

## ПЛІВКОВІ ГНУЧКІ ЄМНІСНІ ПЕРЕТВОРЮВАЧІ НА ОСНОВІ СТРУКТУРИ ІТО/ПОЛІІМІД/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Л. В. Зайцева<sup>1,2</sup>, Г. С. Хрипунов<sup>1</sup>, Р. В. Зайцев<sup>1</sup>, А. Л. Хрипунова<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»,

<sup>2</sup>BAT «Турбоатом»

Надійшла до редакції 07.11.2014

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 ємнісних перетворювачів на основі структури ІТО/поліімід/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> загальною товщиною не більше 20 мкм. На підставі проведеного дослідження структурних та електрических 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/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**Ключові слова:** тонкоплівковий перетворювач, ємнісний метод, дефектоскопія металів.

## ПЛЕНОЧНЫЕ ГИБКИЕ ЕМКОСТНЫЕ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ НА ОСНОВЕ СТРУКТУРЫ ИТО/ПОЛИИМИД/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

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

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 ёмкостных преобразователей на основе структуры ИТО/полиимид/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 ёмкостных преобразователей. Создан исследовательский образец тонкопленочного ёмкостного преобразователя для акустического контроля металлических изделий на основе структуры Al/ITO/полиимид/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**Ключевые слова:** тонкопленочный преобразователь, ёмкостной метод, дефектоскопия металлов.

## FILM FLEXIBLE CAPACITIVE CONVERTERS BASED ON THE STRUCTURE ITO/POLYIMIDE/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

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

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/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> structure it has been manufactured.

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

### ВСТУП

Необхідність спрощення технології контролю макродефектів металевих виробів в умовах промислового виробництва зумовило подальший розвиток широко запроваджених акустичних методів [1]. Їх основу складають п'єзоелектричні прилади, що реалізують

акустичний метод з використанням спеціальних рідин для забезпечення необхідного акустичного контакту. Значний досвід практичного використання цього методу визначив області, в яких він не є ефективним [2, 3]. Так неможливо використовувати рідину для акустичного контролю виробів із забрудненою

поверхнею, уражених корозією, або з покриттями (фарба, полімерні плівки й інші ізоляційні покриття), гарячих і холодних виробів. Таким чином для потреб практичної дефектоскопії необхідно створити прилади, які дозволяють проводити безрідинний акустичний контроль [4, 5].

## ПОСТАНОВКА ЗАДАЧІ

Перспективними серед приладів безрідинного 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 та постає задача пошуку, створення та дослідження новітніх ємнісних перетворювачів на основі тонкоплівкових шарів, серед яких досить перспективними уявляються шари поліїміду, ITO (Indium Tin Oxide, змішаний оксид індію та олова ( $In_2O_3$ )<sub>0,9</sub> — (SnO<sub>2</sub>)<sub>0,1</sub>) та оксиду алюмінію Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## ДОСЛІДЖЕННЯ ТОНКОПЛІВКОВИХ ШАРІВ ДЛЯ ЄМНІСНИХ ПЕРЕТВОРЮВАЧІВ

З практики використання класичних ємнісних перетворювачів для дефектоскопії ємнісним методом витікають наступні ключові вимоги для збільшення чутливості та ефективності ємнісних перетворювачів, котрі полягають у наступному:

- зменшення товщини діелектричного прошарку;
- збільшення величини діелектричної проникності прошарку.

З точки зору виконання вимог, досить актуальним виявляється можливість використання у якості діелектричного прошарку та основи для ємнісних перетворювачів поліамідної плівки завтовшки від 15 до 125 мкм, що у 10 разів менше за товщини класичних діелектричних прошарків, на основі якої можуть бути виконані ємнісні перетворювачі

шляхом нанесення на поверхню плівки тонких шарів: провідного шару ITO для створення провідної обкладки перетворювача та діелектричного шару Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> для збільшення величини діелектричної проникності. Ємнісний перетворювач у загальному випадку може бути виконаний на основі структури ITO/поліїмід/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. З метою визначення оптимальних параметрів такої структури, котрі дозволяють її використовувати в якості ємнісного перетворювача, були створені дослідні зразки з розмірами 50 мм × 50 мм. Шари ITO (0,2—0,3 мкм) та Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1 мкм) на поліїміді були отримані методом нереактивного магнетронного розпилення при постійному струмі на вакуумній установці ВУП-5М при температурі підкладки 300 °C.

Для досягнення максимальної якості таких структур необхідно контролювати параметри шару ITO: його кристалічну структуру, котра обумовлює більшість його властивостей, включаючи механічні, та її залежність від умов осадження, а також його поверхневий електричний опір, значення якого визначають можливість використання такої структури у якості обкладки ємнісного перетворювача.

## ДОСЛІДЖЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ СТРУКТУРИ ТОНКОПЛІВКОВИХ ЄМНІСНИХ ПЕРЕТВОРЮВАЧІВ

Дослідження кристалічної структури плівкових шарів були проведені традиційним рентгенодифракційним методом [6] на рентгенівському апараті ДРОН-4 з автоматичним записом дифракційного спектру за допомогою комп'ютера при непереривному 2θ-скануванні в інтервалі кутів 2θ = 20°—75° з фокусуванням по Бреггу-Брента-но (θ—2θ) у випромінюванні кобальтового анода. Також було проведено дослідження поверхонь шарів ITO та Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> за допомогою растрового електронного мікроскопу РЕМ-100У. Отримані рентгенодифрактограми та мікрознімки поверхні наведені на рисунках 1 та 2, для шару ITO та шару Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, відповідно.

Аналіз рентгенодифрактограм шарів ITO, отриманих методом нереактивного магнетронного розпилення (рис. 1) показав, що усі шари мають кристалічну структуру

стабільної кубічної модифікації  $\text{In}_2\text{O}_3$ . 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 ITO вказують на наявність невеликої кількості рентгеноаморфної фази у зразках. Також експериментально було встановлено, що при температурі підкладки 300 °C, зростання плівки відбувається з переважною орієнтацією в напрямку <111>.

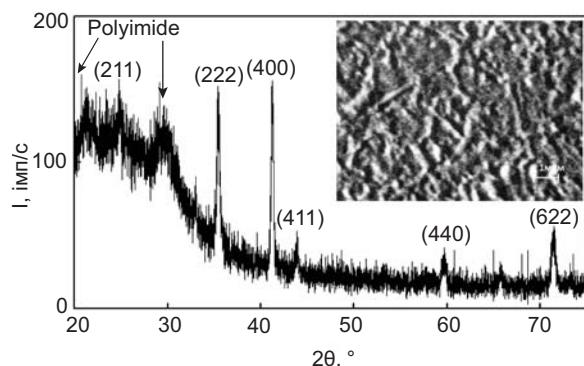


Рис. 1. Рентгенодифрактограма та мікрознімок поверхні шару ITO, нанесеного на поліімідну плівку

Аналіз структури шару  $\text{Al}_2\text{O}_3$  показав, що усі шари мають кристалічну структуру стабільної ромбоедричної модифікації  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  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).

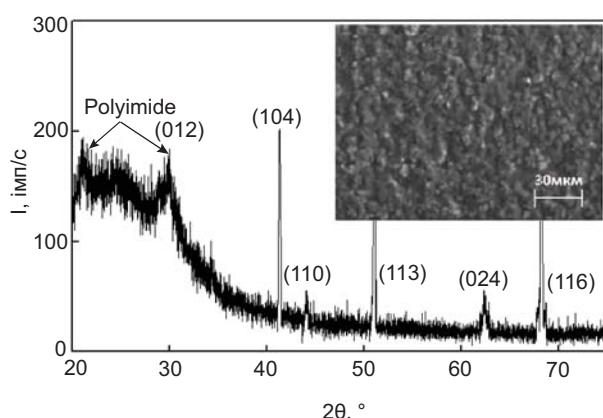


Рис. 2. Рентгенодифрактограма та мікрознімок поверхні шару  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , нанесеного на поліімідну плівку

Аналіз рентгенодифрактограми показує, що шар  $\text{Al}_2\text{O}_3$  має стабільну кристалічну

структурну, і як наслідок, має стабільні відповідні структурі електричні параметри.

### Електричні властивості тонкоплівкових ємнісних перетворювачів

Як вже зазначалося, для виготовлення тонкоплівкових ємнісних перетворювачів на основі структури ITO/поліімід/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  поряд із кристалічною структурою шарів, необхідно також контролювати поверхневий електричний опір провідного шару, значення якого визначають можливість використання такої структури у якості обкладки ємнісного перетворювача без значних втрат корисного сигналу, та діелектричну проникність діелектричного шару, котра суттєво впливає саме на величину корисного сигналу.

Для контролю поверхневого електричного опору шару ITO використовувався чотиризондовий метод [7], а визначений за таким методом поверхневий електроопір ( $R_{\square}$ ) шарів ITO дорівнює 8—15 Ом/□. Дослідження е. р. с. Холла свідчать про те, що отримане значення питомого електроопору зумовлене концентрацією основних носіїв заряду від близько  $8,3 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-3}$  та рухливістю основних носіїв заряду на рівні  $44 \text{ cm}^2/(\text{B} \cdot \text{c})$ .

Дослідження діелектричної проникності поліамідної плівки та структури поліімід/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  були проведені для частот збуджуючих сигналів у діапазоні 10— $10^7$  Гц, які генерувалися за допомогою генератора сигналів типу ГСС-20. Величина ємності конденсаторної структури вимірювалася за допомогою RLC-метру типу Е318. Результати досліджень свідчать про зростання величини діелектричної проникності структури поліімід/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ , котра складає 8,5—11,5 відн. од., відносно поліімідної плівки (3—3,5 відн. од.) приблизно у 3 рази при частотах збуджуючого сигналу у діапазоні 10 Гц—10 МГц. Зазначенна обставина підтверджує припущення щодо можливості збільшення діелектричної проникності прошарку за рахунок нанесення на поліімідну плівку тонкого шару  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Зростання діелектричної проникності у 3 рази призведе до додаткового зростання чутливості ємнісного перетворювача на основі такого прошарку також у 3 рази.

## Виготовлення дослідного зразка тонкоплівкового ємнісного перетворювача

На основі проведених досліджень було розроблено конструктивно-технологічне рішення тонкоплівкового ємнісного перетворювача для проведення акустичного контролю металевих виробів ємнісним способом та було створено дослідний зразок тонкоплівкового ємнісного перетворювача. Зовнішній вигляд чотирьох таких перетворювачів, які додатково містять струмопровідні шини з алюмінію для спрощення контакту до обладнання, наведено на рисунку 3.



Рис. 3. Зовнішній вигляд дослідного зразка тонкоплівкового ємнісного перетворювача для акустичного контролю металевих виробів

## ВИСНОВКИ

- Запропоновано використання у якості діелектричного прошарку при дефектоскопії металевих виробів ємнісним методом тонкої поліімідної плівки, товщина якої у 10 разів менше за товщини класичних діелектричних прошарків, та складає 15—125 мкм, а величина діелектричної проникності дорівнює 3—4 відн. од., що дозволяє, відповідно, підвищити чутливість ємнісного методу приблизно у 10 разів.
- Вперше, при температурі підкладки 300 °C та питомій потужності магнетрону 0,31 Вт/см<sup>2</sup> на поліамідних плівках фірми Upilex були отримані шари ITO товщиною 0,2—0,3 мкм з поверхневим електроопором 8 Ом/□, при цьому концентрація носіїв заряду становила 8,3·10<sup>20</sup> см<sup>-3</sup>, рухливість — 44 см<sup>2</sup>/(В·с).

- Було встановлено, що додаткове використання тонких кристалічних плівок Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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.
- Створено дослідний зразок тонкоплівкового ємнісного перетворювача для акустичного контролю металевих виробів на основі структури Al/ITO/поліімід/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## ЛИТЕРАТУРА

- Патон Б. Є., Троїцький В. О., Посипайко Ю. М. Неруйнівний контроль в Україні // Інформ. бюл. Українського товариства неруйнівного контролю та технічної діагностики — 2003. — № 2(18). — С. 5—9.
- Троїцький В. А. Краткое пособие по контролю качества сварных соединений — К.: ИЭС им. Е. О. Патона, 1997. — 224 с.
- Білокур І. П. Акустичний контроль — К.: ІЗМН, 1997. — 224 с.
- Неразрушающий контроль: справочник в 7 т. / Под общ. ред. В. В. Клюева. — М.: Машиностроение, 2005. — 829 с.
- Карпаш О. М. Неруйнівний контроль та технічна діагностика нафтогазового обладнання та інструменту // Методи та прилади контролю якості. — 1997. — № 1. — С. 22—24.
- Уманский Я. С. Рентгенография металлов и полупроводников — М.: Металлургия. — 1969. — 496 с.
- Батавин В. В., Концевой Ю. А., Федорович Ю. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур — М.: Радио и связь, 1985.

## LITERATURA

- Paton B. Є., Troickij V. O., Posipajko Yu. M. Nerujnivnyj kontrol v Ukrayni // Inform. byul. Ukrainskogo tovaristva nerujnivnogo kontrolyu ta tehnichnoi diagnostiki — 2003. — No. 2(18). — P. 5—9.
- Troickij V. A. Kratkoe posobie po kontrolyu kachestva svarnyh soedinenij — K.: IES im. E. O. Patona, 1997. — 224 p.
- Bilokur I. P. Akustichnij kontrol — K.: IZMN, 1997. — 224 p.

- 
- 4. Nerazrushayuschij kontrol: spravochnik v 7 t. / Pod obsch. red. V. V. Klyueva. — M.: Mashinostroenie, 2005. — 829 p.
  - 5. Karpash O. M. Nerujnivnij kontrol ta tehnichna diagnostika naftogazovogo obladnannya ta instrumentu // Metodi ta priladi kontrolyu yakosti. — 1997. — No. 1. — P. 22—24.
  - 6. Umanskij Ya. S. Rentgenografiya metallov i poluprovodnikov — M.: Metallurgiya. — 1969. — 496 p.
  - 7. Batavin V. V., Koncevoj Yu. A., Fedorovich Yu. V. Izmerenie parametrov poluprovodnikovyh materialov i struktur — M.: Radio i svyaz, 1985.