

Etapa II - Senzori rezistivi pe bază de nanocarbon: proiectare, fabricare, caracterizare și circuit de citire senzori

In aceasta etapa, proiectul CARESS a urmărit realizarea obiectivelor și indicatorilor specifici, care formal pot fi grupați de trei direcții:

- Sinteza și caracterizarea nanocepe de carbon; au fost efectuate caracterizări prin difracție de raze X, spectroscopie Raman și microscopie electronica de baleiaj.
- Realizarea de senzori pe substrat flexibil și pe substrat solid, utilizând compozite pe baza de nanocepe de carbon. A fost sintetizat materialul compozit conținând nanocepe de carbon; materialul a fost ulterior depus – prin „drop coating” – pe structuri interdigitate. Acestea au fost expuse în plasmă de mica putere, pe baza de fluor, la diverși timpi de expunere pentru a putea înregistra o eventuală modificare a dinamicii senzorului. Aceleași tratamente în plasmă au fost aplicate și unor straturi subțiri grafena nanocristalină, pentru a putea construi și o imagine comparativă. Au fost efectuate măsurători de umiditate relativă folosind acești senzori; a fost studiată sensibilitatea structurilor senzitive și liniaritatea lor, nivelul de histerezis în funcție de numărul de cicluri de măsură și de tratamentul în plasmă.
- Structurile de tip IDT, cu material senzitiv nanocarbonic au fost caracterizate electric și termic (inclusiv prin măsurători de impedanță). Măsurătorile efectuate au indicat comportarea rezistivă a probelor, cu un coeficient foarte bun de variație cu temperatura. Aceste rezultate experimentale indică posibilitatea – ne explorată încă – de a folosi acești senzori inclusiv ca senzori de temperatură.
- Proiectarea, simularea, realizarea și testarea unui sistem electronic (circuit) pentru citirea rezultatelor provenite de la măsurători utilizând senzori chemorezistivi. În baza rezultatelor preliminare, a fost realizată re-proiectarea circuitului și re-testat în laborator, la diverse nivele de umiditate. Testele au demonstrat că circuitul funcționează corect, urmând să fie testat în continuare și completat cu o parte de comunicare radio pe distanță scurtă. Toate activitățile prevăzute pentru faza II în *Planul de realizare a proiectului* au fost finalizate și indicatorii îndepliniți.

Rezultate notabile

A. Proiectarea, realizarea și testarea circuitului de măsură

În fig. 1 este prezentată arhitectura sistemului de achiziție, prelucrare și condiționare a semnalului pentru senzorii chemorezistivi

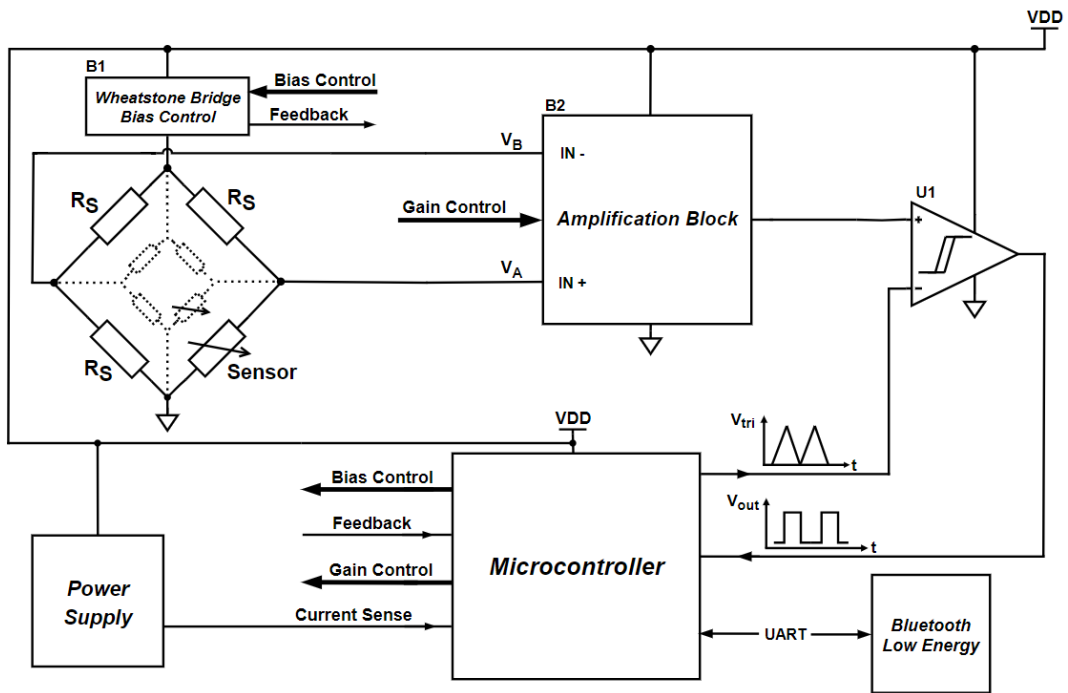


Fig. 1 Arhitectura sistemului de achiziție, prelucrare și condiționare a semnalului propus pentru senzori chemorezistivi.

Prin activități succesive de proiectare, simulare, în final a fost realizat cablajul imprimat pentru sistemul de achiziție și condiționare (Fig. 2a și b)

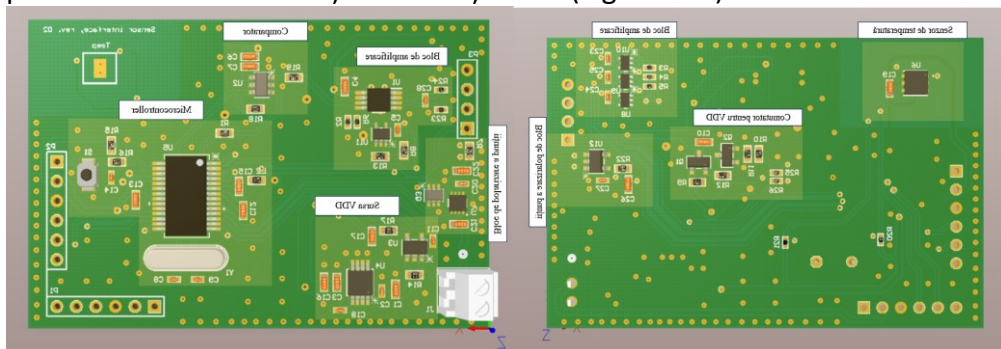


Fig. 2 Cablajul imprimat pentru sistemul de achiziție și condiționare: a) vedere de sus (fața cablajului), b) vedere de jos (spatele).

Circuitul a fost testat inclusiv în condiții de laborator, folosind un senzor de RH realizat cu nanocepe de carbon (fig. 3)

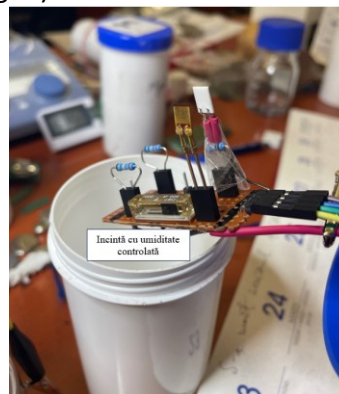


Fig. 3

Prin creșterea cu umiditatea a rezistenței brațului sensibil se poate observa creșterea T_{ON} . În tabelul de mai jos se realizează din nou o comparație referitoare la durata impulsului fiind, potrivit mențiunilor anterioare, mărimea sensibilă la variațiile rezistenței senzor. T_{ON} este direct proporțional cu variațiile rezistive ale senzorului. Rezultatele experimentale arată și de această dată o bună concordanță cu cele simulate, precum și cu calculele teoretice.

Tabel Comparație privind mărimea de la ieșirea sistemului senzor de umiditate – circuit de citire

Umiditate/ R_{SENZOR}	Durata impulsului la ieșire - T_{ON} (μs)			
	Teoretic	Simulat	Măsurat	Abatere*
25% / 2,8k Ω	684,2	684,78	692	1,04%
75% / 3,31k Ω	850,2	850,44	858	0,88%

- B. Nanocepele de carbon au fost caracterizate structural prin spectroscopie Raman (fig. 4), difracție de raze X (fig. 5) și microscopie electronică de baleiaj (fig. 6)

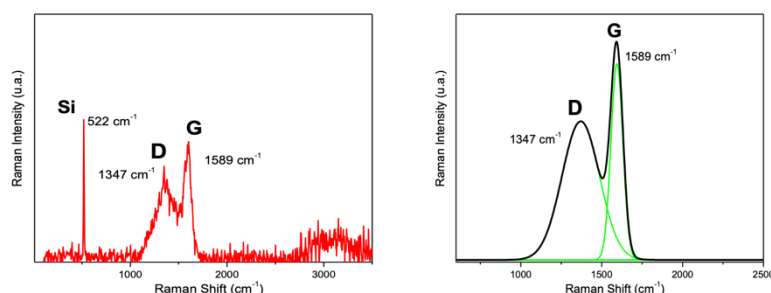


Fig. 4

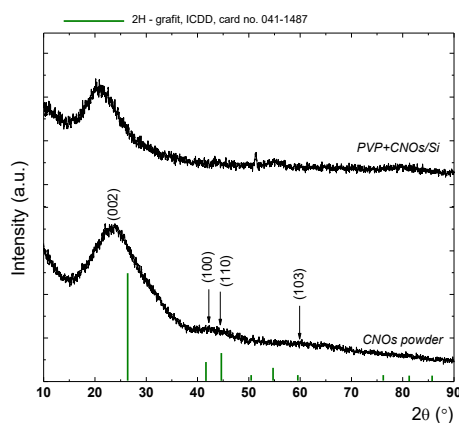


Fig. 5 - Difractograme de raze X pentru probe investigate: "CNOs" și compozitul PVP/CNOs pe substrat de Si.

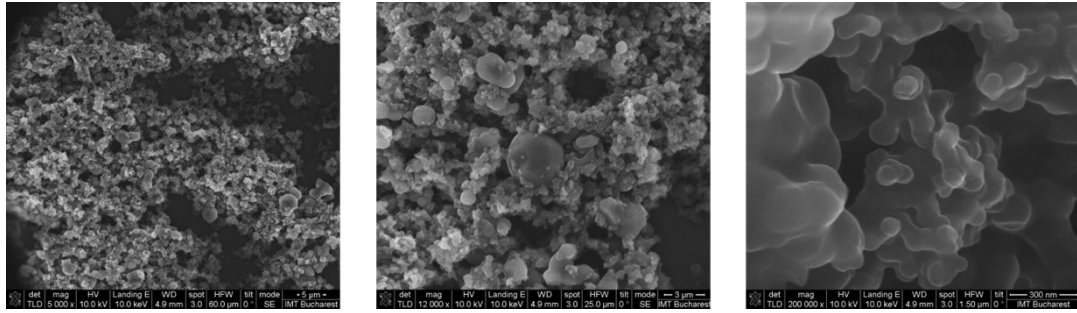


Fig. 6 Imagini SEM ale pulberilor de nanocepe de carbon (stânga: x5000; mijloc: x12000; dreapta: x200000)

C. Caracterizarea funcțională a senzorilor de umiditate folosind materiale compozite pe baza de nanocepe de carbon

Măsurătorile inițiale au indicat o neliniaritate evidentă a senzorilor și un histerezis pronunțat (fig. 7)

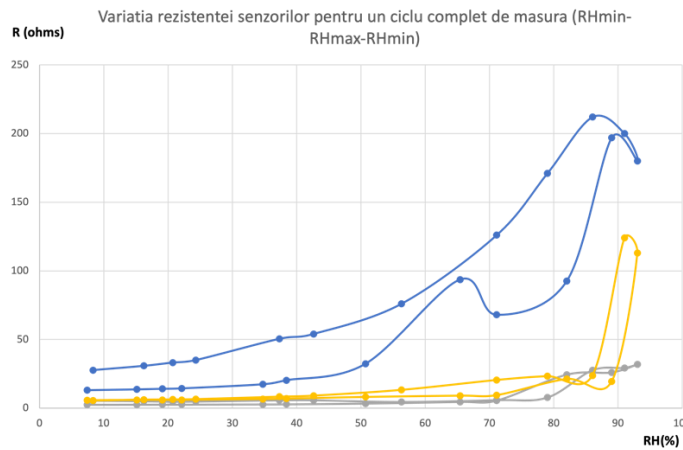


Fig. 7

Cicluri repetate de masura au condus la liniarizarea caracteristicii și micșorarea histerezisului. (Fig. 8)

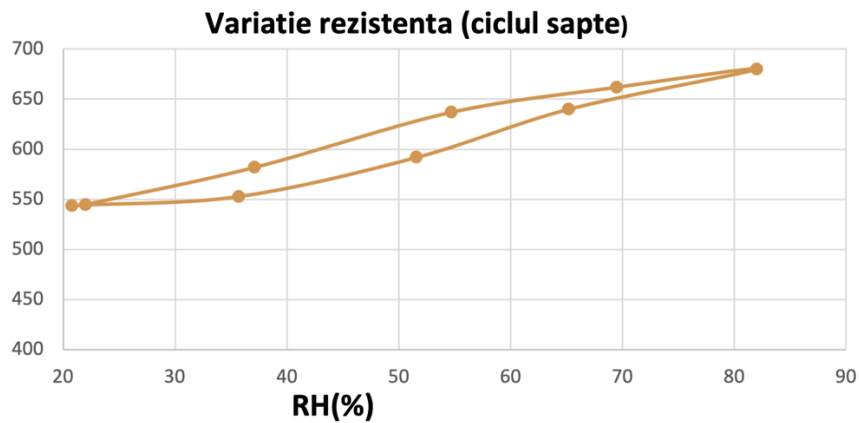


Fig. 8

Expunerea in plasma de argon (fig. 9) nu induce modificări notabile in răspunsul sensorului si se păstrează o caracteristica ne-liniara, care a fost fitata – in ambele cazuri – cu o funcție polinomiala de gradul doi. In ambele cazuri R2 este aproximativ egal, respectiv 0.97.

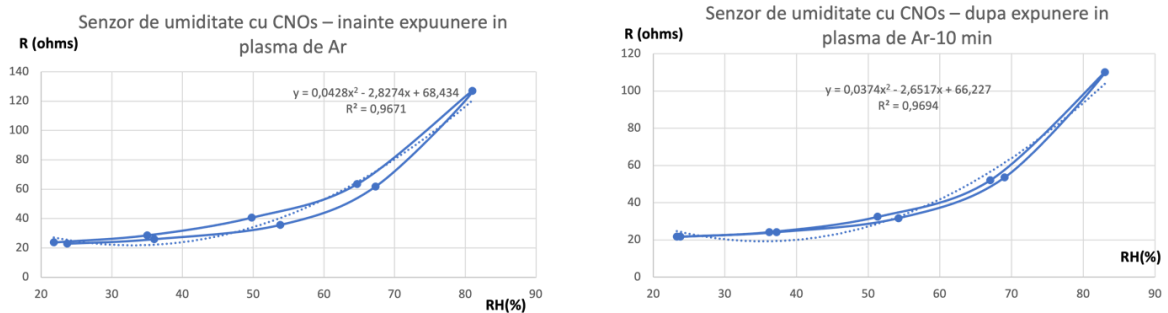


Fig. 9

Plasma de Ar+CF4 (10 min) – fig. 10; expunerea la aceasta plasma creste dinamica sensorului chemoresistiv (de la o valoare max de 800 ohms la 1600 ohmi pentru un RH de 80%). Ca un efect advers, histeresisul este mai mare. Cei doi senzori au o caracteristica neliniara; in cazul fitarii cu o funcție polinomiala de gradul 2, senzorul ne-expus la plasma are un R2=0.99, care devine 0.91 in cazul celui expus la plasma.

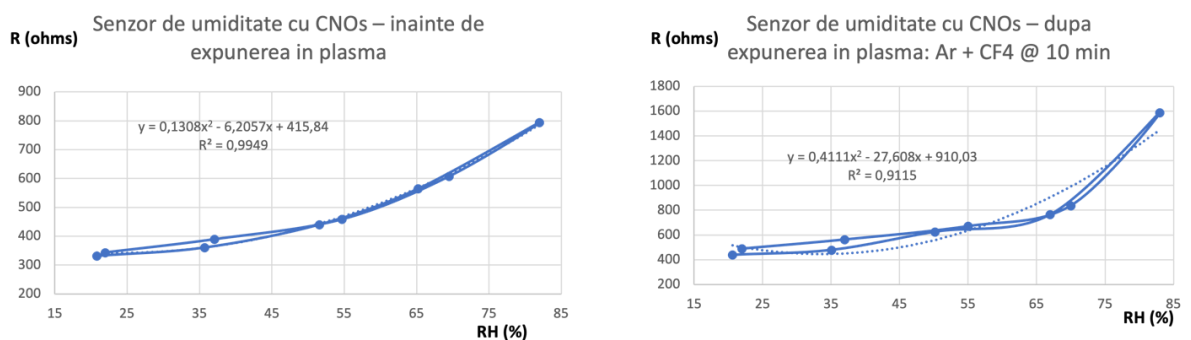


Fig. 10

D. Caracterizarea electrica si termica a compozitelor pe baza de nanocarbon (inclusive masuratori de impedanta)

Probe din fiecare de astfel de senzori rezistivi s-au închis în capsule cu 2 electrozi metalici (fig. 11). Caracterizarea electrotermică s-a făcut folosind circuitul din Fig. 12. Compozitul (DUT) este plasat într-un cuptor cu temperatură controlată până la 450 C. Electric senzorul s-a caracterizat în regim staționar prin aplicarea la borne a unei tensiuni continue, reglabilă (V_{AB}). Fig. 13 prezintă caracteristici curent - tensiune măsurate pe compozitul *nO PVAIP* la diferite temperaturi. Curbele I-V sunt practic linii drepte pe un domeniu larg de variație a tensiunii, care atestă comportarea rezistivă a probei. Valoarea rezistenței determinată pentru fiecare temperatură este precizată pe legenda figurii. De notat scăderea cu temperatura a valorii rezistenței. Având în vedere sensibilitatea foarte ridicată a rezistenței la variația temperaturii, de aproximativ 145 Ω/grad , proba *nO PVAIP* poate funcționa ca senzor rezistiv de temperatură.

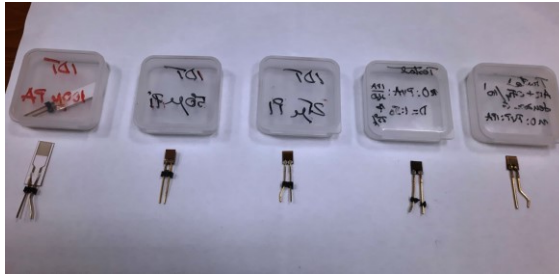


Fig. 11 - Probe compozite încapsulate pregătite pentru măsurători electrotermice

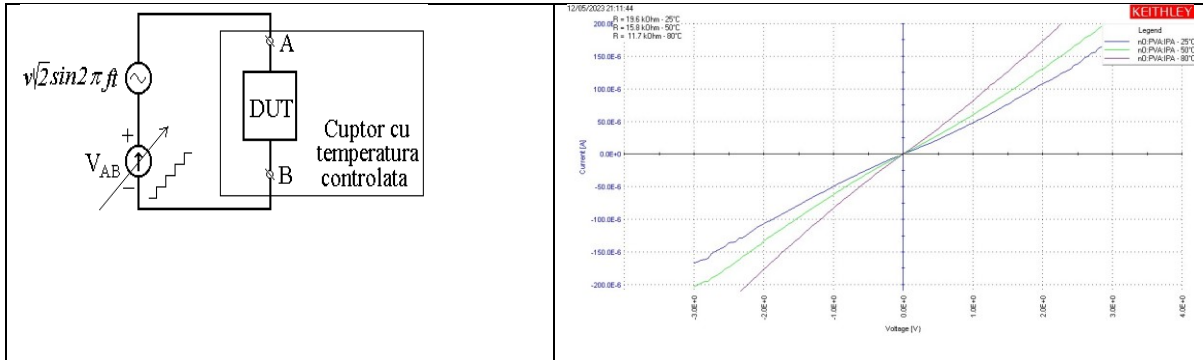


Fig.12 Sistemul folosit pentru testarea termică

Fig.12 Caracteristici I-V-T măsurate electric și pe proba CNOs / PVA-IPA