

Analýza zmačavosti polyimidového substrátu Kapton® HN

Lukács Peter · Elektrotechnika

08.07.2015



Práca sa venuje analýze povrchových vlastností polyimidového substrátu DuPont™ Kapton® HN z pohľadu zmačavosti atramentu na povrchu substrátu. Technológia InkJet Printing predstavuje moderný a mimoriadne progresívny spôsob depozície špeciálnych vrstiev na báze nanočastíc kovov na flexibilné substráty. Z dôvodu nízkej viskozity používaných nano-atramentov je nevyhnutné sa venovať analýze povrchových vlastností polymérnych substrátov za účelom dosiahnutia optimálnej roztekavosti kvapiek atramentu na povrchu substrátu. Drsnosť substrátu zohráva taktiež dôležitú úlohu pre vytvorenie dokonalého adhézneho mechanizmu medzi nanosenou vrstvou a substrátom.

1. Úvod

Nezastaviteľný vývoj nanotechnológií prináša nové možnosti nanášania vodivých, polovodičových a izolačných vrstiev na flexibilné substráty v podobe atramentov na báze nanočastíc ušľachtilých kovov a organických materiálov. Technológia InkJet Printing je známa už mnoho desaťročí ako technológia tlače v kancelárskych tlačiarňach. Práve vývoj nanotechnológií umožnil použitie nanoatramentov v technológii InkJet Printing na výrobu elektronických štruktúr na flexibilných substrátoch. Technológia InkJet Printing prináša nové možnosti efektívnej tlače nanoatramentov na flexibilné substráty vo forme veľmi tenkej vrstvy nanoseného atramentu na substrát, vysokého rozlíšenia tlače a malej šírky čiar. V oblasti elektroniky ide o novinku, ktorej progresívny rozvoj sa aktuálne začína. Práve tieto aspekty umožňujú tlačiť aj veľmi jemné štruktúry, kde vysoká presnosť tlače zohráva kľúčovú úlohu.

2. Metódy analýz povrchových vlastností substrátov

Medzi najčastejšie používaný polymérny substrát používaný v technológii InkJet Printing patrí polyimidový substrát DuPont™ Kapton® HN vďaka svojim výhodným fyzikálnym a elektrickým vlastnostiam, ktoré sú uvedené v Tab. 1.

Tab.1 Vybrané fyzikálne a elektrické parametre fólie DuPont™ Kapton® HN [1].

Vlastnosť	25 µm	50 µm	75 µm	125 µm
Modul pružnosti v ťahu pri 23 °C [GPa]	2,5	2,5	2,5	2,5

Modul pružnosti v ťahu pri 200 °C [GPa]	2,0	2,0	2,0	2,0
Medza pevnosti v ťahu pri 23 °C [MPa]	231	231	231	231
Medza pevnosti v ťahu pri 200 °C [MPa]	139	139	139	139
Hustota [g/cm ³]	1,42	1,42	1,42	1,42
Zmrštenie pri 150 °C - 30 min [%]	0,17			
Zmrštenie pri 400 °C - 120 min [%]	1,25			
Koeficient tepelnej rozťažnosti [ppm/°C]	20			
Maximálne predĺženie pri 23 °C [%]	72	82	82	82
Maximálne predĺženie pri 200 °C [%]	83	83	83	83
Dielektrická pevnosť [kV/mm]	303	240	205	154
Relatívna permitivita pri 1 kHz	3,4	3,4	3,5	3,5
Stratový činiteľ pri 1 kHz	0,0018	0,0020	0,0020	0,0026
Objemový odpor [Ω/cm]	1,5.10 ¹⁷	1,5.10 ¹⁷	1,4.10 ¹⁷	1,0.10 ¹⁷

Polyimidový substrát Kapton® je syntetizovaný polymerizáciou aromatického dianhydridu a aromatického diamínu. Má vynikajúcu teplotnú stabilitu, odolnosť voči rozpúšťadlám a adhézii. Kapton® sa používa taktiež na výrobu filmov potiahnutých vodivou medenou fóliou, ktoré majú obchodné označenie Pyralux® [2]. Spoločnosť DuPont™ ponúka rôzne typy polyimidových fólií Kapton®, ktoré sa líšia od seba mechanickými, elektrickými, chemickými a povrchovými vlastnosťami. Za najčastejšie používanú polyimidovú fóliu Kapton® v technológií InkJet Printing sa používa Kapton® HN [1], [2].

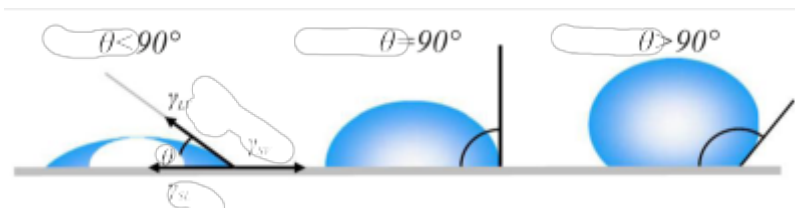
Kapton® HN je univerzálna polyimidová fólia, ktorá sa vyznačuje výbornou tepelnou stabilitou v rozmedzí od -269 až do 400 °C. Kapton® HN môže byť laminovaný, metalizovaný, formovaný alebo potiahnutý lepidlom [1], [2]. Zmäčavosť povrchu substrátov kvapalinou sa posudzuje na základe analýzy kontaktného uhla θ . Kontaktný uhol θ predstavuje uhol zvieraný kvapalinou a povrchom substrátu na fázovom rozhraní medzi plynným, kvapalným a pevným prostredím. Kontaktný uhol je charakterizovaný Youngovou rovnicou, ktorá opisuje rovnovážny stav na rozhraní troch prostredí [3].

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos(\theta) \quad (1)$$

kde γ_{SV} je povrchové napätie na medzifázovom rozhraní tuhého a plynného prostredia, γ_{SL} je povrchové napätie na medzifázovom rozhraní tuhého a kvapalného prostredia, γ_{LV} je povrchové napätie na medzifázovom rozhraní kvapalného a tuhého prostredia, θ je kontaktný uhol.

Na obr. 1 je možné vidieť, že kvapaliny s malým kontaktným uhlom ($\theta < 90^\circ$) zmáčajú povrch dostatočne. Takéto povrchy sa označujú ako lyofilné. Pre kontaktné uhly väčšie ako 90° je povrch považovaný za kvapalinou nezmáčaný a označovaný ako lyofóbny. Tieto povrchy sa označujú taktiež za hydrofilné, resp. hydrofóbne. V prípade, že $\theta = 0^\circ$, dochádza k dokonalému zmáčaniu povrchu kvapalinou, ktorá na povrchu substrátu vytvorí tenkú vrstvu. Za super hydrofóbne povrchy sa považujú tie, ktoré majú kontaktný uhol väčší ako 150° , kde kontaktná plocha medzi kvapalinou a povrchom

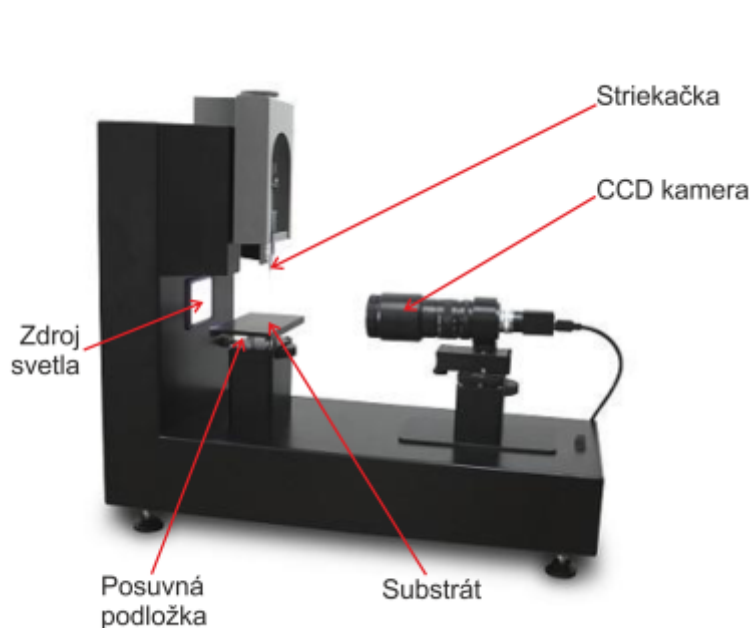
substrátu je minimálna [4], [5], [6].



Obr. 1 Kontaktné uhly kvapaliny na povrchu substrátu.

Pre naše experimenty sme aplikovali meranie statického kontaktného uhla zariadením Phoenix 300 metódou sediacej kvapky. Meracie zariadenie, ktoré je znázornené na obr. 2, pozostáva z mikroskopu, polohovateľného stolíka na umiestnenie vzorky v osiach x-y-z a z dávkovača deionizovanej vody. Podstata metódy sediacej kvapky spočíva v kvapnutí kvapaliny, ktorej povrchové napätie je známe, na povrch meraného substrátu. Následne je prostredníctvom známeho povrchového napätia kvapaliny, tvaru kvapky a veľkosti kontaktného uhla možné vypočítať adhéziu povrchu pevnej vzorky. Opisovanú metódou je možné využiť na meranie statického aj dynamického kontaktného uhla. Pri určovaní statického uhla je kvapalina prostredníctvom striekačky kvapnutá na povrch substrátu a obraz zaznamenaný kamerou je pomocou softvéru spracovaný a vyhodnotený [3].

Výhodou určovania kontaktného uhla pomocou metódy sediacej kvapky je najmä jej jednoduchosť a extrémne nízka spotreba materiálu, pretože je dostačujúce použiť substráty veľkosti len zopár milimetrov štvorcových. Zároveň objem kvapaliny spotrebovanej aplikovaním kvapiek na povrch substrátu nepresiahne objem jednotiek mikrolitrov (μl). Nepriaznivým dôsledkom použitia takýchto malých objemov kvapaliny je vysoká miera skreslenia a nepresnosti výsledku v prípade akéhokoľvek, aj malého znečistenia povrchu substrátu alebo kvapnutej tekutiny. Napriek tomuto nedostatku je metóda sediacej kvapky považovaná za jednu z najspoľahlivejších, ak nie je vyžadovaná extrémne vysoká presnosť merania [5].



Obr. 2 Optický prístroj na meranie kontaktného uhla Phoenix 300.

S kontaktným uhlom úzko súvisí aj povrchová energia, resp. adhézna práca. Čím je hodnota povrchovej energie nižšia, tým je povrch považovaný za hydrofóbnejší. Príkladom povrchov s vysokou povrchovou energiou sú kovy alebo sklené materiály. Naopak, k povrchom s nízkou povrchovou energiou sa radí väčšina organických materiálov a polymérov. Povrch pevnej látky je zmáčaný len v prípade, ak je hodnota jeho povrchovej energie vyššia ako hodnota povrchového napätia kvapaliny, ktorá má daný povrch zmáčať [6]. Po dopadnutí kvapky kvapaliny o priemere d a výške h na substrát, kamera vyhotoví snímok s kontaktným uhlom θ , ktorý následne softvér vyhodnocuje podľa nasledovného vzťahu [7]:

$$\theta = 2 \cdot \tan^{-1} \left(\frac{2h}{d} \right) \quad (2)$$

Objem kvapky V po dopadnutí na substrát je možné vypočítať nasledovne [8]:

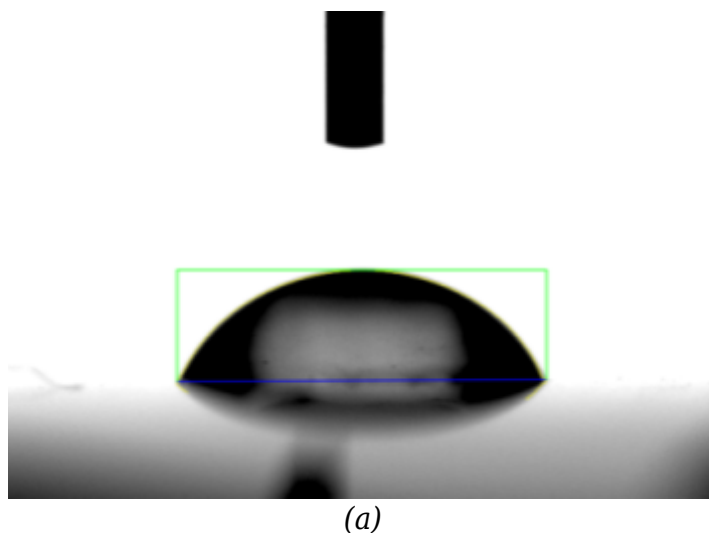
$$V = \frac{1}{6} \pi h \left(\frac{3}{4} d^2 + h^2 \right) \quad (3)$$

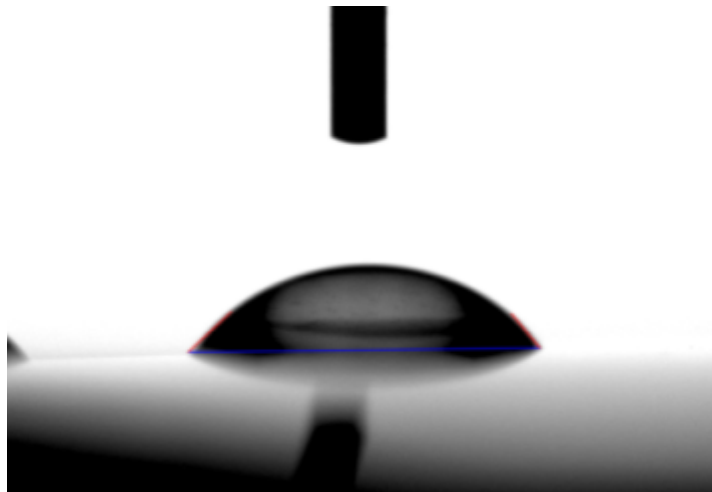
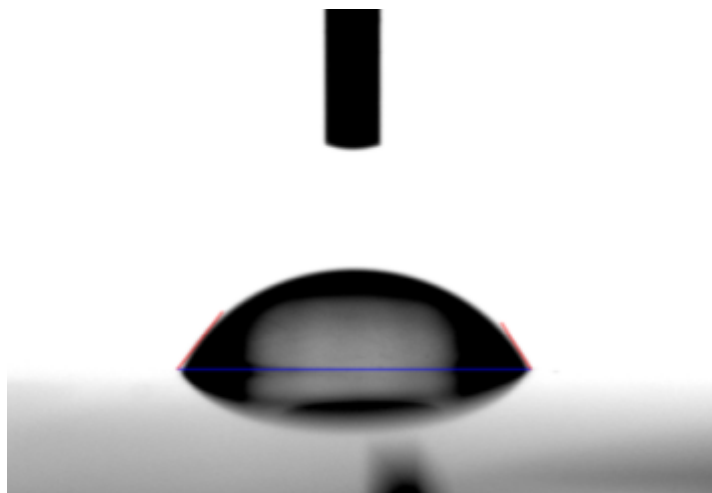
Pre optimalizáciu povrchových vlastností polyimidového substrátu Kapton® boli aplikované rôzne chemické činidlá na povrch substrátu, ktoré sú uvedené v Tab. 2, pretretím povrchu substrátu konkrétnym chemickým činidlom.

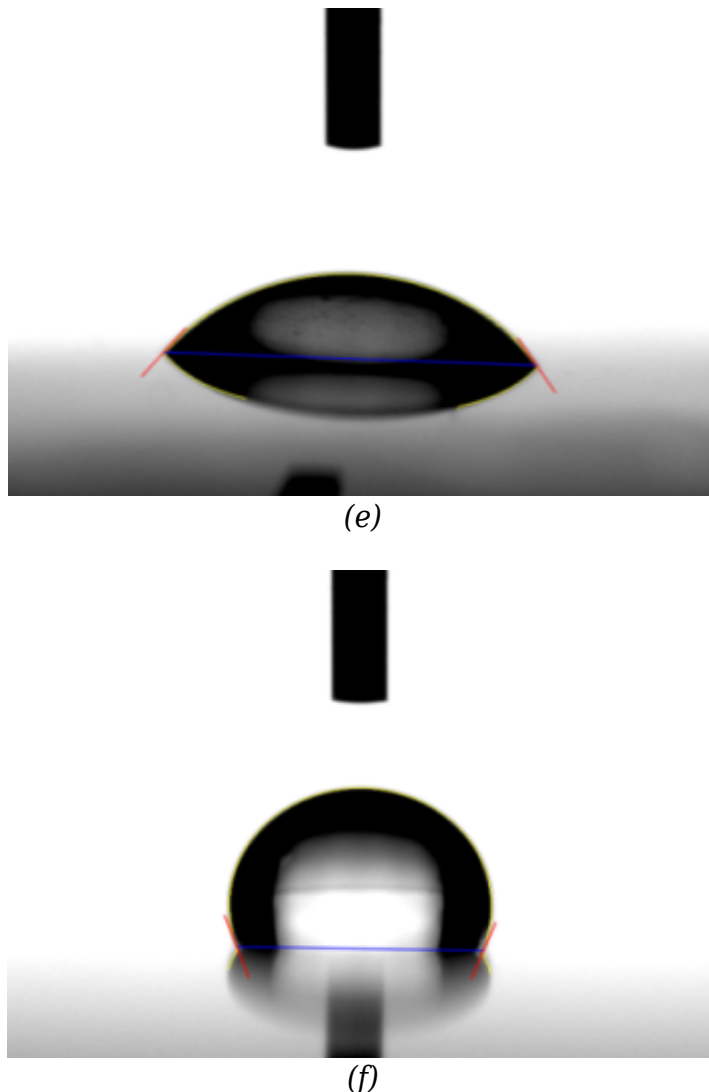
Tab. 2 Zoznam aplikovaných chemických činidiel na úpravu zmáčavosti PI substrátu.

Substrát	Kapton® HN PI
Bez povrchovej úpravy	X
Toluén	X
Izopropyl	X
Etanol	X
Acetón	X
EGC-1720	X

Na obr. 3 sú znázornené kvapky deionizovanej vody na polyimidovom substráte DuPont™ Kapton® HN zaznamenané počas merania statického kontaktného uhla zariadením Phoenix 300 pred a po ošetrení povrchu chemickými činidlami.

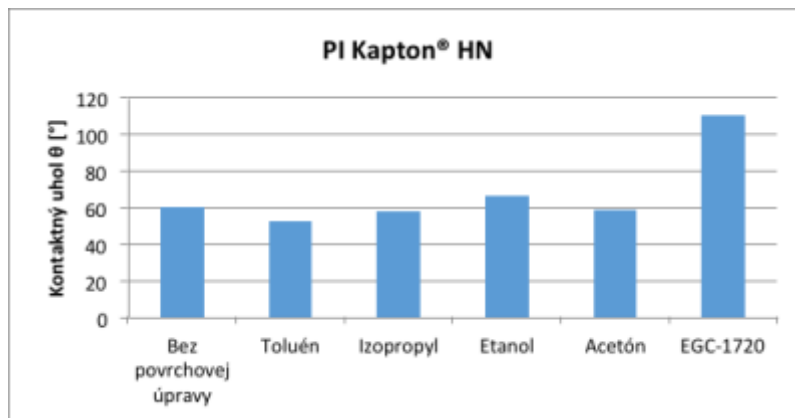


*(b)**(c)**(d)*



Obr. 3 Kontaktné uhly kvapaliny na povrchu PI substrátu Kapton® HN (a) bez povrchovej úpravy, (b) toluén, (c) izopropyl, (d) etanol, (e) acetón, (f) EGC-1720.

Z obr. 4 je zrejmé, že neošetrený povrch PI substrátu má kontaktný uhol približne 60,5°. Maximálna hodnota kontaktného uhla bola dosiahnutá v prípade ošetrenia povrchu PI substrátu chemickým činidlom EGC-1720, ktorý slúži na zvýšenie hydrofóbných vlastností polymérnych substrátov. Toluén výrazným spôsobom zvýšil zmáčavosť povrchu, pričom etanol znížil zmáčavosť povrchu PI substrátu. Izopropyl a acetón nemali výrazný vplyv na zmáčavosť povrchu PI substrátu Kapton® HN. Ideálna hodnota kontaktného uhla polymérneho substrátu pre technológiu InkJet Printing sa pohybuje okolo hodnoty 65° v závislosti od konkrétnej aplikácie.



Obr. 4 Hodnoty kontaktných uhlov PI substrátu Kapton® HN po povrchovom ošetrovaní.

V prípade, ak je zmáčavosť substrátu veľká (malý kontaktný uhol), je nevyhnutné opakované nanášanie vrstiev na substrát z dôvodu malej hrúbky nanesej vrstvy. Príliš malá hrúbka spôsobuje vytvorenie nehomogénnej vrstvy nano-atramentu na substráte. V opačnom prípade, ak je kontaktný uhol príliš veľký (malá zmáčavosť povrchu), nie je možné vytvoriť dokonalý adhézný mechanizmus medzi nanosenou vrstvou nano-atramentu a substrátom z dôvodu, že kontaktná plocha medzi kvapkou a substrátom je minimálna.

3. Záver

Práca sa venuje možnostiam analýzy povrchových vlastností polyimidového substrátu Kapton® HN z hľadiska zmáčavosti a možnostiam úprav ich povrchov chemickými činidlami. Z analýzy dosiahnutých výsledkov vyplýva, že povrchové vlastnosti polyimidového substrátu je možné modifikovať vhodnými chemickými činidlami. Výsledky ukazujú, že polyimidový substrát bez povrchovej úpravy má kontaktný uhol približne 60,5°. Aplikovaním etanolu na povrch polyimidového substrátu sa zvýši kontaktný uhol na hodnotu 66°.

Použitá literatúra

1. DUPONT: DuPont™ Kapton® HN polyimide film [online]. USA: DuPont, 2011. Dostupné na internete: <http://www.dupont.com/content/dam/assets/products-and-services/membranes-films/assets/DEC-Kapton-HN-datasheet.pdf>
2. SANKIR, N. D.: Flexible Electronics: Materials and Device Fabrication: Dizertačná práca. Virginia: Faculty of Virginia Polytechnic Institute and State University, 2005. 172 s.
3. MARMUR, A.: Thermodynamic aspects of contact angle hysteresis. In: Advances in Colloid and Interface Science. č. 50, 1994, s. 121.
4. VALIPOUR, N. M. - BIRJANDI, F. Ch. - SARGOLZAEI, J.: Super-non-wettable surfaces: A review. In: Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2014, s. 93-106.
5. BRACCO, G. - Holst, B.: Surface Science Techniques: Contact Angle and Wetting Properties. 2013. 663 s. ISBN 978-3-642-34242-4.
6. JURKEMÍKOVÁ, Mária: Studium smáčivosti vybraných typů povrchů a její modifikace: Diplomová práca. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíne, 2011. 94 s.
7. BONADIMAN, R. - MARQUES, M. - FREITAS, G. - REINIKAINEN, T.: Evaluation of

Printing Parameters and Substrate Treatment Over the Quality of Printed Silver Traces. In: 2nd Electronics Sysmintegration Technology Conference. Greenwich, 2008, pp. 1343-1348. ISBN 978-1-4244-2814-4.

8. ZHINIU, X.: Automatic static contact angle algorithm for blurry drop images and its application in hydrophobicity measurement for insulating materials. In: IET Science, Measurement and Technology. 2015, Vol. 9, Iss. 1, pp. 113-121. ISSN 1751-8822.

Spoluautorkou článku je prof. Ing. Alena Pietrikova, CSc, Katedra technológií v elektronike, Fakulta elektrotechniky a informatiky, Technická univerzita v Košiciach, Slovenská republika
