

ПРОЈЕКТОВАЊЕ И ФАБРИКАЦИЈА СЕНЗОРА ВЛАЖНОСТИ НА БАЗИ НАНОЧЕСТИЧНОГ БАКАР ОКСИДА У АДИТИВНОЈ ТЕХНОЛОГИЈИ

Чедо Жлебич¹, Нелу Блаж², Милољуб Луковић³, Милица Кисић⁴, Љиљана Живанов⁵

Резиме: Фокус овог рада представља производња кондензивног сензора влажности применом адитивне технологије на флексибилном супстрату са бакар оксидом (CuO) као осетљивим слојем. Наночестично мастило (Metalon JS-B25P) са 25% сребра је коришћено за штампање електрода интердигиталног кондензатора на ПЕТ флексибилној подлози Novele IJ-220. Након штампања, електроде кондензатора су печене 20 минута на температури од 90 °C. Слој бакар оксида је штампан преко печених електрода кондензатора и као мастило је коришћено Metalon ICI-002HV. Ово мастило садржи 16% CuO са просечном величином честица 110-130 nm. Након штампања CuO слоја, сензор је печен 90 минута на температури од 100 °C. Сви слојеви сензора су штампани применом nano3Dprint A2200 штампача. Осетљивост произведеног сензора је тестирана мерењем промене капацитивности са променом влажности и температуре.

Кључне речи: Сензор влажности, CuO мастило, адитивна технологија, осетљивост

DESIGNING AND FABRICATION OF HUMIDITY SENSOR ON THE BASE OF NANOPARTICLE COPPER OXIDE PRODUCED USING ADDITIVE TECHNOLOGY

Abstract: The focus of this paper is the production process of a capacitive humidity sensor by applying additive technology on a flexible substrate with copper oxide (CuO) as a sensitive layer. Nanoparticle ink (Metalon JS-B25P) with 25% silver was used for printing electrodes of an interdigital capacitor on a PET flexible substrate Novele IJ-220. After printing, capacitor electrodes were sintered for 20 minutes on the temperature of 90°C. Subsequently, layer of copper oxide was printed, using Metalon ICI-002HV ink, over the sintered electrodes of the capacitor. This ink contains 16% CuO with average particle size of 110-130 nm. After printing of the CuO layer, the sensor was sintered for 90 minutes at 100°C. All layers were printed using a nano3Dprint A2200 printer. The sensitivity of the produced sensor was tested by measuring the change in capacitance with changing humidity and temperature.

Key words: Humidity sensor, CuO ink, additive technology, sensitivity

1. УВОД

Адитивна технологија представља процес производње компоненти применом 3Д штампе наношењем слоја по слој. Овом технологијом се избегава непотребна потрошња материјала применом прецизне геометрије и тачно одређене количине материјала. Применом адитивне технологије, дизајн у форми 3Д модела нацртаног на рачунару може се директно трансформисати у завршни производ. На овај начин се отварају могућности производње компоненти са компликованом геометријом које је тешко произвести процесом уклањања материјала. Адитивном технологијом је могућа

¹Истраживач сарадник, Факултет техничких наука, Трг Доситеја Обрадовића 6, Нови Сад, е-mail: cedoz@uns.ac.rs

²Научни сарадник, Факултет техничких наука, Трг Доситеја Обрадовића 6, Нови Сад, е-mail: nelu@uns.ac.rs

³Научни саветник, Институт за мултидисциплинарна истраживања, Кнеза Вишеслава 1, Београд, е-mail: lukovic@imsi.rs

⁴Асистент са докторатом, Факултет техничких наука, Трг Доситеја Обрадовића 6, Нови Сад, е-mail: mkisic@uns.ac.rs

⁵Редовни професор, Факултет техничких наука, Трг Доситеја Обрадовића 6, Нови Сад, е-mail: lilaziv@uns.ac.rs

производња компоненти са широким спектром материјала и за разлику од традиционалних техника, попут ливења (casting), обраде (machinig), спајања (joining) и монтаже (assembly), омогућавасе потпуна слобода у креирању различитих облика оптимизованих за одређену намену.

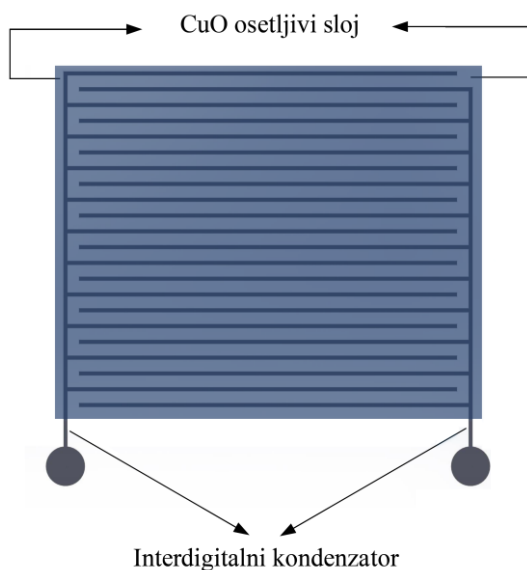
Сензори влажности данас имају веома широку примену. Користе се за мерење промена влажности у медицини, аутомобилима, грађевинским објектима, производњи хране, процесима фабрикације полупроводника, као и у метеорологији и праћењу параметара животне средине(1-5). Према типу мерења, сензори влажности могу бити капацитивни, отпорнички, акустички и оптички(6-10). Недавно је објављен рад о отпорничком сензору влажности на бази наночестичног бакар-оксида (CuO) у инк-џет технологији (Krcmar 2019). У овом раду аутори су припремали сопствено CuO мастило, док су сребрно наночестично мастило и подлогу користили од истог произвођача као и у овом раду. Аутори су у поменутом раду приказали потенцијал примене фабрикованих сензора за мерење метанола, етанола и влажности на радној температури од 25 °C.

У поглављу 2 је приказано пројектовање и фабрикација сензора влажности у адитивној технологији на бази наночестичних мастила сребра и бакар-оксида. Карактеризација фабрикованог сензора приказана је у поглављу 3. Ту је такође извршена и кратка дискусија добијених резултата. У закључку је сумиран поступак производње и најважније особине фабрикованог сензора на бази наночестичног бакар-оксида.

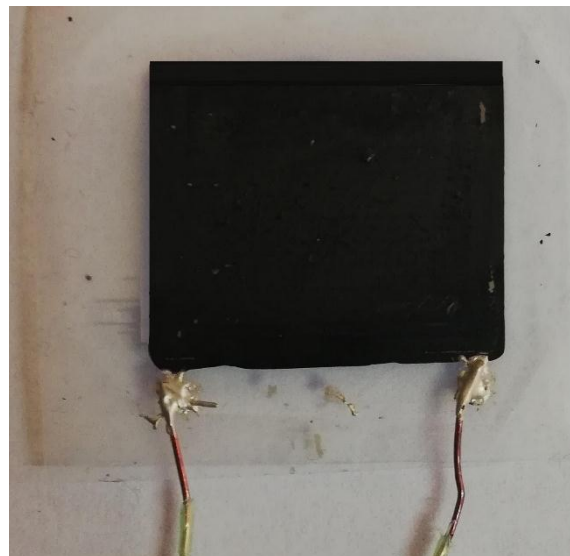
2. ФАБРИКАЦИЈА СЕНЗОРА

У овом раду је за производњу прототипа капацитивног сензора влажности примењена адитивна технологија. У ту сврху је коришћен nano3Dprint штампач (A2200 12) који је уместо ABS (енг. *Acrylonitrile Butadiene Styrene*) и PLA (енг. *Polyactic Acid*) филамената, користио инк-џет мастила за фабрикацију сензора. Наночестично мастило на бази воде (Metalon JS-B25P13) са 25% сребра је коришћено за штампање интердигиталног кондензатора. Кондензатор је штампан на ПЕТ флексибилној фолији (Novele U-220 14). Пре штампања CuO (Metalon ICI-002HV15), кондензатор је испечен у пећи 20 минута на 90 °C. Након тога, CuO је одштампан на електроде кондензатора и цела структура је печена 90 минута на 100 °C.

На слици 1 је приказан дизајн сензора где су посебно означени интердигитални кондензатор и CuO слој. Дизајн сензора је нацртан у AutoCAD софтверском алату. Ширина CuO слоја износи 21 mm, док је дужина 17 mm. Ширина линија кондензатора износи 200 μm, размак између линија износи 600 μm, а пречник контаката износи 2 mm, док је број прстију електрода 22. Дебљина електрода кондензатора, као и дебљина слоја CuO износе 200 μm. На слици 2 је приказан одштампани сензор. Контактне жице које ће се прикључивати на терминале мерног инструмента за карактеризацију сензора залепљене су за контакте сензора помоћу двокомпонентног сребрног епоксидног лепка.



Слика 1 – Дизајн сензора влажности са означеним интердигиталним кондензатором и CuO слојем

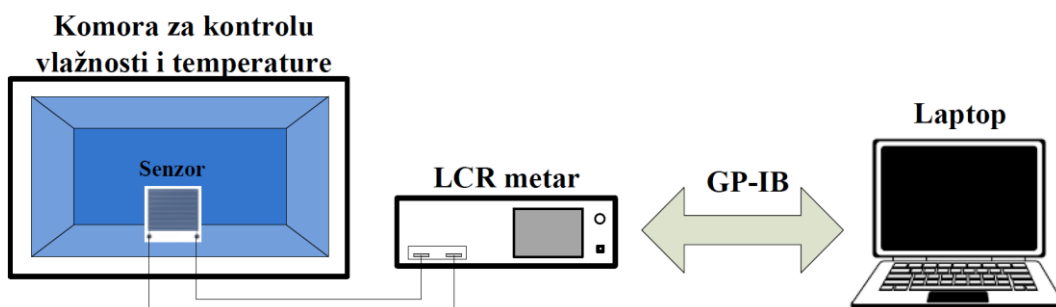


Слика 2 – Фотографија одштампаног сензора влажности

3. РЕЗУЛТАТИ КАРАКТЕРИЗАЦИЈЕ СЕНЗОРА

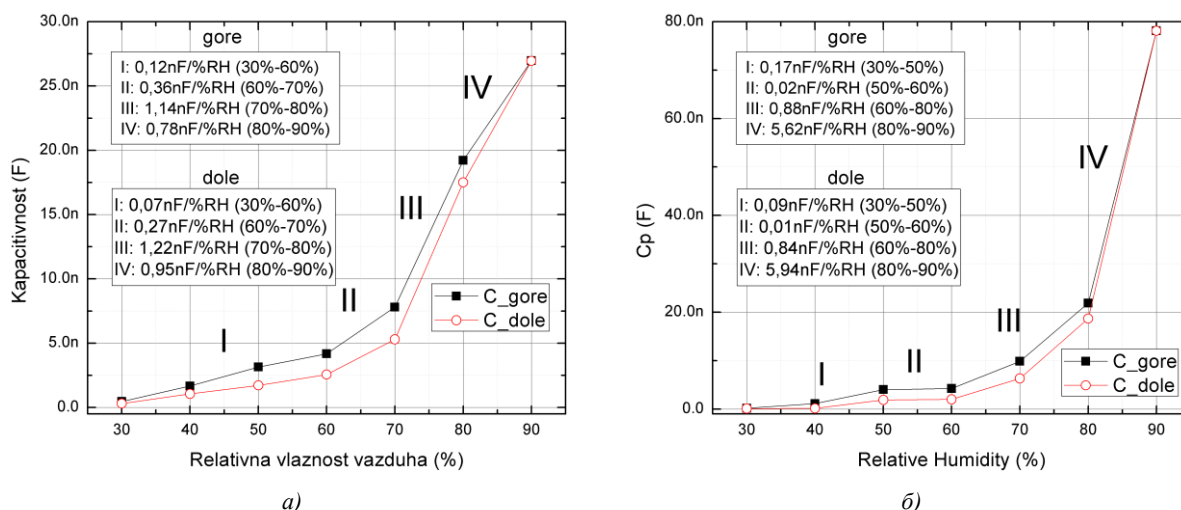
Шематски приказ поставке за мерење сензора приказан је на слици 3. Поставку чине комора за контролу влажности и температуре (JEIO TECH TH-KE-025 16), LCR метар за снимање фреквенцијске карактеристике сензора (HIOKI 3532-50 17) и рачунар на којем се врши аквизиција података. Пре мерења, потребно је извршити *de-embedding*, тј. калибрацију мерне поставке и елиминисање утицаја мерних каблова на резултате мерења. Након тога, можемо са сигурношћу да тврдимо да мерена капацитивност потиче од сензора и да су паразитне капацитивности мерних каблова елиминисане.

Мерењем промене капацитивности сензора у функцији од фреквенције (42 Hz-1 MHz) на температури од 25 °C и опсегу влажности (18 %-90 %) утврђено је да сензор има највећу промену капацитивности на ниским фреквенцијама до 200Hz. Из тог разлога, капацитивност сензора са променом температуре и влажности је мерена на фреквенцији од 100 Hz.



Слика 3 – Шематски приказ поставке мерења са комором за контролу влажности и температуре, LCR метром и рачунаром

На слици 4 су приказани измерени резултати промене капацитивности сензора са променом температуре и влажности. На слици 4а је приказана промена капацитивности сензора на температури $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и опсегу промена влажности 30 %-90 %. Почетна капацитивност сензора за $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и вредност влаге од 30 % износи 0,35 nF и са порастом влажности, капацитивност сензора очекивано расте и за вредност влаге од 90 % износи 27 nF. Релативна пермитивност воде износи око 80 и са порастом влажности расте концентрација молекула воде у слоју CuO што доводи до пораста капацитивности сензора. Са смањивањем влажности са 90 % на 30 % на $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$, приметно је благо одступање (хистерезис) измерених вредности капацитивности у односу на вредности капацитивности које су измерене приликом повећања влажности. На слици 4б приказана је промена капацитивности сензора на температури $T=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ и опсегу промена влажности 30 %-90 %. Почетна вредност капацитивности сензора на овој температури и за вредност влажности од 30 %, износи 0,47 nF и расте до 78,2 nF када је влажност ваздуха 90 %. Са смањивањем влажности ваздуха, капацитивност очекивано опада и овде је приметан благи хистерезис измерених капацитивности као и на температури од $40\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Слика 4 – Промена капацитивности сензора за: а) $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$, опсег влажности 30 %-90 %, б) $T=60\text{ }^{\circ}\text{C}$, опсег влажности 30 %-90 %

Осетљивост сензора се мења са променом температуре и влажности ваздуха, као што се може видети на слици 4. На слици 4а су означена четири различита опсега осетљивости, где је опсег I за вредности влажности ваздуха (30 %-60 %), опсег II за вредности влажности (60 %-70 %), опсег III за вредности влажности (70 %-80 %) и опсег IV за вредности влажности (80 %-90 %). Највећа осетљивост на температури од $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ је измерена у опсегу III и она износи 1,14 nF/%RH приликом повећања влажности, односно 1,22 nF/%RH приликом смањивања влажности ваздуха. Највећи хистерезис на температури од $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ је измерен на 70 % влажност ваздуха и износи 2,51 nF. На слици 4б се може видети и да на температури од $T=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ имамо четири различита опсега осетљивости сензора, при чему је опсег I за вредности влажности ваздуха (30 %-50 %), опсег II за вредности влажности (50 %-60 %), опсег III за вредности влажности (60 %-80 %) и опсег IV за вредности влажности (80 %-90 %).

Највећа осетљивост на овој температури је измерена у опсегу IV и она износи 5,62 nF/%RH приликом повећања влажности, односно 5,94 nF/%RH приликом смањивања влажности ваздуха. Највећи хистерезис на температури од T=60 °C је такође измерен на 70 % влажност ваздуха и износи 3,53 nF.

4. ЗАКЉУЧАК

У овом раду је приказан поступак фабрикације и карактеризације сензора влажности применом адитивне технологије. Електроде интердигиталног кондензаторасу одштампане сребрним наночестичним мастилом, док је сензорски осетљиви слој одштампан CuO наночестичним мастилом преко електрода кондензатора. Као супстрат (подлога) коришћена је ПЕТ флексибилна подлога. Промена капацитивности сензора са променом влажности и температуре ваздуха ефикасно је измерена развијеном мерном поставком. Сензор показује велике промене капацитивности са порастом влажности. На температури од 60 °C при порасту влажности од 30 % до 90 %, капацитивност сензора највише порасте, око 166 пута (са почетних 0,47 nF на 78,2 nF). Највећа осетљивост сензора је измерена при температури од 60 °C за вредности влажности (80 %-90 %) и она износи 5,94 nF/%RH.

5. ЛИТЕРАТУРА

- [1] Mogera U., Sagade A., George S., & Kulkarni G. (2014). *Ultrafast response humidity sensor using supramolecular nanofibre and its application in monitoring breath humidity and flow*. Scientific reports, бр. 4, бр. рада: 4103.
- [2] Saponara S., Petri E., Fanucci L., & Terreni P. (2010). *Sensor modeling, low-complexity fusion algorithms, and mixed-signal IC prototyping for gas measures in low-emission vehicles*. IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, бр. 60, стр. 372-84.
- [3] Sun T., Grattan K., Srinivasan S., Basheer P., Smith B., & Viles H. (2011). *Building stone condition monitoring using specially designed compensated optical fiber humidity sensors*. IEEE Sensors Journal, бр. 12, стр. 1011-1017.
- [4] Smits E., Schram J., Nagelkerke M., Kusters R., van Heck G., van Acht V., Koetse M., van den Brand J., & Gerlinck G. (2012). *Development of printed RFID sensor tags for smart food packaging*. In Proceedings of the 14th international meeting on chemical sensors, стр. 20-23.
- [5] Parthibavarman M., Hariharan V., & Sekar CJ. (2011). *High-sensitivity humidity sensor based on SnO₂ nanoparticles synthesized by microwave irradiation method*. Materials Science and Engineering: C. бр. 31, стр. 840-844.
- [6] Bi H, Yin K, Xie X, Ji J, Wan S, Sun L, Terrones M, Dresselhaus MS. (2013). *Ultrahigh humidity sensitivity of graphene oxide*. Scientific reports, бр. 3, бр. рада: 2714.
- [7] Rubinger C., Calado H., Rubinger R., Oliveira H., & Donnici C. (2013). *Characterization of a sulfonated polycarbonate resistive humidity sensor*. Sensors, бр. 13, стр. 2023-2032.
- [8] Su P., & Chang Y. (2008). *Low-humidity sensor based on a quartz-crystal microbalance coated with polypyrrole/Ag/TiO₂ nanoparticles composite thin films*. Sensors and Actuators B: Chemical, бр. 129, стр. 915-920.

- [9] Rivero P., Urrutia A., Goicoechea J., & Arregui F. (2012). *Optical fiber humidity sensors based on Localized Surface Plasmon Resonance (LSPR) and Lossy-mode resonance (LMR) in overlays loaded with silver nanoparticles*. Sensors and Actuators B: Chemical, бр. 173, стр. 244-249.
- [10] Naydenova I, Jallapuram R, Toal V, Martin S. (2008). *A visual indication of environmental humidity using a color changing hologram recorded in a self-developing photopolymer*. Applied Physics Letters, бр. 92, бр. пада: 031109.
- [11] Krcmar P., Kuritka I., Maslik J., Urbanek P., Bazant P., Machovsky M., Suly P., & Merka P. (2019). *Fully Inkjet-Printed CuO Sensor on Flexible Polymer Substrate for Alcohol Vapours and Humidity Sensing at Room Temperature*. Sensors, бр. 19, бр. пада: 3068.
- [12] Техничке информације доступне на: <https://www.nano3dprint.com/product-page/a2200> приступано 08.12.2019.
- [13] Техничке информације доступне на: http://store.novacentrix.com/v/vspfiles/assets/images/Metalon%20JS-B25P_1.pdf, приступано 08.12.2019.
- [14] Техничке информације доступне на: http://store.novacentrix.com/v/vspfiles/assets/images/novele%20ij-220_2212.2.pdf, приступано 08.12.2019.
- [15] Техничке информације доступне на: [http://store.novacentrix.com/v/vspfiles/assets/images/Metalon%20ICI-002HV%20data%20sheet%20rev%201%20\(072617\).pdf](http://store.novacentrix.com/v/vspfiles/assets/images/Metalon%20ICI-002HV%20data%20sheet%20rev%201%20(072617).pdf) приступано 08.12.2019.
- [16] Техничке информације доступне на: <https://www.jeiotech.com/eng/product/product.php?ptype=list&catcode=101200> приступано 08.12.2019.
- [17] Техничке информације доступне на: <https://www.hioki.com/en/products/> приступано 08.12.2019.