

TANKOPLASTNI KAPACITIVNI SENZOR RELATIVNE VLAŽNOSTI

L.I. Belič, K. Požun

Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Ljubljana, Slovenija

Ključne besede: merjenje vlage, senzori vlage organski, senzori kapacitivni, vlažnost relativna, plasti tanke, nanašanje plasti tankih, elektrode prepustne za paro vodno, časi odzivni, karakteristike senzorjev, polietersulfon snov, merjenje debelin plasti tankih

Povzetek: Pospešene raziskave na področju merjenja zračne vlage so pripeljale do zamenjave mehanskih detektorjev s senzori, ki v odvisnosti od zračne vlage spreminjajo svoje električne karakteristike in so zato primerni za vgradnjo v elektronske merilnike. V grobem ločimo uporovne in kapacitivne senzore. Kot material za izdelavo senzorjev uporabljajo različne soli, v zadnjem času pa predvsem keramične in polimerne materiale.

V delu predstavljamo kapacitivni polimerni senzor vlage. Glavne prednosti takega sensorja so majhne dimenzije, velika občutljivost, kratek reakcijski čas, majhen temperaturni koeficient in skoraj zanemarljiv vpliv pretoka zraka na meritev. Točnost meritev, ki jo lahko dosežemo z omenjenim tipom sensorja, znaša $\pm 1\%$ relativne vlage.

Ena od bistvenih lastnosti tankoplastnega kapacitivnega sensorja je kratek odzivni čas. Podrobneje bomo opisali hitrost odziva sensorja v odvisnosti od različno naparjene zgornje elektrode.

Capacitive Thin Film Relative Humidity Sensor

Keywords: humidity measurement, humidity sensors, capacitive sensors, relative humidity, thin films, thin film deposition, water vapour permeable electrodes, response times, characteristic of sensors, polyethersulphone substance, thickness measurements of thin films

Abstract: The rapid research in the field of humidity measurements enabled the replacement of the mechanical humidity sensors with electrical sensors where the change of relative air humidity influences the sensor electrical properties. Such sensors are suitable for use in various electronically supported applications. Humidity sensors can be divided into two major categories - resistive and capacitive sensors. As the humidity sensors active substances different salts were most often used. Nowadays the different ceramic and polymer materials are used instead.

The article describes capacitive relative humidity sensors with polymer dielectric material.

Such sensors can be produced very small and sensitive. They have short response time, very small temperature coefficient and the capacitance is almost independent on the air flux. The accuracy of the relative humidity measurements is within $\pm 1\%$.

One of the most important properties of the relative humidity sensor is its very short response time. The response time as the function of the different upper electrode sputtering mode is presented.

UVOD

Znanih je več načinov merjenja relativne vlažnosti: meritve mehanskih sprememb, psihrometrične meritve in meritve spremembe električnih lastnosti kot sta sprememba upornosti in kapacitivnosti /1-4/.

V kapacitivnem tankoplastnem senzoru relativne vlage predstavlja osnovo za določanje vlage sprememba lastnosti tanke polimerne plasti pri interakciji z vodno paro. Pri interakciji vodne pare s polimerom prihaja do kombinacije mehanskih, kemičnih in električnih pojavov. Adsorpcija vodnih molekul in vezava vodnih molekul preko vodikovih vezi na polimer povzroči spremembo dielektrične konstante. Nastala sprememba kapacitivnosti sensorja je v idealnem primeru odvisna samo od količine adsorbirane vodne pare. Senzor vlage izkorišča nekaj desetkrat večjo relativno dielektrično konstanto vode, ki je cca 80 v primerjavi z relativno dielektrično konstanto uporabljenega polimera, ki znaša med 3-4.

Osnovna lastnost kondenzatorja in v našem primeru sensorja relativne vlažnosti, ki jo izkoriščamo, je kapaci-

tivnost, določena s preprosto linearno zvezo $C = C_0 \epsilon_r$ je z geometrijo določen koeficient, ϵ_r je relativna dielektričnost snovi med elektrodama.

Mehanizem vezave adsorbiranih vodnih molekul na polimer omogočajo šibke vodikove vezi med molekulami vode in značilnimi skupinami na površini polimera. Čim večje je število aktivnih mest, na katere se vežejo vodikove vezi, tem bolj strma je adsorpcijska izoterma.

EKSPERIMENTALNI DEL

Naš tankoplastni polimerni kapacitivni senzor relativne vlažnosti zraka deluje v temperaturnem območju od 0-100°C, področje relativne vlažnosti RH pa med 0 in 100% relativne vlage.

Osnovo sensorja predstavlja steklena podlaga. Na dobro očiščeno podlago skozi maske v visokem vakuumu naparimo spodnji elektrodi (NiCr). Nato nanese plast polimera.

Uporabljamo polimer na osnovi polietilen sulfona, ki je stabilen in omogoča zgoraj omenjene pogoje delovanja

senzorja. Velik problem predstavlja nanos polimerne plasti. Plast mora biti tanka ($1 \mu\text{m}$), enakomerno debela, težava pa je tudi v ponovljivosti nanosa. Minimalna debelina polimerne plasti je omejena z zahtevo po primarni prebojni napetosti senzorske strukture.

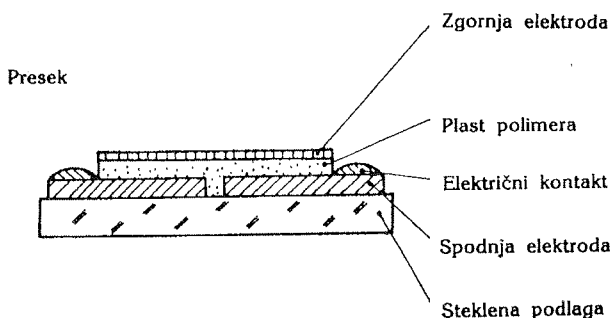
Pred nanosom vrhnje elektrode polimerni film aktiviramo v rahlo oksidativni atmosferi za doseg boljše adhezije med obema plastema. Hitrost nanašanja plasti kontroliramo s kvarčno tehniko, debelino nanosa vrhnje elektrode merimo z mehanskim merilnikom višine stopnice. Zgornjo elektrodo nanašamo pod različnimi koti, in tako dosežemo različno morfologijo elektrode.

Izdelane senzorske najprej umerimo z uporabo kalibrov nasičenih raztopin po DIN 5008 /5/ za umeritve senzorjev vlage in umerjanje merilnikov vlage. Umerjenim senzorjem izmerimo električne lastnosti: kapacitivnost, izgubni kot, hitrost odziva in impedanco pri frekvenci 10 kHz, z RCL merilnikom Promax MZ- 705.

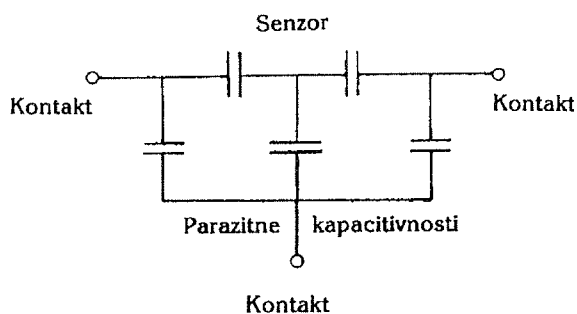
REZULTATI IN DISKUSIJA

Večplastno senzorsko strukturo občutljivo na zračno vlago sestavljata dve elektrodi na steklenem nosilcu z vtaženimi provodi (sl.1).

Senzorska struktura (plast polimera in elektrodi) tvorijo dva serijsko vezana kondenzatorja (sl.1 a).



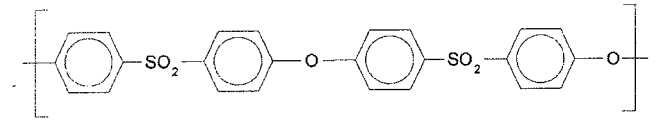
Električna shema



1a

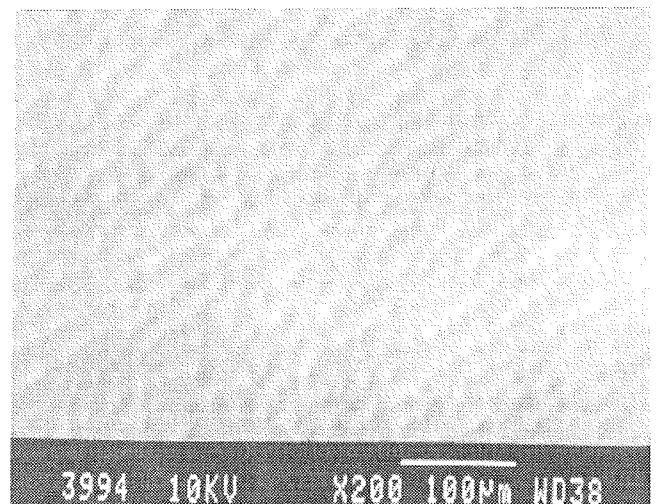
Slika 1: Shematski prikaz tankoplastnega kapacitivnega senzorske strukture relativne vlažnosti zraka, 1a) električna shema senzorske strukture

Kondenzator torej sestavljata dve galvanjsko ločeni elektrodi in dielektrik, ki zapolnjuje prostor med njima. Uporabljen polieteresulfon (PES) ima naslednjo strukturno formulo /6/:



Molekule vode se z vodikovo vezjo vežejo na SO_2 (sulfonsko) skupino. Možna, a manj verjetna je vezava tudi na $-\text{O}-$ skupino.

Na sliki 2 je SEM posnetek površine polimera. Meritve hrapavosti polimerne plasti so pokazale, da hrapavost zelo niha. Celotna debelina polimera je 1000 nm , hrapavost polimera, izmerjena z mehanskim merilnikom višine stopnice TENCOR Alfa Step 100, pa odstopa tudi od 0.1 do $0.3 \mu\text{m}$. To pomanjkljivost smo delno odpravili s spremenjenim sušenjem polimera.



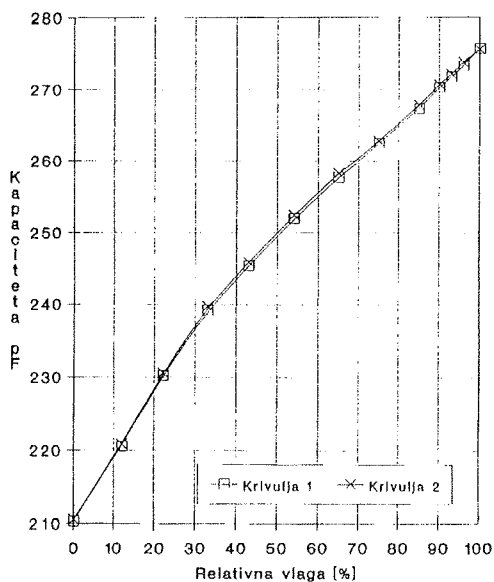
Slika 2: SEM posnetek površine polimera, povečava 200X.

Zveza med kapacitivnostjo in relativno vlago pri konstantni temperaturi mora biti pri senzorju vlage čim bolj linearna. Na sliki 3 je prikazana izmerjena histereza, ki nastane med naraščanjem relativne vlažnosti - krivulja a in pri njenem padanju b. Nastala histereza je minimalna, kar je pri senzorju vlage zaželeno. Spremembo kapacitivnosti senzorske strukture v območju $0-98\%$ relativne vlage smo določali v nasičenih solnih raztopinah. Parni tlak vodne pare je pri uporabljenih nasičenih raztopinah znan in konstanten. Meritve so potekale pri konstantni temperaturi 23°C .

Ena bistvenih lastnosti senzorske strukture je čim krajši odzivni čas.

Za doseganje zadostne hitrosti odziva senzorske strukture je potrebna primerna prepustnost vrhnje elektrode za vodno paro. Vrhnja elektroda mora poleg prepustnosti (je porozna) imeti tudi dovolj visoko električno prevodnost, obenem pa je treba zagotoviti primerno

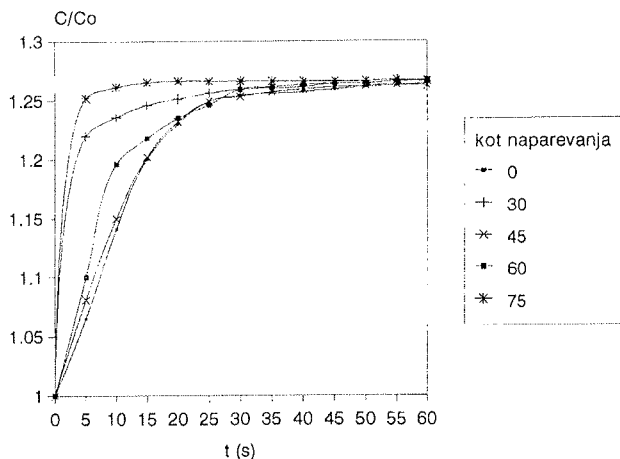
majhne notranje napetosti in zadostno elastičnost, da pri močnejšem nasičenju polimera ne pride do porušitve spoja polimer - kovina.



Slika 3: Sprememba kapacitivnosti senzora vlage v odvisnosti od relativne vlažnosti. Krivulja 1 je bila posneta med naraščanjem vlage, krivulja 2 med njenim padanjem. Temperatura je bila konstantna 23°C.

Depozicija vrhnje elektrode poteka z napajevanjem pri različnih kotih. Kot je definiran kot kot med normalo substrata in normalo uporabne ladjice.

Elektrodo napajevamo v vakuumskem sistemu, ki ga izčrpamo do 10^{-6} mbara. NiCr (80-20) elektroda mora biti debela cca 100 nm. Maso naparjene plasti določimo s kvarčno tehtnico. V sistemu istočasno napajevamo NiCr plast tudi na referenčni stekleni substrat, ki ga uporabimo za merjenje debeline naparjene plasti. Zgornjo elektrodo smo napajevali pod kotom 0, 30, 45, 60 in 75°.

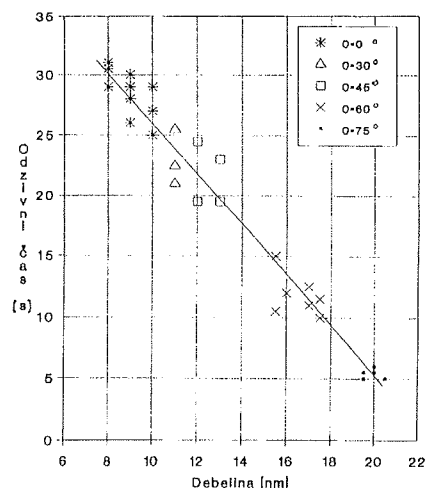


Slika 4: Prikaz odzivnega časa v odvisnosti od kota napajevanja zgornje elektrode

Različen kot nanašanja pomeni različno gostoto oz. poroznost elektrode in pri enakih časih napajevanja tudi različno debelino. Kako pa se kot nanašanja odraža na hitrosti spremembe kapacitivnosti senzora prikazuje slika 4. Najpočasneje se spreminja kapacitivnost v primeru, ko je kot napajevanja 0°, najhitreje pa, ko je kot napajevanja 75°.

Vzrok takemu obnašanju senzora je prav gotovo večja poroznost elektrode, ki omogoči hitrejši dostop vodne pare do dielektrika. Do podobnih rezultatov so prišli tudi drugi avtorji [7].

Potrditev, da je elektroda naparjena pod kotom 75° bolj porozna, kot kadar je naparjena pod manjšim kotom je tudi diagram na sliki 5.



Slika 5: Diagram odvisnosti odzivnega časa v povezavi z debelino zgornje elektrode

Diagram prikazuje povezavo med odzivnim časom in debelino posameznih elektrod. Posebej je treba poudariti, da je bila masa pri vseh elektrodah konstantna. Ker je debelina elektrod pri enaki masi različna, to pomeni, da je gostota elektrod različna. Najdebelejša elektroda je najbolj porozna, dostop vodne pare do polimera je najlažji, odzivni čas pa je najkrajši.

SKLEPI

Razvili smo kapacitivni senzor relativne vlažnosti, ki ima skoraj linearno povezavo med kapacitivnostjo in relativno vlago.

Uspelo nam je narediti porozno vrhno elektrodo, ki omogoča hiter dostop zračne vlage in zato hiter odziv senzora.

Porozna elektroda je posledica napajevanja pod kotom 75°.

Težave pri senzoru predstavlja polimerna plast, predvsem hrapava površina in ponovljivost nanosa.

Senzor relativne vlažnosti je na tržišču dostopen samo skupaj z merilno elektroniko. Na IEVT se posebna

skupina ukvarja z razvojem elektronike za RH merilnik. S to skupino tesno sodelujemo.

ZAHVALA

Delo je bilo opravljeno s finančno podporo Ministrstva za znanost in tehnologijo Slovenije, za kar se jim iskreno zahvaljujemo.

Zahvaljujemo se Kemijskemu inštitutu, sodelavcem Laboratorija za impendančno spektroskopijo za opravljene meritve in koristne nasvete.

LITERATURA

- /1/ S.Takeda, Capacitive Humidity Element Using Polystyrene Thin Films Formed by Plasma Polymerization, Japanese J. of Applied Physics, Vol.20, No7, (1981) 1291
- /2/ Y. Maehashi, New Humidity Sensors Offer Reliable Performance JEE, Sensors and Application Technology, (1993) 28
- /3/ G. Gerlach, K. Sager, A piezoresistive humidity sensors, Sensors and Actuators A, 43 (1994) 181
- /4/ Chang-Dong Feng, H. Wang, S. Sun et al., Humidity Sensing Properties of Acetalized Polyvinil Alcohol Films, 188th Electrochemical Society Meeting, Vol. 95-2, (1995) 1577

/5/ Standard DIN 5008, Konstantklimate über Wassrigen Lösungen Teil 1, Teil 2, Februar 1981

/6/ H.F. Merck, N.M. Bikales, C.G. Overberger, G. Menges, Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Se. Ed., Vol. 13, John Wiley & Sons, New York, (1986) 196

/7/ S.Takeda, High response humidity sensors with plasma polymerized organic film, Vacuum, Vol. 41, No. 7-9, (1990) 1769

*dr. Lidija I. Belič, dipl. ing.
Karol Požun, dipl. ing.
IEVT Teslova 30
1000 Ljubljana, Slovenija
tel.: +386 (0)61 126 45 84
fax: +386 (0)61 126 45 78*

Prispelo (Arrived): 20.02.1996

Sprejeto (Accepted): 18.03.1996