wpływ na wynik doświadczenia, a zwiększenie przedziału zmiany stężenia spowoduje zbyt duże zaglomerowanie proszku, dlatego można wysnuć wniosek, że optymalne stężenie formaliny odpowiada wartości tego parametru w środkowym punkcie eksperymentu.

Gdy liczba współczynników istotnych jest mniejsza od liczby doświadczeń, to powstaje możliwość (i konieczność) zbadania adekwatności otrzymanego równania. To sprawdzenie opiera się na kryterium Fishera. Liczymy dyspersję nieadekwatności:

$$S_{ad}^2 = \frac{\sum_{u=1}^N y_u - y_u}{N - N'}$$

gdzie  $y_u$  jest wartością dla każdego wariantu eksperymentu, otrzymaną, gdy są wyrzucone nieistotne czynniki, a  $N'$  jest liczbą istotnych współczynników w równaniu. Następnie obliczamy stosunek

$$F = \frac{S_{ad}^2}{S^2 y}$$

i porównujemy z wielkością krytyczną testu otrzymaną z tablic rozkładu Fishera  $F_T = F_T(\alpha, f_1, f_2)$ , gdzie  $\alpha$  jest poziomem istotności testu, a  $f_1 = N - N'$ ,  $f_2 = N(m - 1)$ . Jeżeli  $F < F_T$ , to równanie opisuje adekwatnie zmianę danego czynnika.

W naszym przypadku  $S^2(y) = 14,584$ ,  $S_{ad}^2 = 3,125$ , więc liczymy stosunek  $S^2(y)/S_{ad}^2 = 4,67$  - badamy stosunek  $S^2(y) S_{ad}^2$ , a nie  $S_{ad}^2/S^2(y)$ , gdyż musi on być większy od jedności.

Ponieważ  $F_T(0,05,16,4) = 5,85$  to  $F < F_T$ , czyli równanie jest adekwatne. Więc równania mają ostateczną postać:

$$y_1 = 0,881 - 0,059x_1 - 0,0388x_2 - 0,098x_3 - 0,076x_1x_2 + 0,059x_2x_3 - 0,066x_1x_3 + 0,021x_1x_2x_3$$

$$y_2 = 41,87 + 9,375x_2 + 10,625x_3 + 8,125x_2x_3$$

Szukamy takich wartości  $x_1, x_2, x_3$ , aby wielkości  $y_1$  i  $y_2$  były minimalne. Korzystając z drugiego równania chcemy znaleźć jak najmniejszą wartość  $y_2$ , gdy  $x_2$  i  $x_3$  zmieniają się od  $-1$  do  $1$ . Z postaci równania od razu widać, że musi być  $x_2 \leq 0$  i  $x_3 \leq 0$ . Minima lokalne  $y_2$  są osiągnięte dla par wartości  $x_2 = -1, x_3 = 1$  i  $x_2 = 0, x_3 = -1$ , i  $x_2 = -1, x_3 = 0$ . Dla tych wartości różnice w wielkości aglomeratów są rzędu 6,67%. Zatem z praktycznego punktu widzenia punkt optymalny dla eksperymentu będzie miał współrzędne  $x_2, x_3$  równe którejś z tych par. Jak ustalono optymalną wartośćią stężenia formaliny dla badanego procesu jest środek eksperymentu, czyli  $x_1 = 0$ . Dla  $x_1 = 0$  równanie pierwsze przyjmuje postać:

$$y_1 = 0,881 + 0,0388x_2 - 0,098x_3 + 0,059x_2x_3$$

Z tego równania oraz z warunków otrzymanych dla poprzedniego równania, tzn.  $-1 \leq x_2 \leq 0$  i  $-1 \leq x_3 \leq 0$  wynika, że punkt optymalny ma współrzędne  $x_2 = -1$  i  $x_3 = 0$ . Wynika stąd, że optymalnymi warunkami dla prowadzenia eksperymentu są warunki odpowiadające punktowi o współrzędnych:  $x_1 = 0, x_2 = -1, x_3 = 0$ , czyli stężenie formaliny powinno być 6%, czas od końca strącania do początku suszenia równy jedną godzinę oraz objętość zawiesiny równa 1,4 l.

Przy tak dobranych warunkach eksperymentu przeprowadzone doświadczenie dało bardzo dobre wyniki (patrz tablica 1).

Ponieważ równania opisują proces w przybliżeniu, to punkt optymalny obliczony z równań jest punktem optymalnym lub bardzo blisko punktu optymalnego. Sprawdzenie tego wymagałoby przeprowadzenia co najmniej kilku dodatkowych doświadczeń. Jednak ze względu na duży koszt pojedynczego eksperymentu oraz fakt, że z praktycznego punktu widzenia wyniki otrzymane w punkcie optymalnym będą różnić się nieistotnie od wyników w punkcie przez nas wybranym, wydaje się nie celowe prowadzenie dalszych badań, aby znaleźć punkt optymalny dokładnie.

Opierając się na tych wynikach strącono kolejno trzy partie proszku srebra w warunkach uznanych za optymalne: przy stężeniu formaliny 6%,

w czasie od końca strącania proszku do początku destylacji toluenu 1 godziny oraz objętości zawiesiny równej 1,4 l. Parametry otrzymanych proszków przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Parametry trzech kolejno otrzymanych proszków srebra w warunkach uznanych za optymalne

Numer doświadczenia	Średnia wielkość ziarna [ $\mu\text{m}$ ]	Wielkość aglomeratów [ $\mu\text{m}$ ]
1	0,70	30
2	0,81	35
3	0,79	30

Otrzymane wyniki średniej wielkości ziarna oraz wielkości aglomeratów strąconych w tych warunkach potwierdziły słuszność przyjętej tezy, że wymienione warunki są warunkami najlepszymi dla wyżej wymienionego procesu.

#### 4. BADANIA WŁASNOŚCI PROSKÓW SREBRA OTRZYMYWANYCH NOWĄ METODĄ

W dalszej części pracy omawiany proszek został poddany badaniom fizykochemicznym mającym na celu określenie jego przydatności jako materiału do past elektronicznych. Pełne zastosowanie i obszernie omówienie parametrów i metod ich badania określających własności proszków metali można znaleźć w literaturze [8] + [10].

W niniejszej pracy ograniczono się do badania tych własności, które w zasadniczy sposób wpływały na jakość pasty elektronicznej. Takimi parametrami wydawały się być:

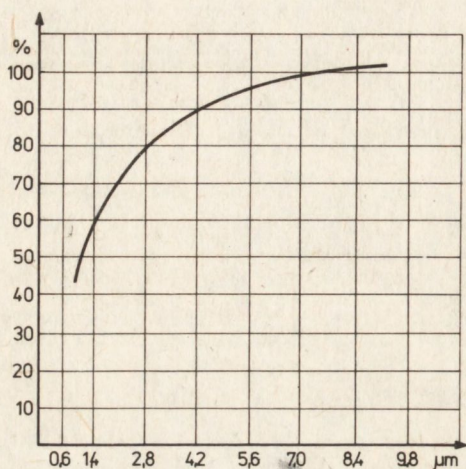
- średnia wielkość ziarna,
- rozkład wielkości ziarn,
- kształt cząstek,
- powierzchnia ziarn proszku,
- stopień porowatości proszku,
- wielkość aglomeratów,
- czystość chemiczna,
- zwilżalność proszku przez nośniki organiczne,
- zwilżalność proszku przez szklivo,
- ciężar usypowy,
- analiza sitowa proszku.

##### 4.1. Pomiar średniej wielkości ziarna metodą permeametryczną

Średnia wielkość ziarna jest ważnym parametrem określającym proszek srebra w jego masie. Najczęściej stosowaną metodą do pomiaru tej wielkości jest metoda permeametryczna dostarczająca informacji odnośnie do charakterystyki proszku poprzez pomiar oporu przepływu strumienia powietrza poprzez zagęszczoną (sprasowaną) próbkę proszku. Średnie wielkości ziarna otrzymanych proszków srebra mierzonych tą metodą wynosiła 0,7 - 0,9  $\mu\text{m}$ .

#### 4.2. Pomiar rozkładu wielkości ziarn

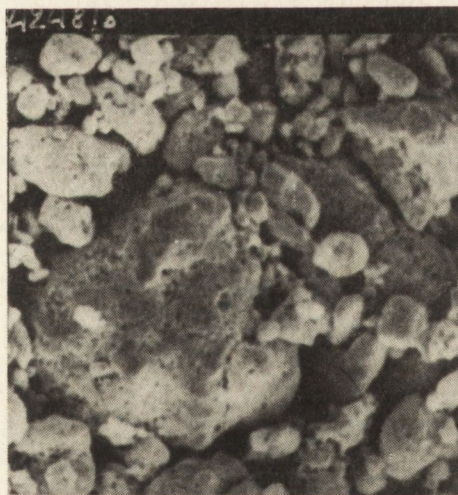
Innym parametrem charakteryzującym proszek w jego masie jest rozkład wielkości ziarn. Badanie tego parametru przeprowadzono na przyrządzie Quantimetr 720. Badanie to ma tę wyższość nad innymi metodami, że pomiar i wyliczanie ilości ziarn w poszczególnych frakcjach wykonane jest automatycznie. Wyniki otrzymane w tym badaniu przedstawiono na wykresie całkowym na rys. 2.



Rys. 2. Wykres całkowity rozkładu wielkości ziarna proszku srebra

#### 4.3. Ocena kształtu ziarn proszku srebra

Aby ocenić kształt oraz wygląd cząstek otrzymanych proszków, tj. zbadać indywidualną cząstkę, wykonano zdjęcia na mikroskopie scanningowym (rys. 3).



Rys. 3. Proszek srebra. Mikroskop scanningowy. Pow. 300x

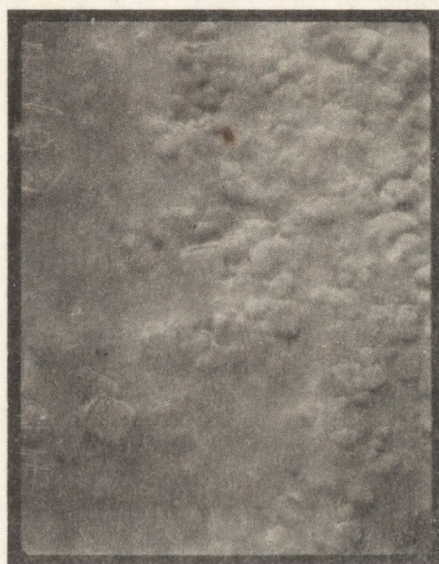


Jak widać na zdjęciach, cząstki występują w kształcie nieregularnych kulek i płytek, w postaci zaglomerowanej. Powierzchnia ziarn jest gąbczasta.

#### 4.4. Ocena struktury powierzchni proszków srebra

W celu oceny struktury powierzchni otrzymanych proszków srebra zastosowano metodę replik.

Proszek srebra napyłano na szkiełko przedmiotowe, po czym napyłano na płytkę z proszkiem błonkę węglową, będącą równocześnie repliką. Szkiełko zanurzano pod kątem do naczynia z wodą, co powodowało, że napięcie powierzchniowe odrywało błonkę od szkiełka. Następnie delikatnie kładziono błonkę tak, by proszek był poddawany działaniu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu proszku błonkę przemywano w wodzie, po czym cieniowano platyną. Z tak przygotowanych replik wycinano próbki do obserwacji na mikroskopie elektronowym. Wyniki obserwacji przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Replika proszku srebra. Pow. 11000x

Z przeprowadzonych badań wynika, że proszek występuje w zaglomerowanej postaci, ale dość łatwo rozróżnia się pojedyncze ziarna. Mają one kształt nieregularnych brył, ale zbliżonych do płytek, oraz charakteryzują się niezbyt dużym rozwinięciem powierzchni, o czym świadczy niewielkie zaciemnienie pochodzące od napylenia warstwy platyną.

#### 4.5. Badanie liczby olejowej proszków

Liczba olejowa charakteryzuje puste przestrzenie międzyziarnowe oraz wielkość porów w strukturze ziarna. Parametr ten badano zarabiając proszek z olejem lnianym do chwili osiągnięcia konsystencji "kluski".

Objętość zużytego oleju na 100 g proszku stanowi wielkość zwaną liczbą olejową. Dla omawianego proszku wahała się ona między 18 - 21. Świadczy to o istnieniu stosunkowo małej ilości porów i o niezbyt dużym rozwinięciu powierzchni.

#### 4.6. Badanie wielkości aglomeratów

Badania mikroskopowe wykazały, że otrzymane proszki występują w postaci zaglomerowanej. Zbyt wielka ich ilość oraz rozmiar bardzo niekorzystnie wpływają na jakość wytworzonej pasty elektronicznej.

Wielkość aglomeratów badano w ten sposób, że do proszku srebra zaro-bionego z olejem lnianym przy badaniu liczby olejowej dodawano określo-ną ilość ksyłenu i ucierano. Wielkość aglomeratów mierzona na grindome-trze 0 ÷ 100  $\mu\text{m}$  wynosi dla omawianego proszku 30 ÷ 35  $\mu\text{m}$ . Tak niska wartość tego parametru świadczy o tym, że zaobserwowane w badaniach mi-kroskopowych aglomeraty są nietrwałe i deją się łatwo rozcierać.

#### 4.7. Badanie czystości chemicznej otrzymanych proszków

Proszek srebra poddano analizie zawartości srebra i oznaczeniu wiel-kości strat prażenia w 700°C. Zawartość srebra w omawianym proszku srebra wynosiła 99,6%, a straty prażenia 0,4%.

#### 4.8. Ciężar usypowy proszków srebra

Ciężar usypowy omawianego proszku srebra zmierzono na volumetrze. Wynosił on 1,12 g/cm<sup>3</sup>.

#### 4.9. Analiza sitowa proszku srebra

Omawiany proszek srebra poddano analizie sitowej. 100 g proszku prze-siewano na wytrząsarce "Fritsch-Analysette" w czasie 0,5 i 1 godziny przez sita: 60  $\mu\text{m}$ , 36  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$  przy wibracjach równych 7. Po 0,5 godzi-nie przez sito 60  $\mu\text{m}$  przeszło 37% proszku, przez 36  $\mu\text{m}$  1%, a przez 20  $\mu\text{m}$  0,1%. Po 1 godzinie przez sito 60  $\mu\text{m}$  przeszło 41% proszku, przez sito 36  $\mu\text{m}$  1,5%, a przez 20  $\mu\text{m}$  0,5%. Wyniki te potwierdzają, że proszek znajduje się w postaci zaglomerowanej.

#### 4.10. Zwilżalność proszku przez nośniki organiczne

Przydatność proszku do past elektronicznych ocenia się poprzez pró-bę zwilżania go przez nośniki organiczne i szkliska.

Miarą zwilżalności proszku srebra przez nośniki organiczne jest punkt płynięcia Daniela. Pomiar ten wykonano w ten sposób, że 5 g proszku srebra mieszano dodając kroplami nośnik, do momentu aż trzy ostatnie krople zawiesiny spływały co 1 sekundę. Ilość zużytego nitrolaku nośni-ka jest miarą zwilżalności proszku przez nośnik organiczny. W omawia-nym badaniu nośnikiem był "Nitrolak", a ilość zużytego nośnika wynosi-ła 5,3 ml.

Dla porównania ta sama wielkość dla proszku srebra GF używanego w CNPME do produkcji past elektronicznych wynosi 4,1.

#### 4.11. Zwilżalność proszku srebra przez szkliwa

Badano zwilżalność proszku srebra przez typowe szkliwa stosowane do produkcji past elektronicznych (Fo-3, Fo-4, Fo-5 produkcji CNPME). Na sprasowaną pastylkę proszku srebra nakładano niewielką ilość szkliwa i podgrzewano na mikroskopie grzewczym do temperatury topnienia szkliwa. We wszystkich przypadkach kąt zwilżania był ostry, co świadczyło o dobrym zwilżaniu proszku przez szkliwa.

#### 4.12. Badania aplikacyjne proszku srebra

Z omawianego proszku wykonano 8 past o składach odpowiadających pastom P-116, P-117, P-126, P-127, P-120, P-160, P-202 produkcji CNPME. Pasty te poddano badaniom aplikacyjnym. Wszystkie pasty wykazały zadowalające parametry i spełniały wymagania techniczne stawiane tym pastom.

### 5. WNIOSKI

Proszek srebra otrzymany nową metodą ma niezbyt rozwiniętą powierzchnię, o strukturze gąbczastej i występuje w postaci zaglomerowanej. Jednak proszek ten ma tę wyższość nad proszkami dotychczas stosowanymi, że aglomeraty te łatwo się łamią i rozcierają.

Otrzymany proszek dobrze współpracuje z nośnikami organicznymi stosowanymi powszechnie do past elektronicznych. Jak wykazały badania aplikacyjne można go stosować do otrzymywania past bez kłopotliwej operacji otoczkowania kwasem stearynowym, co stanowi jego ogromną zaletę w stosunku do innych proszków.

Zastosowana metoda doświadczeń czynnikowych pozwoliła na określenie najlepszych warunków prowadzenia procesu otrzymywania proszków srebra do past elektronicznych przy zastosowaniu filtracji dynamicznej i suszenia heteroazeotropowego przy minimalnej ilości przeprowadzonych eksperymentów. Zmniejszyło to bardzo koszty i czas prowadzonych eksperymentów.

Badania te potwierdziły celowość stosowania metod matematycznych przy opracowaniu nowych technologii chemicznych.

### LITERATURA

1. Graczev J.P.: Matematyczne metody planowania eksperymentów, Moskwa 1979
2. Nalinow W.W., Czernowa N.A.: Matematyczne metody planowania doświadczeń w doświadczalnictwie chemicznym, WNT 1967
3. Kasprzyński S.: Planowanie eksperymentów. Podstawy matematyczne, PWN 1965
4. Patent japoński nr 6971
5. Patent polski nr 128129
6. PN-70C-04424
7. Zieliński R.: Tablice statystyczne, PWN 1972
8. Hausner H.: Handbook of metal powders, New York 1966
9. Bukowiecki J., Raźniewska M.: Informator IMN, 1967
10. Irani R., Callis O.: Particle size, measurements, interpretation and application, New York, 1963

(Tekst dostarczono 1987.01.20)