

CHEMICAL SENSORS

ХІМІЧНІ СЕНСОРИ

PACS 06.20.-f, 43.35.Yb
УДК 620.179.16

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ЄМНІСНИХ ПЕРЕТВОРЮВАЧІВ НА ОСНОВІ ТОНКОПЛІВКОВОЇ СТРУКТУРИ Al/ITO/ПОЛІІМІД/Al₂O₃

Л. В. Зайцева^{1,2}, Г. С. Хрипунов¹, Р. В. Зайцев¹, Б. М. Горкунов¹, А. Л. Хрипунова¹

¹ Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», вул. Фрунзе, 21,
61002, Харків, Україна, тел. +38(057)7315691

² ВАТ «Турбоатом», просп. Московський, 199, 61037, Харків, Україна, тел. +38(057)3492450
e-mail: zaitsev.poman@gmail.com

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ЄМНІСНИХ ПЕРЕТВОРЮВАЧІВ НА ОСНОВІ ТОНКОПЛІВКОВОЇ СТРУКТУРИ Al/ITO/ПОЛІІМІД/Al₂O₃

Л. В. Зайцева, Г. С. Хрипунов, Р. В. Зайцев, Б. М. Горкунов, А. Л. Хрипунова

Анотація. У статті розглянута ключова проблема безрідинного акустичного контролю металевих виробів та запропоноване новітнє рішення для дефектоскопії в умовах промислового виробництва. Основною особливістю рішення є використання тонкоплівкових гнучких шарів у ємнісних перетворювачах на основі структури Al/ITO/поліімід/Al₂O₃ загальною товщиною не більше 20 мкм. На підставі проведеного дослідження структурних та електричних властивостей шарів такої структури визначені оптимальні умови їх отримання для максимально ефективного використання у якості ємнісних перетворювачів. Створено дослідний зразок тонкоплівкового ємнісного перетворювача для акустичного контролю металевих виробів на основі структури Al/ITO/поліімід/Al₂O₃.

Ключові слова: тонкоплівковий перетворювач, ємнісний метод, дефектоскопія металів

INVESTIGATION OF CAPACITIVE CONVERTERS STRUCTURE BASED ON Al/ITO/POLYIMIDE/Al₂O₃ THIN-FILM COMPOSITION

L. V. Zaitseva, G. S. Khrypunov, R. V. Zaitsev, B. M. Gorkunov, A. L. Khrypunova

Abstract. The article considers the key issue of metal parts liquid free acoustic control and proposed innovative solutions for defectoscopy in industrial production. The main feature of the solution is using flexible thin-film capacitive transducers based on the ITO/polyimide/Al₂O₃ structure with total thickness less than 20 microns. Based on the research of structural and electrical properties of layers with such structure it has been established the optimal conditions to maximize the efficiency of their using as capacitive transducers. A prototype of thin-film capacitive transducer for metal parts acoustic control on the basis of Al/ITO/polyimide/Al₂O₃ composition it has been manufactured.

Keywords: thin film converter, capacitive method, defectoscopy of metals

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЕМКОСТНЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ ТОНКОПЛЕНОЧНОЙ СТРУКТУРЫ Al/ITO/ПОЛИИМИД/Al₂O₃

Л. В. Зайцева, Г. С. Хрипунов, Р. В. Зайцев, Б. М. Горкунов, А. Л. Хрипунова

Аннотация. В статье рассмотрена ключевая проблема безжидкостного акустического контроля металлических изделий и предложено новейшее решение для дефектоскопии в условиях промышленного производства. Основной особенностью решения является использование тонкопленочных гибких емкостных преобразователей на основе структуры ITO/полиимид/Al₂O₃ общей толщиной не более 20 мкм. На основании проведенного исследования структурных и электрических свойств слоев такой структуры определены оптимальные условия их получения для максимально эффективного использования в качестве емкостных преобразователей. Создан исследовательский образец тонкопленочного емкостного преобразователя для акустического контроля металлических изделий на основе структуры Al/ITO/полиимид/Al₂O₃.

Ключевые слова: тонкопленочный преобразователь, емкостной метод, дефектоскопия металлов

Вступ

Подальший розвиток широко запроваджених акустичних методів [1] зумовлений необхідністю спрощення технології контролю макродефектів металевих виробів в умовах промислового виробництва. Основу таких методів складають традиційні п'єзоелектричні прилади, що реалізують акустичний метод з використанням спеціальних рідин для забезпечення необхідного акустичного контакту та потребують спеціальних технологій підготовки поверхонь, які спрямовані на

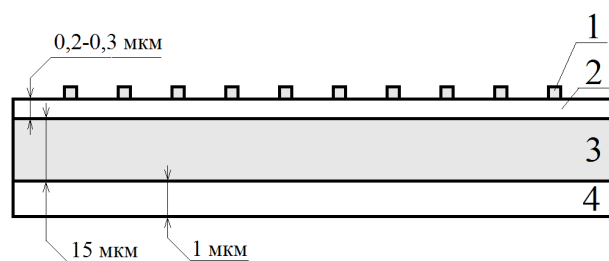
зменшення шорсткості поверхонь. Значний досвід практичного використання цього методу визначив області, в яких він не є ефективним для акустичного контролю виробів із забрудненою, ураженою корозією поверхнею, або поверхнею з покриттями будь-якої природи [2, 3]. Таким чином для потреб практичної дефектоскопії необхідно створити прилади, які дозволять проводити безрідинний акустичний контроль для виробів з непідготовленими поверхнями [4, 5].

Перспективними серед приладів без-ридинного акустичного контролю можуть бути засоби, створені на основі ємнісного способу генерації та прийому акустичних сигналів, який має принципово інший фізичний механізм генерації акустичного сигналу у об'єкті контролю, поверхня його є однією з обкладок ємнісної композиції та сама генерує сигнал без необхідності застосування рідини для забезпечення акустичного контакту. Однак існуючі ємнісні композиції не дозволяють отримувати необхідну чутливість методу. Згідно результатам досліджень класичних ємнісних перетворювачів для дефектоскопії ємнісним методом для збільшення чутливості та ефективності ємнісних перетворювачів доцільно: зменшувати товщину діелектричного прошарку та збільшувати величину його діелектричної проникності [6, 7]. Тому в роботі у якості діелектричного прошарку та основи для ємнісних перетворювачів було апробовано поліімідну плівку завтовшки 15 мкм, що на два порядки менше за товщини класичних діелектричних прошарків, які зазвичай виготовляються з пластини корунда товщиною 1 мм. Для формування електродів на поверхню поліамідної плівки осаджувалися шари Al та ITO (Indium Tin Oxide), а для підвищення величини діелектричної проникності – плівки Al_2O_3 . Температурний діапазон роботи зазначених шарів лежить у діапазоні від 0 до 350°C.

1. Методика отримання зразків та їх дослідження

При створенні ємнісного перетворювача зі структурою Al/ITO/поліімід/ Al_2O_3 було використано поліімід марки Upilex-S товщиною 15 мкм, поверхню якого було заздалегідь очищено. З однієї із сторін полііміду методом нереактивного магнетронного розпилення на постійному струмі на вакуумній установці ВУП-5М в наступних технологічних умовах було отримано шар ITO: довжина розрядного проміжку - 70 мм; час осадження – 30 хвилин; початковий залишковий тиск у вакуумній камері складав $3 \cdot 10^{-7}$ Па і робочий тиск в процесі розпилення мішені – $1,5 \cdot 10^{-4}$ Па; мішень ITO складалась з 90 вес. % In_2O_3 та 10 вес. % SnO_2 і пресувалась під тиском приблизно 12 кг/см²; температура підкладки складала 300 °C, питома

потужність магнетрону 0,28 Вт/см². На поверхні шару ITO було створено методом термічного резистивного розпилення на вакуумній установці ВУП-4 в наступних технологічних умовах струмопровідні доріжки із алюмінію: напилювання проводилося через відповідну маску при вакуумі 2×10^{-5} Па, підкладка при напилювання нагрівалася до 110 °C, час напилювання із вольфрамових випарників складав 120 с. З іншої сторони плівки полііміду в аналогічних до шару ITO технологічних умовах було отримано шар Al_2O_3 . Схематичне зображення перерізу такого приладу наведено на рисунку 1, а. За наведеною технологією було створено дослідний зразок тонкоплівкового ємнісного перетворювача для акустичного контролю металевих виробів, зовнішній вигляд якого наведено на рисунку 1, б.



а)



б)

Рис. 1. Схематичне зображення перерізу (а) та зовнішній вигляд (б) запропонованого тонкоплівкового ємнісного перетворювача: 1 – алюмінієві струмопровідні доріжки; 2 – шар ITO завтовшки 0,2-0,3 мкм; 3 – поліімідна плівка завтовшки 15 мкм; 4 – шар Al_2O_3 завтовшки 1 мкм.

Дослідження кристалічної структури плівкових шарів були проведені традиційним рентгенодифракційним методом [8] на рентгенівському апараті ДРОН – 4 з автоматичним записом дифракційного спектру за допомогою комп'ютера при неперервному 2θ -скануванні в інтервалі кутів $2\theta = 20^\circ \div 75^\circ$ з фокусуванням по Бреггу-Брентано ($q-2q$) у випромінюванні кобальтового анода. Також було проведено дослідження поверхонь шарів ІТО та Al_2O_3 за допомогою растрового електронного мікроскопу РЕМ-100У. Для контролю поверхневого електричного опору шарів використовувався чотиризондовий метод [9]. Дослідження діелектричної проникності поліамідної плівки та структури поліїмід/ Al_2O_3 були проведені для частот збуджуючих сигналів у діапазоні $10-10^7$ Гц, які генерувалися за допомогою генератора сигналів типу ГСС-20, а величина ємності конденсаторної структури вимірювалася за допомогою RLC-метру типу Е318.

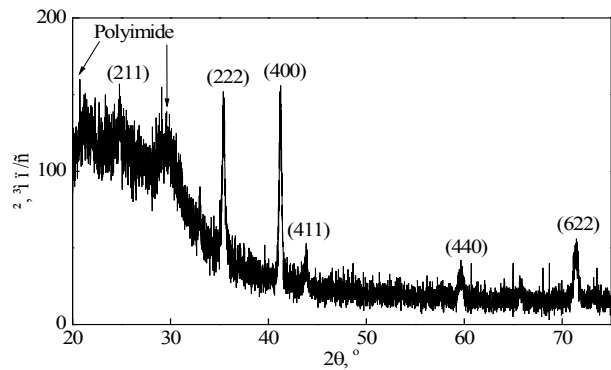
2. Результати та їх обговорення

Були отримані рентгендифрактограми та мікроснімки поверхні для шару ІТО та шару Al_2O_3 , (рис. 2 та рис. 3).

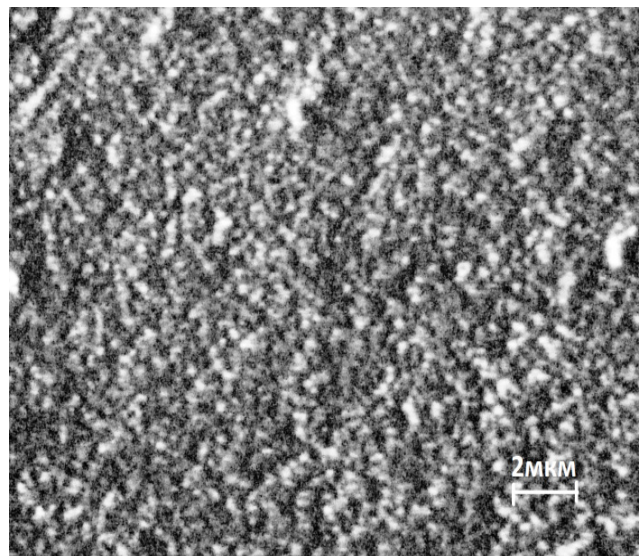
Аналіз рентгенодифрактограм шарів ІТО, отриманих методом неактивного магнетронного розпилення (рис. 2) показав, що усі шари мають кристалічну структуру стабільної кубічної модифікації In_2O_3 . Про останнє однозначно засвідчує наявність відбиттів від плоскостей (221), (222), (400), (411), (332), (431), (440), (611), (622). Результати розрахунків відношень сумарної інтегральної інтенсивності всіх піків, що спостерігаються на дифрактограмі, до товщини шару ІТО вказують на наявність невеликої кількості рентгеноаморфної фази у зразках. Також експериментально було встановлено, що при температурі підкладки $300^\circ C$, зростання плівки відбувається з переважною орієнтацією в напрямку $\langle 111 \rangle$.

Аналіз структури шару Al_2O_3 показав, що усі шари мають кристалічну структуру стабільної ромбоєдричної модифікації $\alpha-Al_2O_3$ з параметрами решітки $a = 4,759 \text{ \AA}$, $c = 12,993 \text{ \AA}$. Про це однозначно засвідчує наявність відбиттів від плоскостей (012), (104), (110), (113),

(024) та (116). Аналіз рентгенодифрактограми показує, що шар Al_2O_3 має стабільну кристалічну структуру, і як наслідок, має стабільні відповідні структурі електричні параметри.



а)



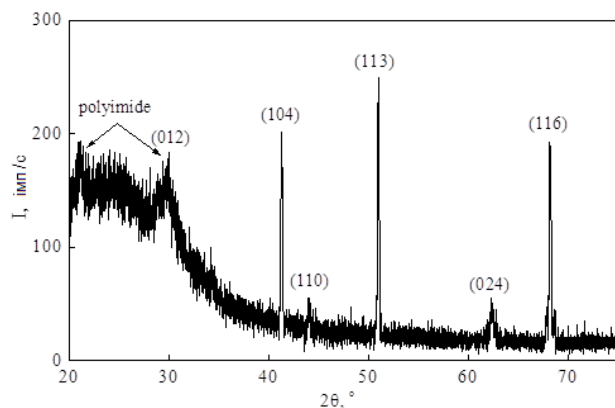
б)

Рис. 2. Рентгендифрактограма (а) та мікроснімок поверхні (б) шару ІТО, нанесеного на поліїмідну плівку.

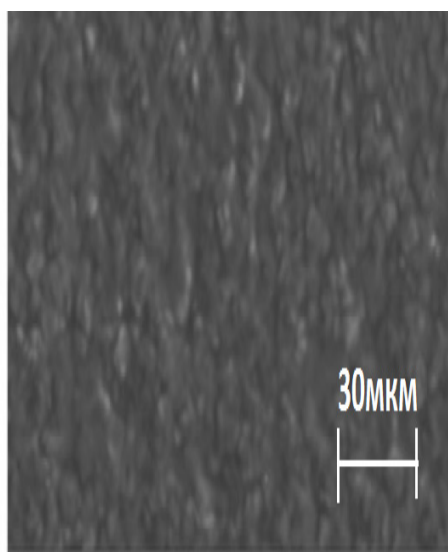
Встановлено, що поверхневий електроопір (R_{\square}) шарів ІТО дорівнює $8-15 \text{ Ом}/\square$. Дослідження е.р.с. Холла свідчать про те, що отримане значення питомого електроопору зумовлене концентрацією основних носіїв заряду від близько $8,3 \times 10^{20} \text{ см}^{-3}$ та рухливістю основних носіїв заряду на рівні $44 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$.

Результати досліджень діелектричних властивостей свідчать про зростання величини

діелектричної проникності структури поліїмід/ Al_2O_3 , котра складає 8,5 - 11,5 відн. од., відносно поліїмідної плівки (3 - 3,9 відн. од.) приблизно у 3 рази при частотах збуджуючого сигналу у діапазоні 10 Гц – 10 МГц, що добре видно з рис. 4.



а)



б)

Рис. 3. Рентгендифрактограма (а) та мікроснімок поверхні (б) шару Al_2O_3 , нанесеного на поліїмідну плівку.

Зазначена обставина підтверджує припущення щодо можливості збільшення діелектричної проникності прошарку за рахунок нанесення на поліїмідну плівку тонкого шару Al_2O_3 . Для підтвердження можливості збільшення чутливості методу за рахунок використання ємнісного

перетворювача на основі структури $\text{Al}/\text{ITO}/\text{поліїмід}/\text{Al}_2\text{O}_3$ у порівняння з класичними перетворювачами було проведено дослідження серії зразків із алюмінію на частоті коливань 2,5 МГц. Отримані осцилограми прийнятих сигналів для обох типів перетворювачів при однаковій величині збуджуючого сигналу наведені на рис. 5.

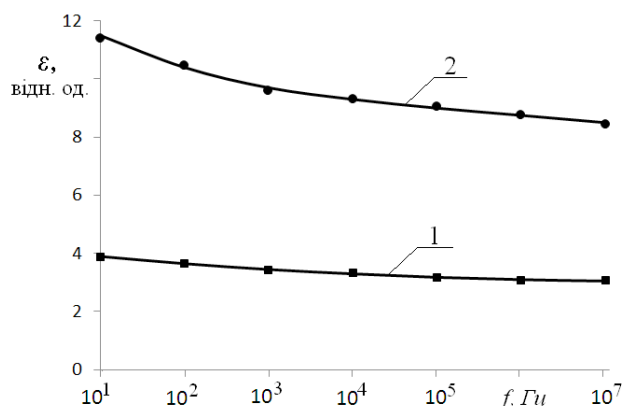


Рис. 4. Залежність діелектричної проникності поліїмідної плівки (1) та структури поліїмід/ Al_2O_3 (2) від частоти збуджуючого сигналу.

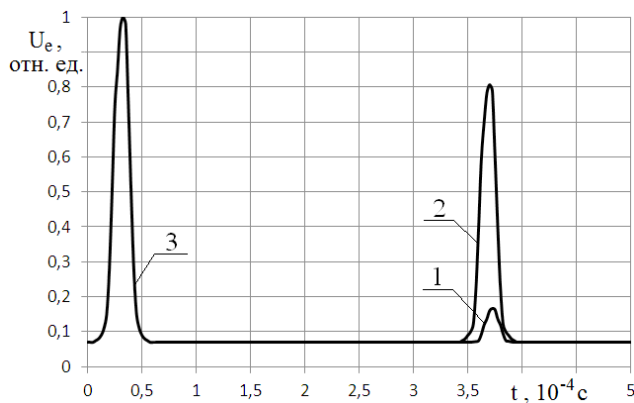


Рис. 5. Нормалізовані осцилограми прийнятих сигналів від класичного ємнісного перетворювача (1) та запропонованого тонкоплівкового на основі структури $\text{Al}/\text{ITO}/\text{поліїмід}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (2) у порівнянні з однаковим збуджуючим сигналом (3).

Як видно з рис. 5, величина прийнятого сигналу у разі використання тонкоплівкового перетворювача зростає у 7,6 рази у порівнянні з класичним перетворювачем, що добре корелює з проведеними вимірами діелектричної проникності діелектричних

шарів та з урахуванням зменшення товщини діелектричного прошарку. Таким чином, експериментально підтверджується зростання чутливості ємнісного методу у разі використання тонкоплівкових ємнісних перетворювачів на основі структури Al/ІТО/поліімід/ Al_2O_3 .

Висновки

1. Запропоновано використання у якості діелектричного прошарку при дефектоскопії металевих виробів ємнісним методом тонкої поліімідної плівки, товщина якої на два порядки менше за товщини класичних діелектричних прошарків, та складає 15 мкм, а величина діелектричної проникності дорівнює 3-4 відн. од., що дозволяє, відповідно, підвищити чутливість ємнісного методу приблизно у 100 разів.

2. При температурі підкладки 300 °С та питомій потужності магнетрону 0,31 Вт/см² на поліімідних плівках фірми Uplex були отримані шари ІТО товщиною 0,2-0,3 мкм з поверхневим електроопором 8 Ом/□, при цьому концентрація носіїв заряду становила $8,3 \times 10^{20}$ см⁻³, рухливість - 44 см²/(В·с).

3. Було встановлено, що додаткове використання тонких кристалічних плівок Al_2O_3 , осаджених на підкладку з полііміду, дозволяє підвищити величину діелектричної проникності прошарку ємнісного перетворювача від 3-4 відн. од, характерних для полііміду, до 8,5-11,5 відн. од. Отримане зростання величини діелектричної проникності дозволяє додатково не менш ніж у 3 рази підвищити чутливість ємнісного методу.

4. Створено дослідний зразок тонкоплівкового ємнісного перетворювача для акустичного контролю металевих виробів на основі структури Al/ІТО/поліімід/ Al_2O_3 .

5. Проведено експериментальне дослідження дослідного зразка та встановлено, що використання тонкоплівкового ємнісного перетворювача на основі структури Al/ІТО/поліімід/ Al_2O_3 підвищує чутливість ємнісного методу у 7,6 рази.

Список використаної літератури

[1] В.Е. Paton, V.A. Troickiy, Yu.M. Posypai-ko. Nerazrushashiy kontrol' v Ukraine // Inform. Bul. Ukrainського obshestva nerazrushaushego kontrolya i technicheskoy diagnostiki, 2(18), pp. 5–9 (2003).

[2] V.A. Troickiy. Kratkoe posobie po kontrolyu kachestva svarnykh soedineniy. K.: IES im. E.O. Patona, 224 s. (1997).

[3] I.P. Bilokur Akusticheskii kontrol'. K.: IZMN, 224 s. (1997).

[4] Nerazrushashiy kontrol': spravochnik v 7 t. / Pod obsh. red. V.V. Klueva. M.: Mashinostroyeniye, 829 s. (2005).

[5] O.M. Karpash Nerazrushashiy kontrol' i technicheskaya diagnostika neftegazovogo oborudovaniya i instrumenta // Metody i pribory kontrolya kachestva, 1, pp. 22–24 (1997).

[6] S.G. Lvov, L.V. Glebova. Maket pribora dlya ultrazvukovogo kontrolya emkostnym sposobom // Vestnik NTU "KhPI": Sbornik nauchnykh trudov. «Electroenergetika i preobrazovatel'naya tehnika», 41, pp.128–131 (2012).

[7] B.M. Gorkunov, I.V. Tyupa, L.V. Glebova. Teoriya vozbuzhdeniya i priema akusticheskikh voln emkostnym preobrazovatelem // Technicheskaya diagnostika i nerazrushayushiy control, 3, pp.35–39 (2011).

[8] Ya.S. Umanskiy. Rengenografiya metallov I poluprovodnikov. M.: Metallurgiya, 496 s. (1969).

[9] V.V. Batavin, Yu.A. Koncevoy, Yu.V. Fedorovich. Izmerenie parametrov poluprovodnikovyyh materialov i structur, M.: Radio i svyaz (1985).

Стаття надійшла до редакції 27.11.2014 р.