



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106946221 A

(43)申请公布日 2017. 07. 14

(21)申请号 201710164125.1

(22)申请日 2017.03.20

(71)申请人 中北大学

地址 030051 山西省太原市尖草坪区学院
路3号

(72)发明人 段俊萍 崔建利 张斌珍 唐军

(74)专利代理机构 太原科卫专利事务所(普通
合伙) 14100

代理人 朱源

(51) Int. Cl.

B81C 1/00(2006.01)

G03F 7/00(2006.01)

G03F 7/16(2006.01)

G03F 7/40(2006.01)

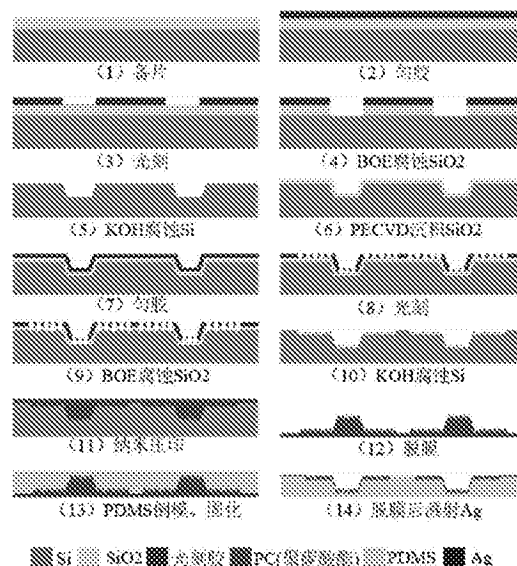
权利要求书1页 说明书4页 附图8页

(54)发明名称

基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制
作方法

(57)摘要

本发明属于柔性传感领域和微纳系统领域，具体为基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制作方法。基于“V”型阵列电极的柔性压力传感器制作方法，包括柔性压力传感器“V”型槽阵列电极的制备和碳纳米管/PDMS聚合物的制备，取制得的两个柔性压力传感器“V”型槽阵列电极分别作为上电极和下电极，碳纳米管/PDMS复合薄膜作为中介介电层，封装形成柔性压力传感器。针对金属材料与柔性衬底粘附性差的问题，本发明选用聚二甲基硅氧烷(PDMS)作为柔性衬底材料，金属Ag作为电极材料，并利用plasma工艺对PDMS柔性衬底表面进行修饰处理用于增强金属Ag与PDMS的粘附性，设计的“V”型槽阵列微电极结构有效解决了柔性压力传感器在发生较大形变时金属电极产生断裂的问题。



1. 基于“V”型阵列电极的柔性压力传感器制作方法, 其特征在于包括柔性压力传感器“V”型槽阵列电极的制备和碳纳米管/PDMS聚合物的制备, 柔性压力传感器“V”型槽阵列电极包括以下步骤:

第一步: 选取硅片并清洗, 去除硅片表面碳氢化合物、碱离子、金属污染物;

第二步: 将清洗后的硅片放入烘箱中烘烤, 进行表面活化, 增强光刻胶与硅片的粘附性;

第三步: 对烘烤后的硅片使用匀胶机进行旋转匀光刻胶, 匀胶后进行前烘;

第四步: 前烘后的硅片用光刻机曝光, 用配套显影液显影, 并热板坚膜;

第五步: 以光刻胶作为掩膜使用BOE腐蚀 SiO_2 , 去除光刻胶后得到以 SiO_2 为掩膜窗口的第一模板;

第六步: 对第一模板用KOH腐蚀, 在硅片表面形成若干间隔的倒梯形的凹槽并去除 SiO_2 ;

第七步: 对上述形成凹槽的硅片进行RCA清洗, 并完成PECVD沉积 SiO_2 层制备;

第八步: 进行第二次匀胶、光刻、BOE腐蚀 SiO_2 , 去除光刻胶后得到以 SiO_2 为掩膜窗口的第二模板;

第九步: 对第二模板用KOH腐蚀, 在硅片表面形成“V”型槽阵列并去除 SiO_2 , 得到柔性压力传感器硅模板;

第十步: 制备出的硅模板和聚碳酸酯衬底放入纳米压印机样品台中, 使硅模板上的结构压入聚碳酸酯中, 脱膜后完成纳米压印模板的制作;

第十一步: 把聚二甲基硅氧烷与固化剂混合, 充分搅拌后进行真空脱泡处理, 脱泡完成后将聚二甲基硅氧烷均匀涂在纳米压印模板表面, 进行二次真空脱泡处理, 当气泡完全消失后, 放入烘箱进行固化;

第十二步: 将固化后的聚二甲基硅氧烷脱膜, 利用磁控溅射仪在聚二甲基硅氧烷表面进行金属Ag薄膜溅射工艺, 溅射后得到的柔性压力传感器“V”型槽阵列电极;

碳纳米管/PDMS复合薄膜的制备包括以下步骤: 碳纳米管颗粒加入无水乙醇后, 在超声波清洗器中超声分散, 超声时产生的局部高温或强的冲击波, 削弱纳米颗粒间的作用力, 防止纳米颗粒团聚, 得到碳纳米管悬浮液, 加入胶状PDMS聚合物, 在烘烤机上加热, 待无水乙醇挥发完全, 冷却后加入PDMS固化剂搅拌, 再放入真空烘箱中, 抽真空脱除气泡, 最后, 将脱除气泡后的混合物倒入模具中再抽真空, 在烘箱中固化得到的碳纳米管/PDMS复合薄膜;

取上述制得的两个柔性压力传感器“V”型槽阵列电极分别作为上电极和下电极, 碳纳米管/PDMS复合薄膜作为中间介电层, 封装形成柔性压力传感器。

基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制作方法

技术领域

[0001] 本发明属于柔性传感领域和微纳系统领域,具体为基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制作方法。

背景技术

[0002] 传感技术是现今社会测量、测控和智能化系统的重要功能单元之一,传感技术的研究与发展成为了每个国家十分重视的发展领域。近年来,柔性电子技术以其巨大的性能优势与快速的发展速度在世界范围内掀起一场技术革命。柔性传感器的研究也成为研究人员面临的新挑战、新领域。

[0003] 压力传感器是一种能感测到外界压力改变的传感器,并广泛应用于可穿戴、可贴附电子皮肤和电子器件中。为了能够与信息时代信息量激增、要求捕获和处理信息的能力日益增强的技术发展趋势保持一致,电子皮肤或电子器件对柔性、精确性、可靠性、灵敏性等性能指标的要求越来越严格,相应地,对压力传感器的性能指标要求也越来越严格。而传统的大体积弱功能传感器往往很难满足上述要求,因此,它们已逐步被各种不同类型的高性能微型传感器所取代。

[0004] 从国内外对柔性传感器的最新研究来看主要为柔性压力传感器的研究,常用的柔性衬底材料为聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂(Poly ethylene terephthalate,简称PET)、聚偏氟乙烯(Polyvinylidene fluoride,简称PVDF)薄膜、聚乙烯二氧噻吩(Poly ethylenedioxythiophene,简称PEDOT)导电聚合物等,基于银纳米线、碳纳米管实现柔性压力传感器制备,但存在着金属材料与柔性衬底容易脱落、发生较大形变时金属电极容易断裂导致传感器失效的问题。

发明内容

[0005] 本发明为了解决上述问题,提供了基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制作方法。

[0006] 本发明是采用如下的技术方案实现的:基于“V”型槽阵列电极的柔性压力传感器制作方法,包括柔性压力传感器“V”型槽阵列电极的制备和碳纳米管/PDMS聚合物的制备,柔性压力传感器“V”型槽阵列电极的制备包括以下步骤:

第一步:选取硅片并清洗,去除硅片表面碳氢化合物、碱离子、金属污染物;

第二步:将清洗后的硅片放入烘箱中烘烤,进行表面活化,增强光刻胶与硅片的粘附性;

第三步:对烘烤后的硅片使用匀胶机进行旋转匀光刻胶,匀胶后进行前烘;

第四步:前烘后的硅片用光刻机曝光,用配套显影液显影,并热板坚膜;

第五步:以光刻胶作为掩膜使用BOE腐蚀SiO₂,去除光刻胶后得到以SiO₂为掩膜窗口的第一模板;

第六步:对第一模板用KOH腐蚀,在硅片表面形成若干间隔的倒梯形的凹槽并去除

SiO₂;

第七步:对上述形成凹槽的硅片进行RCA清洗,并完成PECVD沉积SiO₂层制备;

第八步:进行第二次匀胶、光刻、BOE腐蚀SiO₂,去除光刻胶后得到以SiO₂为掩膜窗口的第二模板;

第九步:对第二模板用KOH腐蚀,在硅片表面形成“V”型槽阵列微电极并去除SiO₂,得到柔性压力传感器硅模板;

第十步:制备出的硅模板和聚碳酸酯衬底放入纳米压印机样品台中,使硅模板上的结构压入聚碳酸酯中,脱膜后完成纳米压印模板的制作;

第十一步:把聚二甲基硅氧烷与固化剂混合,充分搅拌后进行真空脱泡处理,脱泡完成后将聚二甲基硅氧烷均匀涂在纳米压印模板表面,进行二次真空脱泡处理,当气泡完全消失后,放入烘箱进行固化;

第十二步:将固化后的聚二甲基硅氧烷脱膜,利用磁控溅射仪在聚二甲基硅氧烷表面进行金属Ag薄膜溅射工艺,溅射后得到的柔性压力传感器“V”型槽阵列电极;

碳纳米管/PDMS复合薄膜的制备包括以下步骤:碳纳米管颗粒加入无水乙醇后,在超声波清洗器中超声分散,超声时产生的局部高温或强的冲击波,消弱纳米颗粒间的作用力,防止纳米颗粒团聚,得到碳纳米管悬浮液,加入胶状PDMS聚合物,在烘烤机上加热,待无水乙醇挥发完全,冷却后加入PDMS固化剂搅拌,再放入真空烘箱中,抽真空脱除气泡,最后,将脱除气泡后的混合物倒入模具中再抽真空,在烘箱中固化得到的碳纳米管/PDMS复合薄膜;

取上述制得的两个柔性压力传感器“V”型槽阵列电极分别作为上电极和下电极,碳纳米管/PDMS复合薄膜作为中间介电层,封装形成柔性压力传感器。

[0007] 针对金属材料与柔性衬底粘附性差的问题,本发明选用聚二甲基硅氧烷(PDMS)作为柔性衬底材料,金属Ag作为电极材料,并利用plasma工艺对PDMS柔性衬底表面进行修饰处理用于增强金属Ag与PDMS的粘附性,设计的“V”型槽阵列微电极结构有效解决了柔性压力传感器在发生较大形变时金属电极产生断裂的问题,利用碳纳米管/PDMS聚合物作为介电层,改善了传感器的灵敏度。

附图说明

[0008] 图1为柔性压力传感器平行板电极制备工艺流程图。

[0009] 图2为柔性压力传感器硅模板表面形貌图。

[0010] 图3为柔性压力传感器硅模板光刻阵列图。

[0011] 图4为“V”型槽高均匀阵列模板腐蚀结果SEM图。

[0012] 图5为晶圆级硅微电极表面形貌图。

[0013] 图6为“V”型槽高均匀阵列电极三维表面形貌图。

[0014] 图7为封装后的柔性压力传感器以及传感器电容内部结构图。

[0015] 图8为不同尺寸的压力传感器对施加压力的响应曲线图。

[0016] 图9为测试不同次数的压力传感器电容变化曲线图。

具体实施方式

[0017] 柔性压力传感器制备工艺流程如图1所示,工艺简单概括为:(1)氧化;(2)光刻;

(3)湿法腐蚀;(4)纳米压印;(5)PDMS倒模;(6)溅射,封装。

[0018] 柔性压力传感器“V”型槽阵列电极的制作

采用单面抛光4英寸<100>面N型氧化硅片(苏州锐才半导体有限公司),电阻为 $2\sim 5\ \Omega$,厚度为 $500\ \mu\text{m}$ 。在千级洁净室分别使用 H_2SO_4 (浓): $\text{H}_2\text{O}_2=3:1$ 、SC1液、SC2液对硅片进行清洗,去除表面碳氢化合物、碱离子、金属污染物。为防止硅片表面吸附水在光刻胶中产生针孔和气泡导致光刻胶的漂移损坏光刻图形,光刻前将硅片放置到HMDS烘箱中 135°C 烘烤1小时进行表面活化,增强光刻胶与硅片的粘附性。在百级洁净室使用匀胶机(KW-4A)对正性光刻胶(MICROPOSIT S1800 G2 SERIES PHOTORESISTS)以 $3000\text{rad}/\text{min}$ 的转速进行旋转匀胶,使用热板 105°C 进行前烘90s。采用EVG-610型光刻机进行接触式曝光,曝光剂量 $135\text{mJ}/\text{cm}^2$,用配套显影液显影,显影时间40s。热板 115°C 坚膜120s,目的是去除显影后光刻胶中残留的溶剂,提高光刻胶的黏附力和抗腐蚀性。

[0019] 光刻后进行第一次腐蚀,首先以光刻胶作为掩膜使用BOE腐蚀 SiO_2 ,去除光刻胶后得到以 SiO_2 为掩膜窗口的第一模板。KOH腐蚀第一模板中,采用DF-101T-10L恒温水浴炉,温控精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$,保持反应温度恒定在 80°C ,腐蚀系统中KOH腐蚀液容积为1000mL,质量比为40wt%,搅拌速度为 $1500\text{rad}/\text{min}$ 保持腐蚀液浓度均匀,防止反应生成的络合物在硅片的腐蚀表面富集而阻止反应进行。腐蚀结束后再次进行RCA清洗,完成PECVD沉积 SiO_2 层制备。 SiO_2 层制备完成后进行第二次光刻、腐蚀,完成平行板电极上的“V”型槽阵列微电极的制备,在二次腐蚀中使用15wt%TMAH+17vol%IPA进行腐蚀22min,最后去除 SiO_2 完成柔性压力传感器硅模板的制作,如图2所示。

[0020] 将制备出的硅模板和聚碳酸酯(PC)衬底放入纳米压印机样品台中,设置加热温度为 150°C ,压力大小为 0.65MPa ,保温时间为5min,保压时间为40min,然后升温加热到PC的玻璃化温度以上使其软化,再加压使硅模板上的结构压入PC中保持40min,自然冷却后进行脱膜,完成纳米压印模板制作。把聚二甲基硅氧烷(PDMS)与固化剂按照质量比10:1进行混合,充分搅拌后进行真空脱泡处理。脱泡完成后将PDMS均匀涂在纳米压印模板表面,通过匀胶机保持厚度为 $300\ \mu\text{m}$,进行二次真空脱泡处理。当气泡完全消失后,放入烘箱加热至 90°C 的温度下进行固化2小时。将固化后的PDMS脱膜,利用ION40等离子体系统(plasma)功率120W,气流量150SCCM,对PDMS进行表面处理20s增强金属Ag与PDMS的粘附性,最后利用磁控溅射仪(Mantis Qprep Deposition System型)在腔体内基压维持在 $8.0\times 10^{-3}\text{Torr}$ 左右,功率60W在PDMS表面进行金属Ag薄膜溅射工艺,溅射后得到未封装的柔性压力传感器“V”型槽阵列电极,平行板电极的尺寸为 $9\times 9\text{mm}^2$, $6\times 6\text{mm}^2$, $3\times 3\text{mm}^2$ 。

[0021] 碳纳米管/PDMS复合薄膜的制作

制备碳纳米管/PDMS复合薄膜所需的原材料,主要有粒径尺寸为10nm-20nm,长度为1-3 μm 的带羟基的碳纳米管(CNTs)颗粒、胶状PDMS 聚合物及PDMS 固化剂。在千级洁净室制备碳纳米管/PDMS复合薄膜,洁净室温度为 20°C ,相对湿度为60%。首先,称取一定体积分数的CNTs并倒入烧杯中,加入一定量无水乙醇后,在超声波清洗器中超声分散,超声时产生的局部高温或强的冲击波,可较大幅度地消弱纳米颗粒间的作用力,有效防止纳米颗粒团聚,温度控制在 30°C 下超声8 h,即可得到分散良好的CNT 悬浮液。然后,加入胶状PDMS 聚合物,在 150°C 的烘烤机上加热,待无水乙醇挥发完全,冷却后加入一定比例的固化剂搅拌,再将烧杯放入真空烘箱中,抽真空脱除气泡约1 h。最后,将脱除气泡后的混合物倒入模具中再

抽真空,在烘箱中固化2h(温度为70℃),至此制得体积分数为2%、厚度为50 μm 的碳纳米管/PDMS 复合薄膜。

[0022] 柔性压力传感器硅模板形貌测试

硅片通过清洗、匀胶、前烘、光刻、显影、坚膜、湿法腐蚀后制备出柔性压力传感器硅模板,硅模板表面干净结构整齐清晰。光刻后使用光学显微镜观察光刻结果,如图3所示。可以看出光刻出的“V”型槽阵列微电极结构具有均匀的线条,说明光刻胶与硅片粘附性好,解决了因吸附水导致的漂胶问题。在湿法腐蚀中,由于存在硅的各向异性腐蚀,最终形成(111)晶面与(111)晶面夹角为70.52°的“V”型槽。腐蚀结束后使用场发射扫描电子显微镜观测表面形貌,观测结果如图4所示。从观测结果可以看出制作出的“V”型槽微电极结构表面光滑,周期一致、均匀。

[0023] 将配置好的PDMS均匀涂在PC模板上制备出与硅模板相同结构的PDMS柔性衬底,使用磁控溅射仪在PDMS表面进行金属Ag电极制备,完成柔性压力传感器电极制备,如图5所示,通过共聚焦观测的三维形貌“V”型槽结构高度一致,如图6所示。

[0024] 柔性压力传感器性能测试

通过PDMS自身粘附力对压力传感器进行封装。如图7所示为封装后的柔性压力传感器以及传感器电容内部结构图。实验中封装了三种柔性压力传感器,柔性压力传感器由上平行板电极、碳纳米管/PDMS复合薄膜和下平行板电极封装形成,碳纳米管/PDMS复合薄膜作为中间介电层,每种柔性压力传感器中平行板电极的“V”型槽尺寸不同。使用导电铜膜将制作出的引线与Agilent 4156C阻抗分析仪连接进行输出电容的测试,使用PACE5000压力控制器对传感器表面施加压力,施加压力过程中记录传感器电容的变化情况。不同尺寸的压力传感器对施加压力的响应曲线如图8所示,结果表明,传感器的电容变化量随着外部载荷的增加呈增加的趋势,这是由于随着外部压力的增加,上极板的每一个“V”型电极与下极板“V”型电极之间的距离的减小,每一个“V”型电极之间的有效作用面积的增大以及碳纳米管/PDMS复合薄膜的压电容效应导致。但是,当压力增加到一定程度,上下平行板电极会产生大的形变,上下平行板电极边缘的高剪切力不容忽视,导致传感器电容与压力的非线性增加。此外,当传感器的平行板电极面积由3 $\times$ 3 mm^2 ,6 $\times$ 6 mm^2 增加到9 $\times$ 9 mm^2 时,传感器的压力灵敏度由2.26 kPa^{-1} ,3.45% kPa^{-1} 增加到3.98 kPa^{-1} ,这是由上下平行板电极的挠度导致的。所以,在相同的外部压力下,尺寸较大,传感器的灵敏度相对较高。在实际应用中,传感器的稳定性即良好的重复性也是非常重要的。如图9所示,分别对传感器进行100次,200次,300次弯曲后的电容值进行了测试。结果显示,300次的弯曲试验后,在相同的压力值时,传感器的变化率没有显著的改变,制作的压力传感器具有很好的稳定性和良好的重复性。同时可以观察到,随着次数的增加,传感器的电容值会有相对的下降,这是由PDMS的迟滞效应导致。

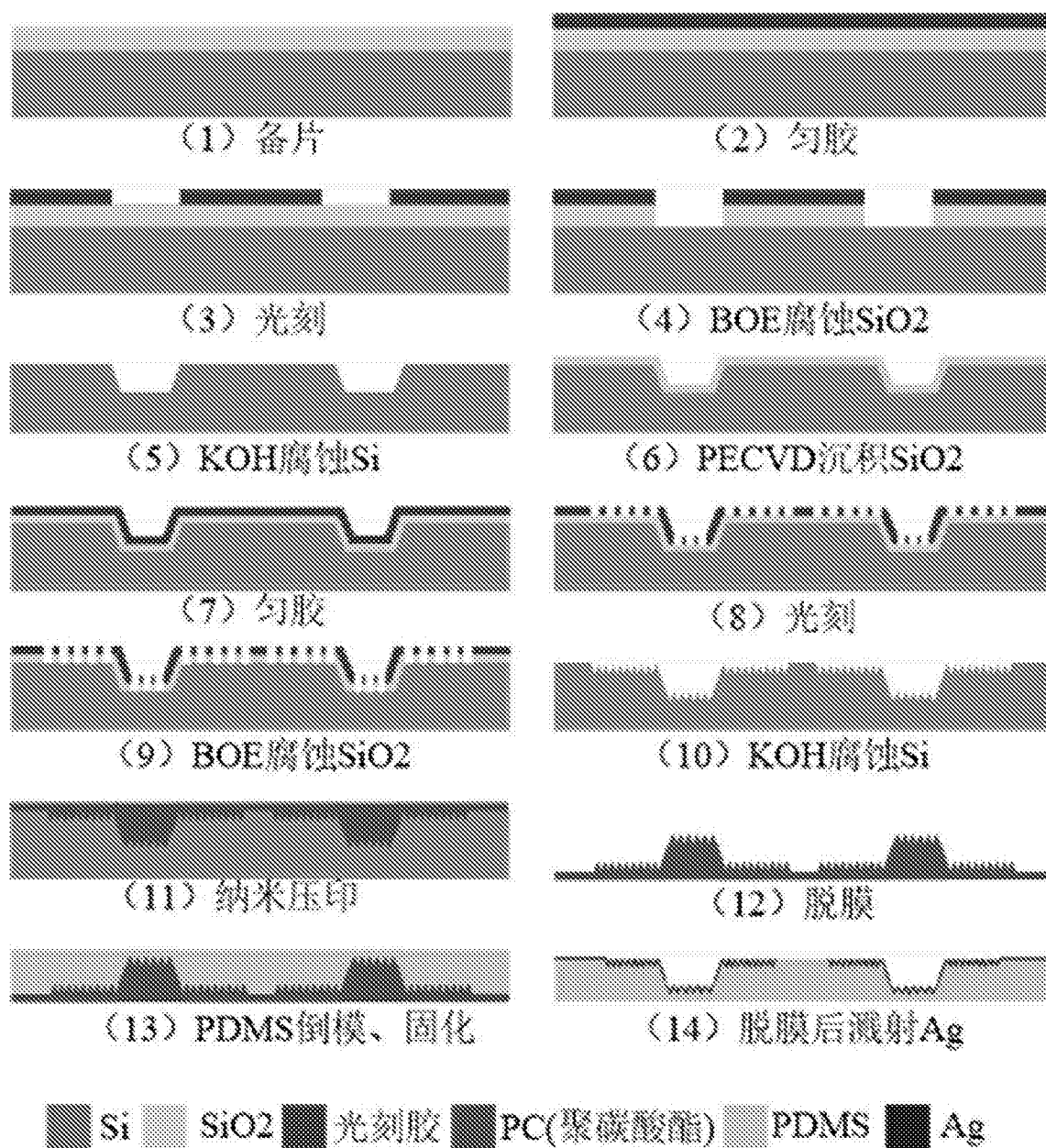


图1

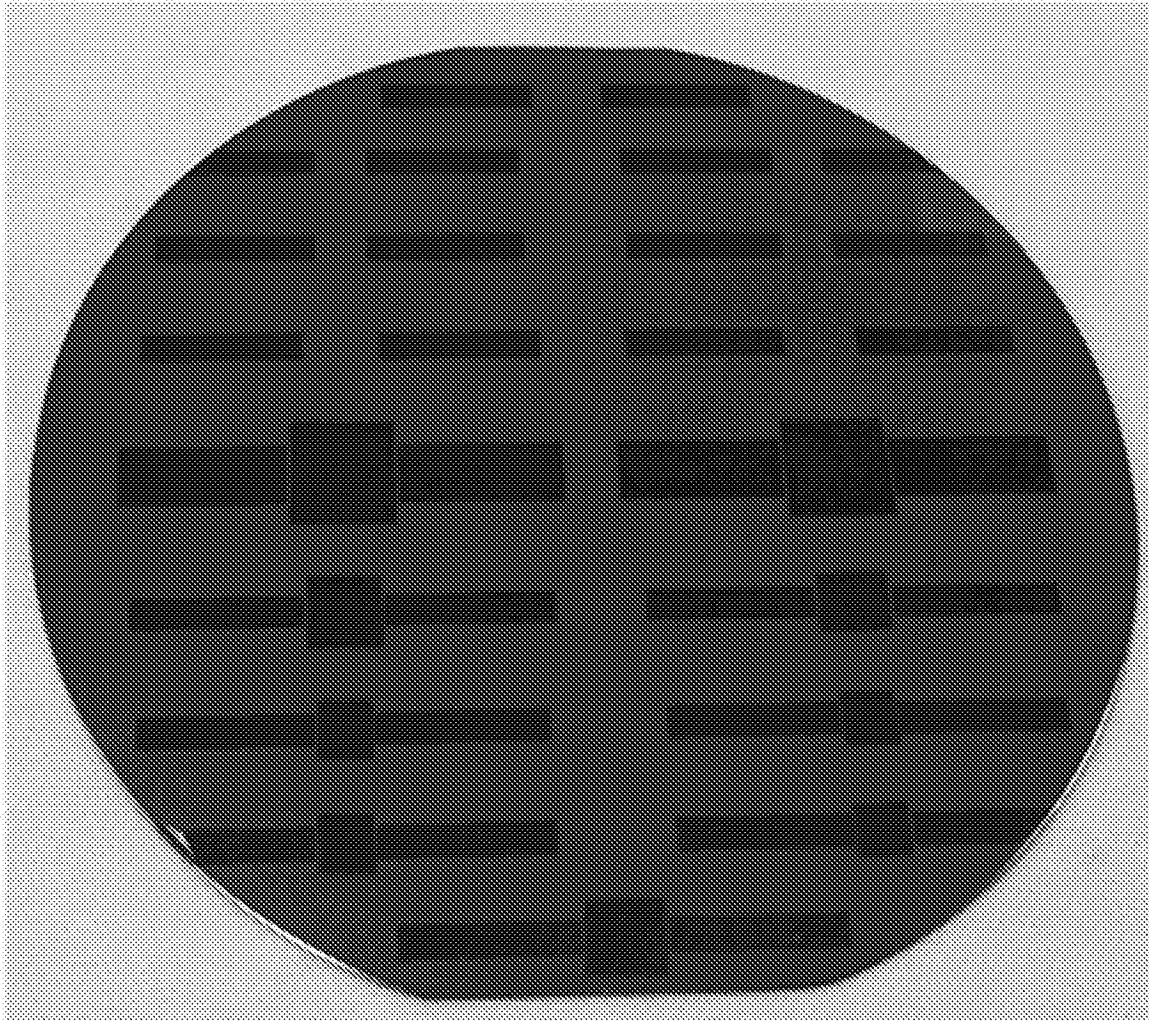


图2

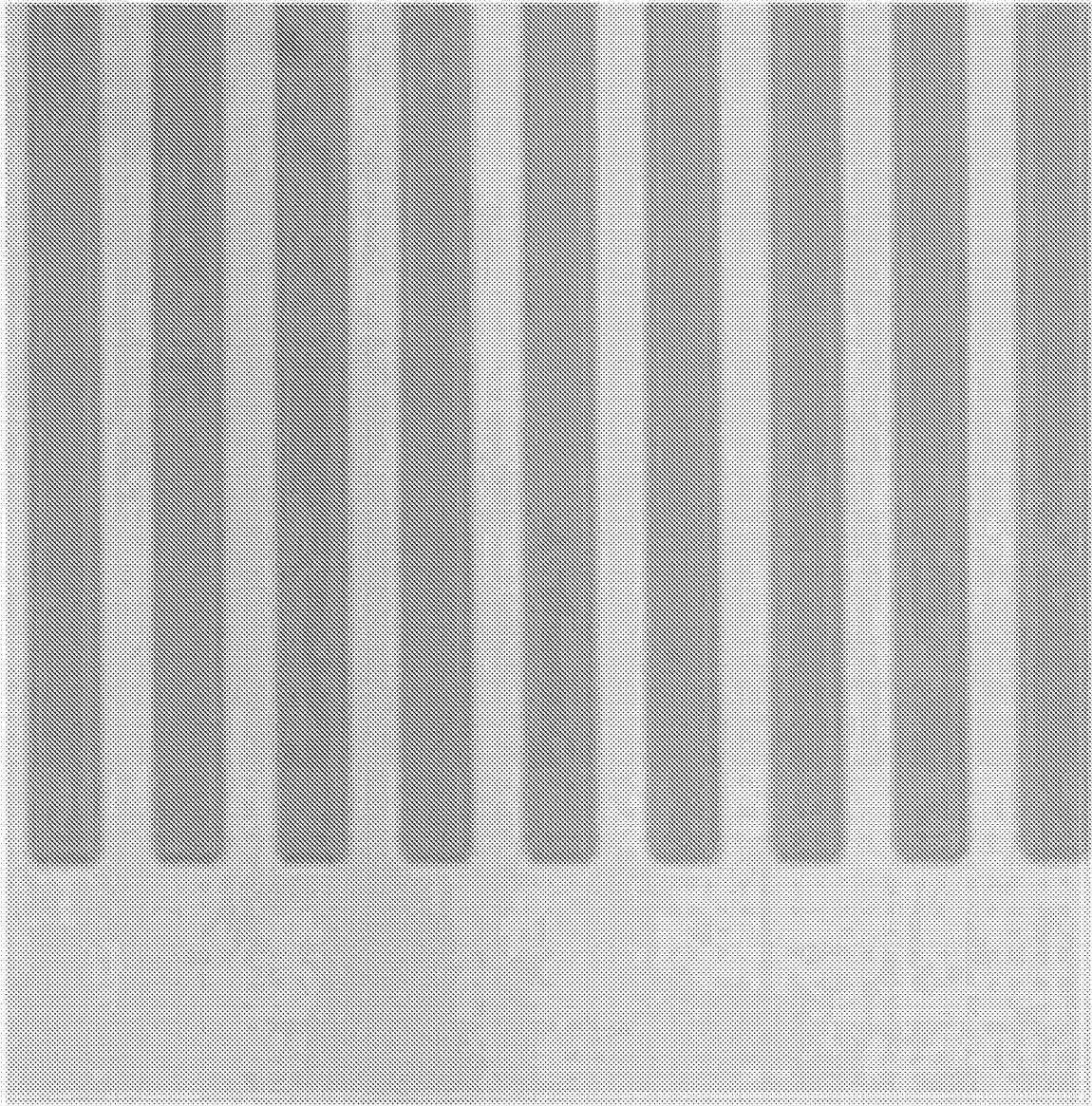


图3

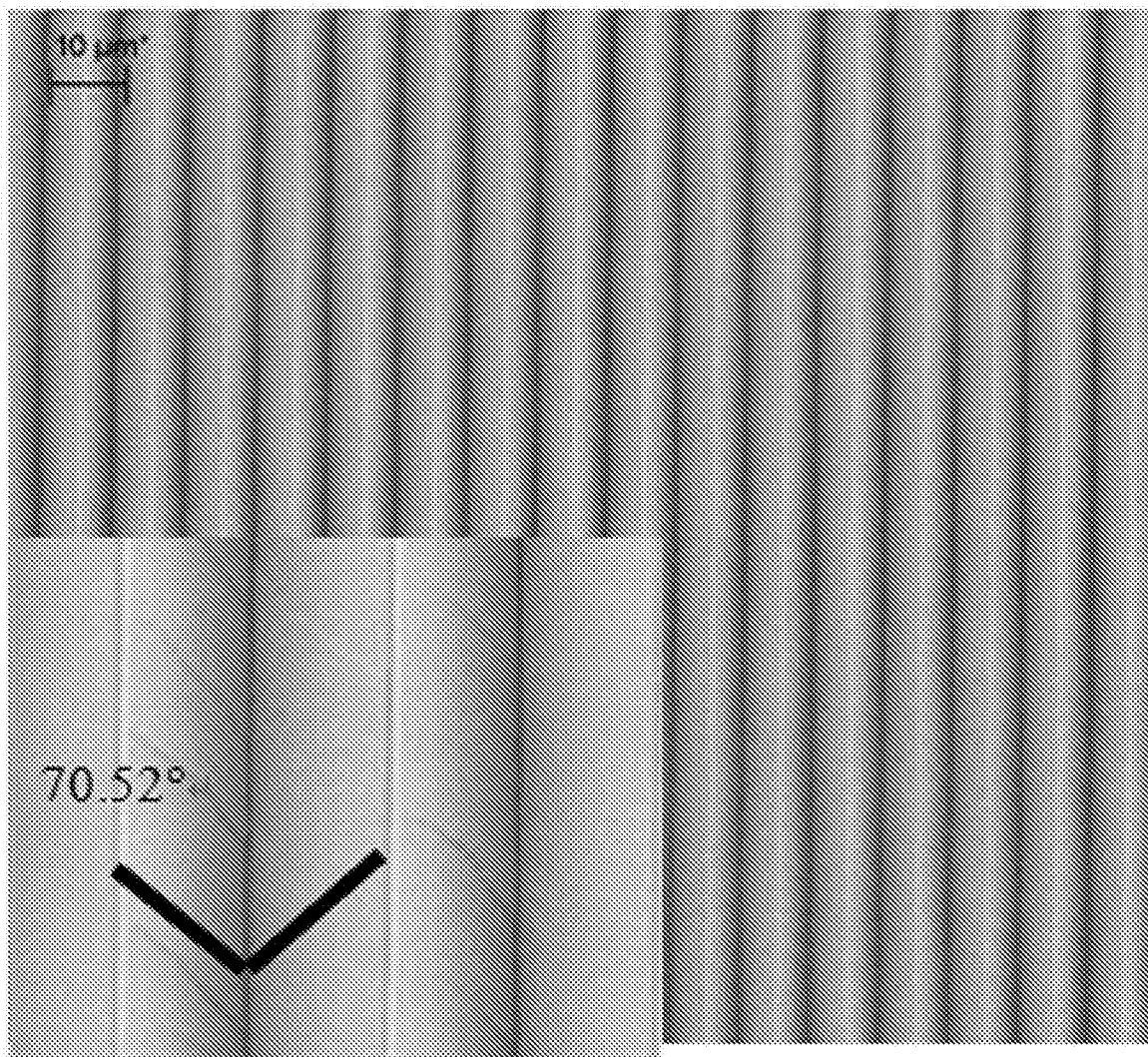


图4

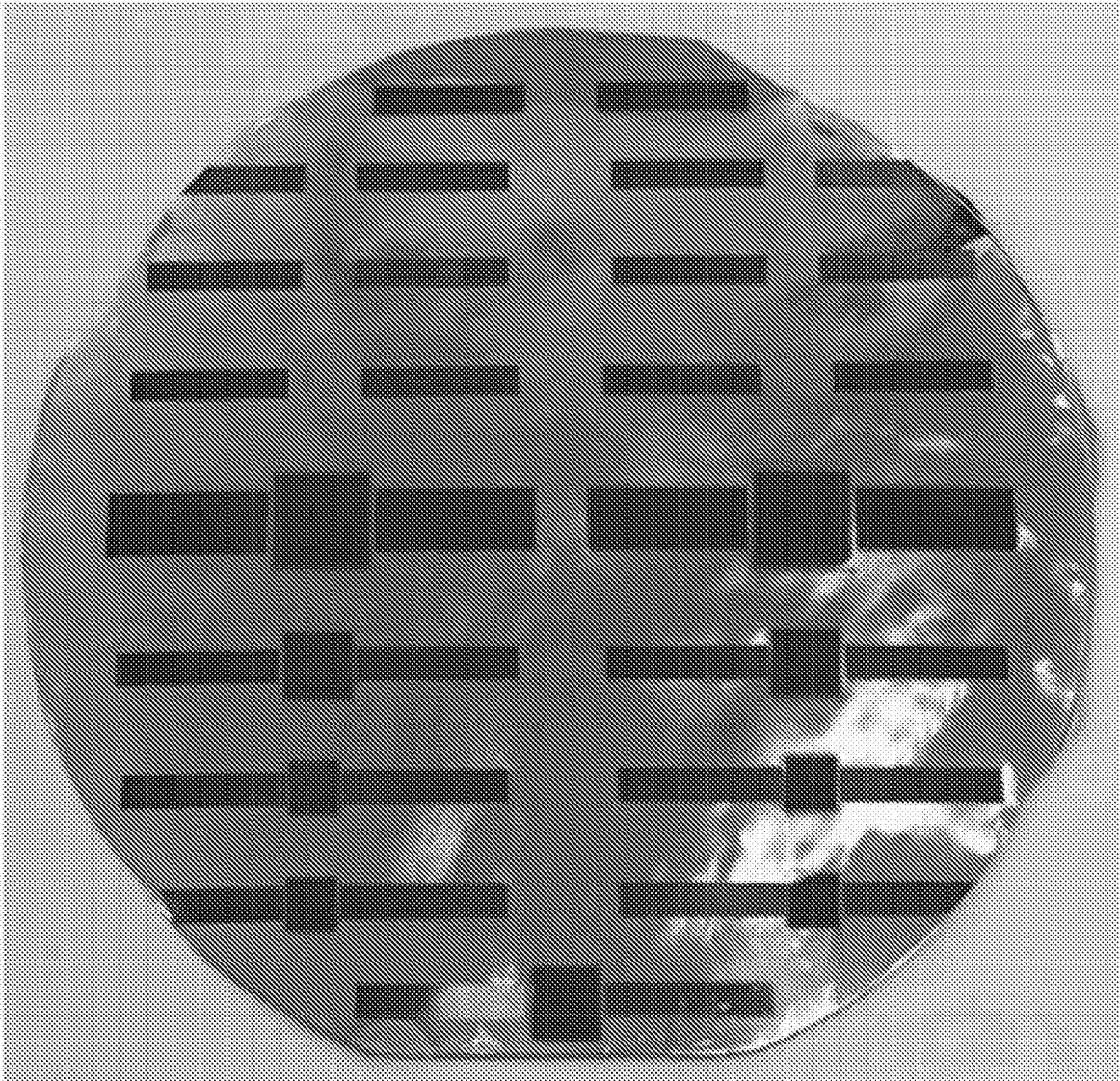


图5

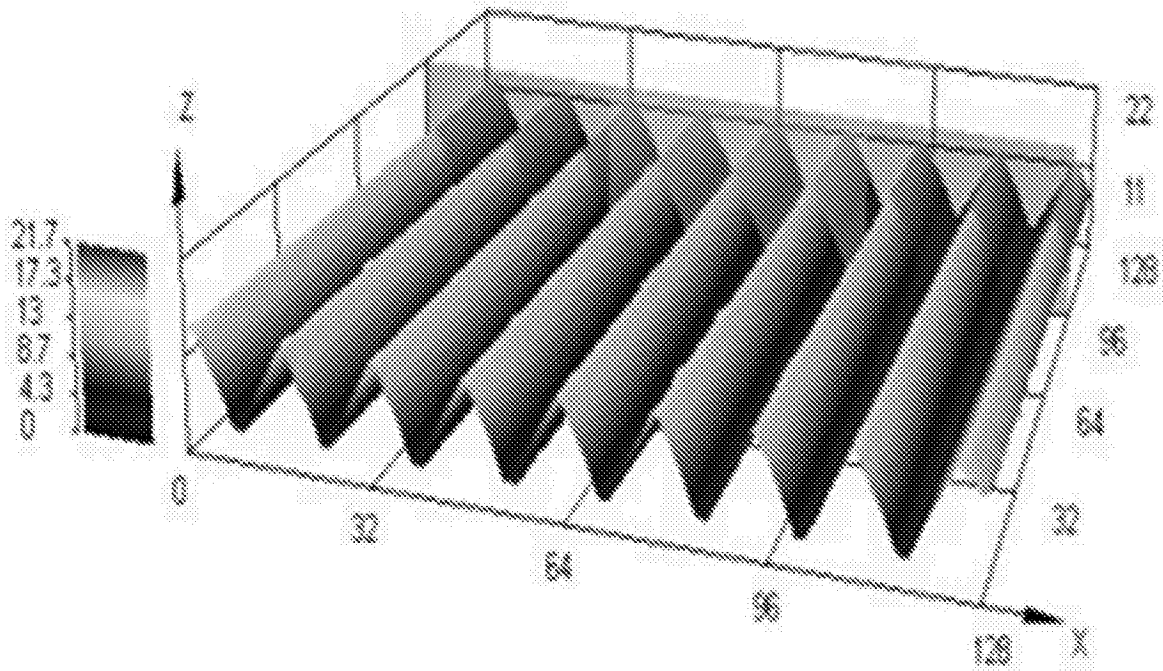


图6

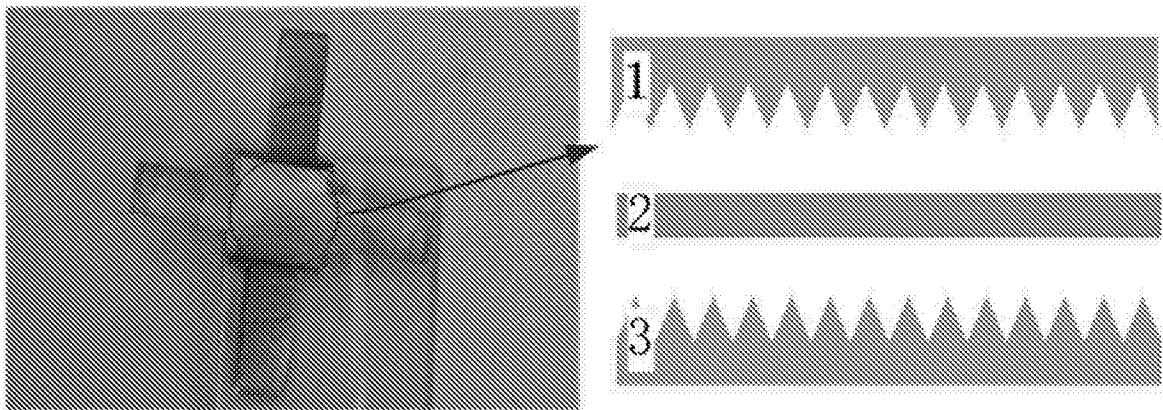


图7

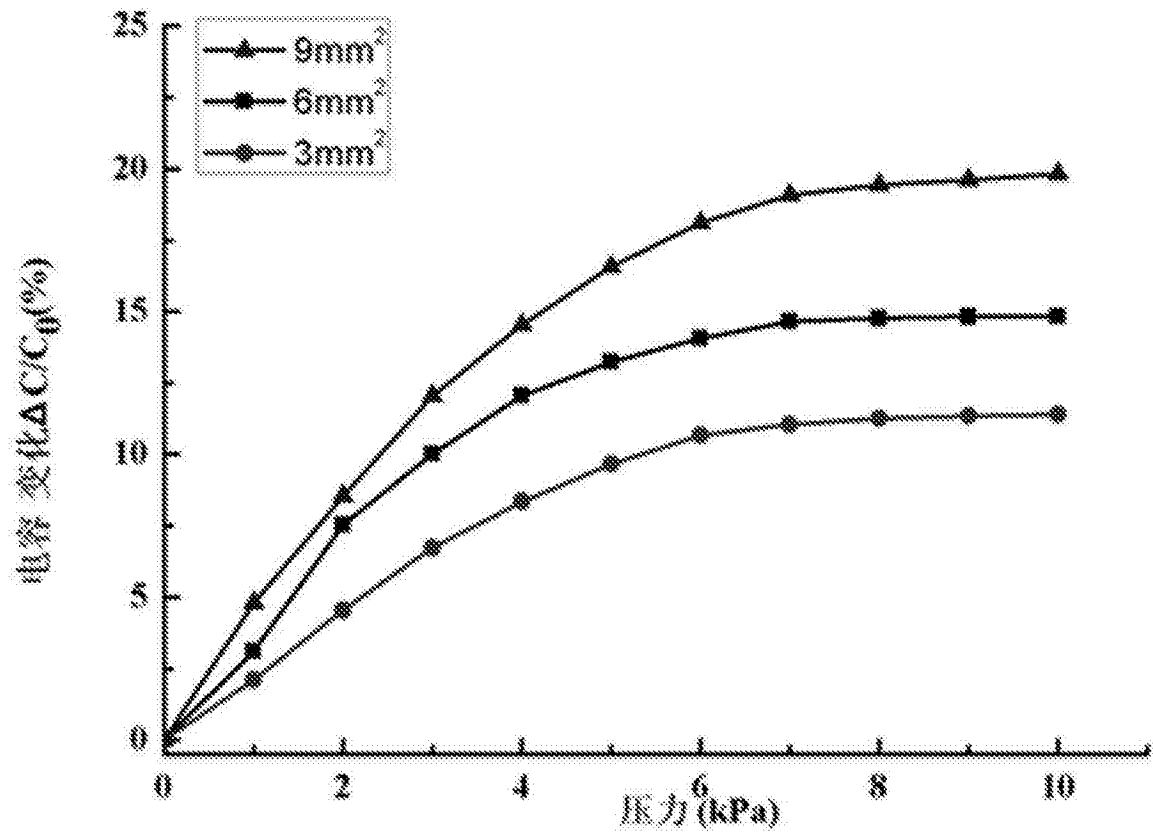


图8

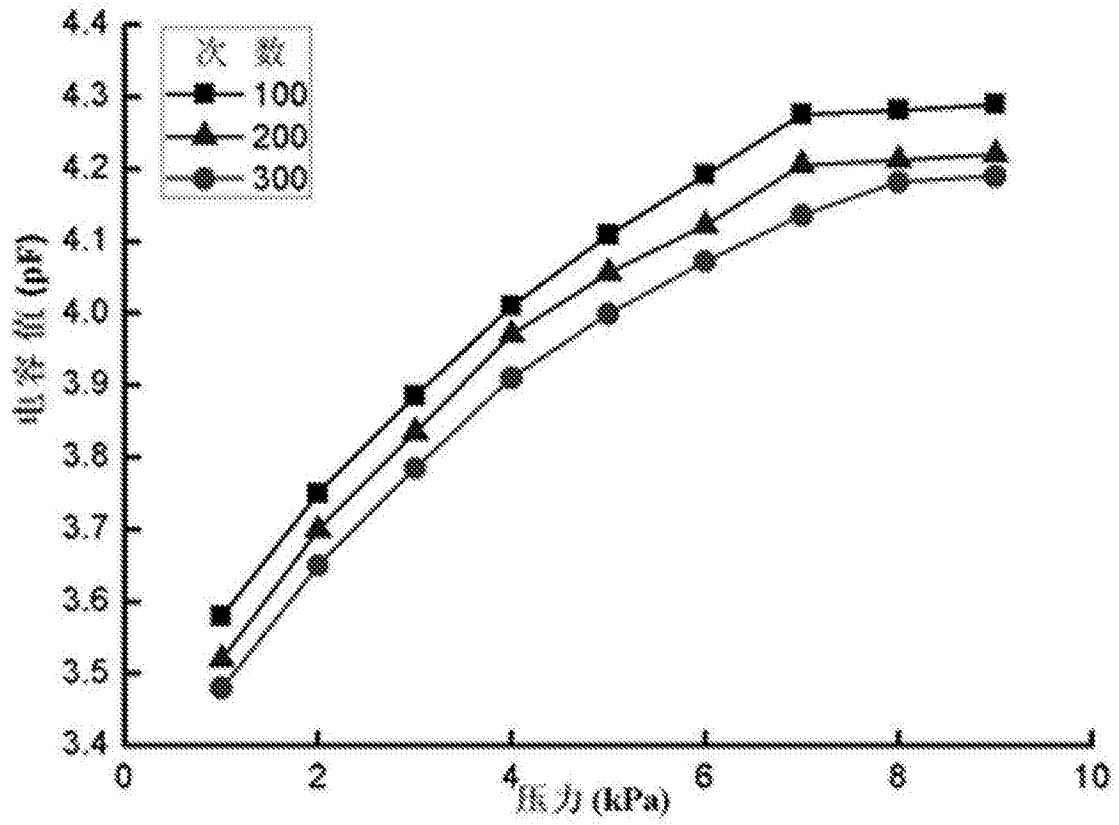


图9