

УДК 53.01/07:620.3

DOI: 10.18524/1815-7459.2023.1.275946

ЧУТЛИВІСТЬ ДО ВОЛОГИ СИЛІКАТНОГО СКЛА І СТВОРЕННЯ НА ЙОГО ОСНОВІ СЕНСОРА

Я. І. Леніх, І. К. Дойчо

Міжвідомчий науково-навчальний фізико-технічний центр МОН і НАН України
при ОНУ ім. І. І. Мечникова
Email: ndl_lepikh@onu.edu.ua

ЧУТЛИВІСТЬ ДО ВОЛОГИ СИЛІКАТНОГО СКЛА І СТВОРЕННЯ НА ЙОГО ОСНОВІ СЕНСОРА

Я. І. Леніх, І. К. Дойчо

Анотація. Стаття присвячена дослідженню адсорбції вологи на шпаристе силікатне скло. Розглянуто способи створення і керування параметрами шпаристості скла. Встановлені оптимальні процеси формування розмірів шпарин при яких чутливість до вологості є найвищою. Визначено діапазон робочих температур сенсора, який перевищує за цією характеристикою існуючі аналоги. Наведена структурна схема створеного на шпаристому склі сенсора вологості.

Ключові слова: шпаристе силікатне скло, вологочутливість, сенсор вологості

MOISTURE SENSITIVITY OF SILICATE GLASS AND CREATION OF A SENSOR BASED ON IT

Ya. I. Lepikh, I. K. Doicho

Abstract. The article is devoted to the study of moisture adsorption on porous silicate glass. The ways of creating and controlling the parameters of the glass porosity are considered. The optimal processes of formation of the sizes of the pores, in which the sensitivity to humidity is the highest, have been established. The operating temperature range of the sensor has been determined, which exceeds existing analogs in terms of this characteristic. The structural diagram of the humidity sensor created on porous glass is given.

Keywords: porous silicate glass, moisture sensitive, humidity sensor

Вступ

Створення досконалих мікроелектронних сенсорів вологості залишається актуальною задачею [1–2]. При цьому дослідження спрямовуються на підвищення чутливості сенсора, розширення діапазону робочих температур, спрощення конструктивно-технологічних рішень і разом з тим покращення експлуатаційних і економічних характеристик. Дослідженню цих задач і створенню сенсора вологості

на основі шпаристого силікатного скла присвячена дана робота.

Дослідження і обговорення їх результатів

Відомою є низка сенсорів вологості, які здебільшого працюють за ємнісним принципом. Найтипівіший з них [3] являє собою конденсатор, один з електродів якого виконано

з цирконію у вигляді прямокутної матриці, і він одночасно відіграє роль підігрівача для інтенсифікації випаровування вологи з поверхні чутливого шару, який являє собою тонку плівку оксиду цирконію, що має електретні властивості і вирощується під дією потоку розігрітого кисню безпосередньо на поверхні матриці. Як підігрівач цирконієвий електрод працює за рахунок електричного струму, що тече крізь нього. Другий електрод виконується шляхом нанесення пасти оксиду нікелю, легovanого літієм, із наступним впіканням. Цей вологопроникний матеріал має електропровідність, що суттєво перевищує провідність вологочутливого діелектричного шару. В електричному полі електрету відбувається дипольна поляризація молекул води, що дійшли до нього крізь вологопроникний шар. При цьому вони притягаються до електрету із наступною сорбцією на його поверхні. Інтенсивність процесу сорбції зростає при зростанні вологості середовища. Спеціальним пристроєм вона фіксується і за допомогою калібрувальної шкали перетворюється на відносну вологість довкілля. Недоліком такого сенсора є, перш за все, його низька чутливість, а також, складна технологія виготовлення із використанням дорогих матеріалів, що обумовлює високу вартість виробу.

Є сенсор вологості, що працює за п'єзоелектричним принципом [4]. В якості чутливого елементу в ньому використовується вологочутлива п'єзоелектрична полімерна плівка з нейлону-7 або нейлону-11, до якої прилаштовано дві пари електродів, що являють собою прямокутні однорідні шпаристі графітові плівки. На першу пару подається початкова напруга збудження, а з другої фіксується її змінення при зміні вологості довкілля і внаслідок зміни величини п'єзоелектричного ефекту. За допомогою попереднього калібрування вихідний сигнал перетворюється у величину відносної вологості середовища. Недоліком сенсору такого типу є нестабільність основних його характеристик внаслідок температурної залежності електро-фізичних параметрів п'єзополімерних плівок і ефективність його роботи лише при досить високих температурах.

Є також ємнісний сенсор вологості із наношпаристим гідрофільним діелектриком [5]. Цей сенсор являє собою конденсатор із діелектриком, який із метою створення штучного розподілення шпарин за розмірами для покращення гідрофільних властивостей, формується особливим, досить складним способом.

Спочатку на кремнієвій пластині, яка відіграє роль однієї обкладинки конденсатора, шляхом термічного окислення формується ізолюючий шар. Надалі різні ділянки цього шару шляхом маскування обробляються потоками NO_2 , CO_2 та O_2 у чистому стані або у вигляді суміші зазначених речовин із аргоном або азотом. На оброблених в такий спосіб ділянках діелектрика виникає ізолююче утворення SiOCH , що в залежності від використаного реагента матиме різну шпаристість, а через те і неоднакову гідрофільність, що негативно відображається на основних характеристиках сенсора. До того ж така складна обробка негативно відображається на вартості приладу.

Зрозуміло, що сорбція вологості з довкілля має вплинути на ємність діелектрика, до того ж, чим дрібніші шпарини він містить, тим до меншої відносної вологості він виявиться чутливим.

На створений зазначеним способом діелектрик наноситься додатковий шар кремнію, який відіграє роль другої обкладинки конденсатора. До обох обкладинок сформованого в такий спосіб конденсатора впікаються металічні контакти на основі золота і надалі він являє собою вологочутливий сенсор, змінення ємності якого відповідно до зміни відносної вологості середовища фіксується стандартним вимірювачем ємності.

Усі ці складні технологічні операції є зайвими, як показали наші дослідження, при використанні шпаристого силікатного скла [6]. Оскільки будь-який тип скла *a priori* містить певне розподілення шпарин за розмірами, отже є досить гідрофільним і вологочутливим у широкому діапазоні вологостей і не потребує окремої операції.

Як показали наші дослідження замість кремнієвої пластини з діелектриком, виконаної за складною багатоопераційною технологією,

можна використати стандартну пластину з готового шпаристого силікатного скла, шпарини в якому, в залежності від його типу, по різному розподілені за розміром і можуть містити різну кількість залишкового силікагелю або бути взагалі позбавленими від цього утворення. До того ж, будь-який з типів скла у певній кількості містить будь-які шпарини від близько 10 до понад 100 нанометрів. Отже умова гідрофільності такого сенсора у широкому діапазоні вологостей досягається автоматично.

Тим не менш, на заваді використання нанорозмірної системи на базі шпаристого скла, як активного елементу сенсора вологості резистивного типу, стоїть надто великий електричний опір цих сполук. Він досягає кількох тераОм і зменшення його при підвищенні вологості докільля навіть на десятки гігаОм залишиться майже непомітним на цьому тлі.

Проте, якщо штучно зменшити власний опір скла, то його залежність від вологості докільля стає більш виразною без втрати якихось суттєвих властивостей системи. Для цього слід сформувати всередині шпаристої матриці провідну фазу у вигляді ансамблю наночастинок речовини із високою провідністю.

Найбільш слушною з таких речовин є вуглець у формі графіту. Для створення провідної фази у шпаристім склі на базі цієї речовини слід занурити відповідний зразок скла у розчин глюкози, витримати в ньому певний час, а потім піддати цей зразок низькотемпературному відпалу. Завдяки провідним властивостям графіту зазначена операція здатна знизити початковий опір здобутої системи на кілька порядків.

Слід відзначити, що не будь-який тип скла є придатним для використання його як матриці для активного елементу сенсора вологості. Так, дрібношпаристе скло збагачене силікагелем не є придатним оскільки, якщо його наситити недостатньою кількістю глюкози, то його опір після відпалу залишиться високим, а надлишок глюкози, перетворившись після відпалу на наночастинки графіту, укупі із великою кількістю залишкового силікагелю захарастить шпарини і зробить систему невологочутливою.

До крупношпаристого скла, до того ж, збагаченого силікагелем, важко буде забезпечити надійний контакт через підвищену ніздрюватість поверхні. А всередині крупношпаристого скла без силікагелю провідна фаза взагалі здатна шунтувати зразок. Отже, придатним для використання як матриці для сенсора вологості слід вважати дрібношпаристе скло, збіднене силікагелем. Воно містить дрібні шпарини із незначною кількістю силікагелю і для нього є типовою помірна ніздрюватість поверхні. Виконані експерименти цілком це підтверджують.

Сенсор запропонованої конструкції, блок-схема якого представлена на (рис.1), є суттєво простішою за відомі аналоги як і технологія виготовлення, а сам сенсор має вищі основні параметри, в тому числі, при вимірюванні в широкому діапазоні робочих температур. Зменшення опору сенсору при збільшенні відносної вологості докільля від 10 до 99% сягає двох порядків.

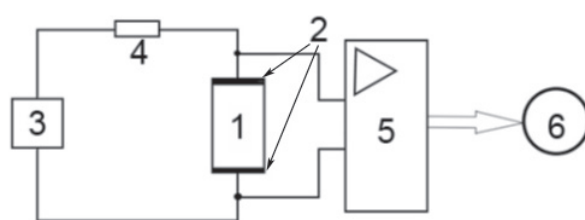


Рис. 1. Структурна схема сенсора вологості на шпаристому склі. 1 – пластина шпаристого скла із вбудованою провідною фазою; 2 – електричні контакти; 3 – джерело живлення; 4 – опір навантаження; 5 – підсилювач постійного струму; 6 – вимірювальний пристрій із перераховувачем опору сенсора у відносну вологість докільля.

Відзначимо, що сенсор є працездатним за будь-яких температур, які не руйнують систему, включно із негативними, що є додатковою перевагою перед аналогами, адже при негативній температурі вологість повітря визначається сублімацією льоду. А окремі наночастинки води, що сорбуються системою, є відокремленими одна від одної силікагелем та наночастинками графіту, отже для них немає значення, яка температура навколо і для них не існує агрегатного стану.

Висновки

Силікатне скло із наношпаристою структурою має гідрофільні властивості, що є достатніми для створення сенсора вологості. Досягнення максимальної чутливості шпаристого скла до вологи може бути здійснено простими операціями формування необхідних параметрів шпаристості в межах від 10 до 100 нанометрів варіюючі введеною провідною фазою.

Чутливий елемент вологості на основі шпаристого скла дозволяє створити сенсор відносної вологості, з високою чутливістю в широкому діапазоні робочих температур від негативних до високих температур руйнації чутливого елементів зі шпаристого скла.

Список використаної літератури

[1]. Lepikh Ya. I., Hordiienko Yu. O., Lienkov S. V., Protsenko V. O. Mikrokhvylovi datchyky dlia hihrometrii ta volohometrii// Zb. nauk. prats Viiskovoho instytutu Kyivskoho nats. un-tu im. T. Shevchenka. Vyp. No. 30,-2011.— S. 14–20 (*in Ukrainian*).

[2]. Lepikh Ya. I., Hordiienko Yu. O., Dziadevych S. V. ta in. Intelktualni vymiriuvalni systemy na osnovi mikroelektronnykh datchykyv novoho pokolinnia// Monohrafiia. Odesa: Astropynt.—2011.— 352 s. (*in Ukrainian*).

[3]. Matveev A. V., Vovk S. M., Koshelev V. L. Patent RF № 2096777, 20. 11. 1997, MPK: G01N27/22 (*in Russian*).

[4]. Jerry I. Scheinbeim, Brian A. Newman. US patent 5369995A, Apr. 21, 2013, МПК G01N29/11.

[5]. Hubert Grange, Jean-Sebastien Danel, Brigitte Desloges, and Vincent Jousseume. US patent 8739622 B2, Jun. 3, 2014, G01N27/001.

[6]. Lepikh Ya., Doycho I., Filevska L., Rysiakiewicz-Pasek E., Grinevych V. Formation of a conducting phase in Porous Glasses// International research and practice conference «nanotechnology and nanomaterials» (The NANO-2022). Conference is dedicated to the International Year of Basic Sciences for Sustainable Development. 25–27 of August 2022 Lviv, Ukraine, book Of Abstracts, P. 52.

Стаття надійшла до редакції 16.02.2023 р.

UDC 53.01/07:620.3

DOI: 10.18524/1815-7459.2023.1.275946

MOISTURE SENSITIVITY OF SILICATE GLASS AND CREATION OF A SENSOR BASED ON IT

Ya. I. Lepikh, I. K. Doicho

Interdepartmental scientific-educational physics and technical center of MES
and NAS of Ukraine at Odesa I. I. Mechnikov National University

Summary

This paper is devoted to research of the moisture adsorption on the silica porous glass. Methods of creation of glass and control of parameters of its porosity are considered. Optimal processes of formation of pore sizes with best sensibility to moisture are estimated. The work temperature range of sensor is revealed. This range is better than at existing analogues.

Block-diagram of the humidity sensor, which created on the silica porous glass, is shown. The sensor has the best sensibility and it can work by negative temperature due to feature of its construction. Absent of difficult technological processes by product manufacturing makes the created sensor cheaper of its analogues. It also has the better metrological parameters due to the pore size distribution of raw material.

Keywords: porous silicate glass, moisture sensitive, humidity sensor

УДК 53.01/07:620.3

DOI: 10.18524/1815-7459.2023.1.275946

ЧУТЛИВІСТЬ ДО ВОЛОГИ СИЛІКАТНОГО СКЛА І СТВОРЕННЯ НА ЙОГО ОСНОВІ СЕНСОРА

Я. І. Леніх, І. К. Дойчо

Міжвідомчий науково-навчальний фізико-технічний центр МОН і НАН України
при ОНУ ім. І. І. Мечникова
Email: ndl_lepikh@onu.edu.ua

Реферат

Стаття присвячена дослідженню адсорбції вологи на шпаристому силікатному склі. Розглянуто способи створення і керування параметрами шпаристості скла. Встановлені оптимальні процеси формування розмірів шпарин, при яких чутливість до вологості є найвищою. Визначено діапазон робочих температур сенсора, який перевищує за цією характеристикою існуючі аналоги.

Наведена структурна схема створеного на шпаристому склі сенсора вологості. Сенсор має підвищену чутливість і, через особливості своєї конструкції, зберігає працездатність при негативних температурах. Відсутність складних технологічних операцій при виробництві робить створений сенсор вологості суттєво дешевшим за аналоги і внаслідок широкого розподілу за розміром шпарин він має кращі метрологічні характеристики.

Ключові слова: шпаристе силікатне скло, вологочутливість, сенсор вологості