

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

VÝZKUM A VÝVOJ 2D A 3D DEFORMAČNÍCH STRUKTUR LTCC PRO OPTOELEKTRONICKÉ APLIKACE

RESEARCH AND DEVELOPMENT OF 2D/3D DEFORMABLE STRUCTURES LTCC FOR OPTOELECTRONIC APPLICATIONS

CSc.

DIZERTAČNÍ PRÁCE DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR	Ing. Jakub Somer
ŠKOLITEL SUPERVISOR	doc. Ing. Ivan Szendiuch,

BRNO 2021

Abstrakt

Disertační práce je zaměřena na výzkum, vývoj a výrobu deformačních elementů vyrobených technologií LTCC, určených pro použití v optoelektronických aplikacích. Je zde provedeno studium technologických postupů, přičemž je kladen důraz na dosažení přesné a opakovatelné výroby mechanických komponent tak, aby tyto byly využitelné na standardních LTCC substrátech v komerční sféře. Proto jsou využívány dostupné standardní tlustovrstvé materiály. Součástí práce je také nezbytné testování vhodnosti použití standardních LTCC materiálů pro vybrané senzorické aplikace, v nichž je používána vláknová optika, aby byla potvrzena využitelnost dosažených výsledků v praxi. Disertabilní jádro práce představuje výzkum a vývoj technologie využívající nové principy a možnosti skryté v mechanických parametrech LTCC struktur, které jsou určeny a využívány pro realizaci deformačních LTCC materiálů pro vybrané senzorické aplikace, v nichž je používána vláknování vhodnosti použití standardních toto principy a využívány pro realizaci deformačních prvků. Součástí práce je také nezbytné testování vhodnosti použití standardních toto principy a využívány pro realizaci deformačních prvků. Součástí práce je také nezbytné testování vhodnosti použití standardních toto prvků vybrané senzorické aplikace, v nichž je používána vláknová optika, aby byly potvrzena využitelnost dosažených výsledků v praxi.

Klíčová slova

LTCC, tlustá vrstva, optické senzory, deformační členy, smrštění.

Abstract

The doctoral thesis is focused on the research, development and production of deformation elements produced by LTCC technology for use in optoelectronic applications. A study of technological processes is carried out, with the emphasis on achieving accurate and reproducible mechanical component manufacturing so that these can be used on standard LTCC substrates in the commercial sphere. Therefore, available standard thick-film materials are used. The work also involves testing the suitability of the use of standard LTCC materials for selected sensory applications in which fiber optics are used to confirm the usefulness of the results achieved in practice. The dissertable core of the work is research and development of a technology using new principles and possibilities hidden in the mechanical parameters of LTCC structures, which are designed and used for the realization of deformation elements. The work also involves testing the suitability of the use of standard LTCC materials for selected methods of the selected sensory applications in which fiber optics are used for the realization of deformation elements. The work also involves testing the suitability of the use of standard LTCC materials for selected methods involves testing the suitability of the use of standard LTCC materials for selected sensory applications in which fiber optics are used to confirm the usefulness of the results achieved in practice.

Keywords

LTCC, thick film, optical sensors, deformable elements, shrinkage.

Bibliografická citace

SOMER, J. *Výzkum a vývoj 2D a 3D deformačních struktur LTCC pro optoelektronické aplikace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav mikroelektroniky, 2021. 170 s. Dizertační práce. Vedoucí práce: doc. Ing. Ivan Szendiuch, CSc.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou disertační práci na téma Výzkum a vývoj 2D a 3D deformačních struktur LTCC pro optoelektronické aplikace jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího disertační práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené disertační práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této disertační práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

Poděkování

Děkuji vedoucímu disertační práce doc. Ing. Ivanu Szendiuchovi, CSc. za účinnou metodickou a pedagogickou pomoc při zpracování mé disertační práce. Také bych chtěl poděkovat školiteli specialistovi doc. Ing. Františku Urbanovi, CSc. za jeho četné rady a připomínky k praktické části práce.

Chtěl bych také poděkovat kolegům Ing. Radku Helánovi, Ph.D., Ing. Michalu Štekovičovi a Ing. Martinu Klímovi, Ph.D. za odbornou a metodickou pomoc při řešení vzniklých problémů, hlavně v počátcích prací.

Velké díky patří i kolegům Ing. Ondřeji Chmelovi, Ph.D., Ing. Alexandru Otáhalovi, Ph.D. a Ing. Imrichovi Gablechovi, Ph.D. za podporu a za pomoc s dílčími úkoly v průběhu práce.

Rád bych také poděkoval mým nejbližším, mamce Janě, otci Miloslavovi a přítelkyni Klárce, za neustálou podporu, důvěru, a především trpělivost v průběhu mého doktorského studia.

V Brně dne: 30. srpna 2021

podpis autora

OBSAH

Seznam s	symbolů a zkratek	viii
Seznam	obrázků	xii
Seznam	tabulek	xviii
Úvod		1
1. Souč	asný stav problematiky	3
1.	1 Základy technologie LTCC	4
	1.1.1 Složení a výroba základního materiálu	5
	1.1.2 Obrábění základního materiálu	8
	1.1.3 Nanášení funkčních vrstev	11
	1.1.4 Sesazení a laminace vrstev	14
	1.1.5 Výpal LTCC substrátů	16
	1.1.6 Použití LTCC v optoelektronice	18
	1.1.7 Použití LTCC v senzorických aplikacích	19
1.	2 Omezení a technologické problémy LTCC	22
2. Cíle	disertační práce	23
3. Chai	rakterizace vlastností komerčně dostupných LTCC materiálů	25
3.	1 Použité technologie pro výrobu struktur	
3.	2 Základní charakterizace materiálových vlastností LTCC	
	3.2.1 Mechanické vlastnosti LTCC materiálů	
	3.2.2 Hermetické vlastnosti	
	3.2.2.1 Poreznosi LTCC matematu 3.2.2.2 Testování prostupnosti plypů LTCC strukturou	37
	2.2.2. Testovali prostupnosti prynu ETCC strukturou	37 40
	3.2.5 Teplotin odolnost	
2	3. Změna vlastností I TCC materiálu no zpracování	
5.	 3.3.1 Změny rozměrů vypálené LTCC struktury 3.3.1.1 Metody testování změny rozměrů 	

	3.3.1.2 Změna rozměrů struktury v závislosti na procesních parametrech 45
	3.3.2 Závislost mechanických vlastností na procesních parametrech50
	3.3.3 Změna mechanických parametrů LTCC materiálu po zatížení vysokými teplotami
	3.3.4 Zhodnocení dosažených výsledků55
4.	Experimentální část 58
	4.1 Návrh a realizace deformačních členů a nosných struktur
	4.1.1 Návrh a realizace tenkých membrán
	4.1.1.2 Návrh a realizace membrán s dočasnou výplní během laminace 61
	4.1.1.3 Návrh a realizace membrán z vypálených substrátů 64
	4.1.1.4 Návrh a realizace membrán s bočními podporami bez aplikovaného tlaku na samotnou membránu 70
	4.1.1.5 Zhodnocení dosažených výsledků 71
	 4.1.2 Návrh a realizace deformačních členů pomocí obrábění laserem s ultrakrátkými pulsy
	4.1.2.2 Optimalizace procesních parametrů selektivního odstranění materiálu ablací ultrakrátkými pulzy 83
	4.1.2.3 Zhodnocení dosažených výsledků 88
	4.1.3 Návrh a realizace pasivních tlustovrstvých nosníků884.1.3.1 Příprava vzorků pro experiment90
	4.1.3.2 Mechanické testování volně stojících struktur 92
	4.1.3.3 Zhodnocení dosažených výsledků 94
	4.2 Aplikace technologických postupů v přípravě senzorů
	 4.2.1 Tlakové senzory realizované v technologii LTCC
	4.2.1.2 Výpočty a simulace pro různé rozsahy měření tlakových senzorů 99
	4.2.1.3 Použité materiály a technologické postupy pro přípravu senzorů 101

4.2.1.4	Měření optických senzorů tlaku	107
4.2.1.5	Zhodnocení dosažených výsledků	111
4.2.2 Taho	ové senzory z LTCC materiálů	112
4.2.2.1	Teorie měření pomocí vláknových mřížek FBG	112
4.2.2.2	Simulace měření mechanických deformací	113
4.2.2.3	Materiály a postupy použité pro přípravu tahových senzorů	115
4.2.2.4	Měření deformace pomocí FBG mřížek	117
4.2.2.5	Zhodnocení dosažených výsledků	120
4.2.3 Opti	cký senzor náklonu v technologii LTCC	121
4.2.3.1	Princip měření velikosti náklonu	121
4.2.3.2	Simulace chování senzoru	123
4.2.3.3	Materiály a postupy použité pro výrobu senzoru náklonu	125
4.2.3.4	Měření senzoru náklonu	127
4.2.3.5	Zhodnocení dosažených výsledků	129
4.2.4 Opti	cký senzor teploty	129
4.2.4.1	Teorie měření teploty sérií vláknových FBG mřížek	130
4.2.4.2	Simulace odezvy struktury na změnu teploty	131
4.2.4.3	Materiály a postupy použité pro výrobu teplotního senzoru	132
4.2.4.4	Kalibrace a měření teplotního senzoru	135
4.2.4.5	Zhodnocení dosažených výsledků	137

5. Závěr

138

SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

LTCC	Low Temperature Co-fired Ceramic – Nízkoteplotní souběžně vypalovaná keramika
FBG	Fiber Bragg Grating – Braggova vláknová mřížka
MLCC	Multilayer Ceramic Capacitor – Vícevrstvý keramický kondenzátor
EDX	Energy Dispersive X-Ray Analysis – energiově-disperzní rentgenová analýza
HTCC	High Temperature Co-fired Ceramic – Vysokoteplotní Souběžně vypalovaná keramika
PET	Poly-ethylen tereftalát
DPS	Deska plošných spojů
FTTS	Full Tape Thickness Structure – struktura v celé tloušťce pásky
TLV	Tlustá vrstva
VCSEL	Vertical Cavity Surface-Emitting Laser – laser s vertikální rezonanční dutinou emitující z plochy
Nd:YAG	Neodymem-dopovaný Yttrium Aluminum Granát
TCE	Thermal Coefficient of Expansion – teplotní koeficient délkové roztažnosti
3	Poměrné prodloužení
ΔT	Rozdíl maximální a minimální teploty použití
σ	Mechanické napětí v materiálu (spoji)
Е	Youngův modul pružnosti
R _m	Rychlost pohybu při mechanických zkouškách
Lm	Rozteč podpor při mechanických zkouškách
h _m	Tloušťka nosníku při mechanických zkouškách
Zm	Rychlost aplikace mechanického napětí na vnější část nosníku
$\sigma_{\rm f}$	Zátěž na vnější straně nosníku
F _m	Zatížení v daném bodě křivky během mechanického testování
b _m	Šířka testovaného nosníku při mechanických zkouškách

D_m	Maximální velikost prohnutí ve středu nosníku
m	Směrnice tangenty v oblasti nejvyšší strmosti křivky
CHLD	Cumulative Helium Leak Detection – detekce celkového průniku hélia
OLD	Optical Leak Detection – optická metoda detekce netěsností
R _L	Měřená rychlost úniku signálního plynu
Μ	Molekulární hmotnost sledovaného plynu
Ma	Molekulární hmotnost vzduchu
L _R	Ekvivalentní standardní rychlost úniku
P ₀	Atmosférický tlak
Pt	Tlak sledovaného plynu
V	Vnitřní objem zařízení
t_1	Čas, po který je vystaveno testované zařízení tlaku Pe
t_2	Čas, za který je detekován únik po vystavení tlaku
OTR	Oxigen Transmission Rate – rychlosti prostupu kyslíku
DMA	Dynamic Mechanical Analysis – Dynamická mechanická analýza
CCL	Cold Chemical Lamination – Studená chemická laminace
ΔS_X	Změna rozměru struktury v ose X
SD	Směrodatná odchylka naměřených hodnot
PAS	Pressure Assisted Sintering – Výpal za působícího tlaku
CNC	Computerized Numerical Control – Počítačově číslicové řízení
F _{lam}	Síla působící během laminace
P _{DP951}	Doporučený laminační tlak pro materiál DP951
S_{lam}	Plocha laminované struktury, na kterou působí laminační tlak
ω ₀	Poloměr svazku v ohnisku
M^2	Poměr šíření svazku
f	Ohnisková vzdálenost
D _c	Průměr svazku na čočce
λ	Vlnová délka zdroje optického záření
ZR	Rayleigho délka

F _{th}	Prahová hustota energie pulzu
Ra	Průměrná drsnost povrchu
Ep	Energie laserového pulsu
E_{T}	Celkové množství dodané energie
n _{puls}	Počet pulsů na jednotku délky
\mathbf{V}_{a}	Objem odstraněného materiálu jedním laserovým pulsem
da	Hloubka obrobené oblasti laserovým svazkem
FP	Fabry-Pérotův rezonátor
FPI	Fabry-Pérotův interferometr
Т	Poměr průchozího optického výkonu
R	Poměr odraženého optického výkonu
αο	Absorbance optické vrstvy
Lo	Tloušťka optické vrstvy
n	Index lomu prostředí
V	Ztrátový faktor
k	Vlnové číslo
L _R	Vzdálenost mezi zrcadly – délka rezonátoru
δν	Šířka pásma optického spektra
$\Delta \nu$	Volný spektrální rozsah
FSR	Free Spectral Range – Volný spektrální rozsah
FWHM	Full Width Half Maximum – Šířka spektra při poklesu o 3 dB
F _{RES}	Finesse – finesa rozonátoru
Q	Kvalita rezonátoru
τ	Čas, za který klesne energie v rezonátoru na 1/e
SLED	Superluminescent diode – Vysocesvítivá dioda
d	Průhyb membrány v jejím středu
p	Tlak působící na membránu
r	Poloměr membrány
D _{mem}	Mechanická tuhost membrány

h	Tloušťka membrány
VP	Poissonova konstanta
p_{max}	Tlak, při kterém dojde k poškození membrány
λ_{B}	Braggova vlnová délka
n _{eff}	Efektivní index lomu
Λ	Prostorová perioda vláknové mřížky
p_{ij}	Pockelovi tenzory opto-mechanického působení
pe	Elasto-optický koeficient pro převod změny vlnové délky
ω	Poloměr vidového pole
θ	Úhlová odchylka optických vláken
S	Vzdálenost konců optických vláken
0	Odchylka středu optických vláken
LD	Laserová dioda
PD	Photodetector – fotodetektor
N _{FBG}	Počet FBG mřížek na jednom fyzickém kanálu
ΔT_{meas}	Rozsah měřených teplot
α _{FBG}	Citlivost změny vlnové délky na teplotu
$\mathbf{B}\mathbf{W}_{eval}$	Oblast v okolí FBG mřížky pro vyhodnocení
BW	Spektrální rozsah použitého měřicího zařízení
$\Delta CWL_{\rm T}$	Měřicí rozsah senzoru
ΔT_{max}	Maximální rozdíl teplot mezi měřicími body

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1.1: Ì 	Řez vnitřní strukturou kondenzátoru MLCC vypáleného při teplotě 1040 °C[7]a) aktivní keramické vrstvy s vnitřními elektrodamiz AgPd tlustovrstvé pasty b) výsledky EDS analýzy přes dvě interní elektrodypro potvrzení jejich úspěšného vytvoření
Obr. 1.2:	Znázornění mikro a makro defektů vyskytujících se ve struktuře LTCC nateriálů [1]
Obr. 1.3: P	rocesy probíhající během výpalu LTCC materiálů [12]6
Obr. 1.4: Z	názornění postupu výroby pásky pomocí metody nanášení na pásku [2]7
Obr. 1.5:	Porovnání metod obrábění základních pásek LTCC a) mechanicky ražený otvor o průměru 100 μm b) mechanicky ražený otvor o průměru 50 μm c) pin pro vyražení otvoru d) laserem vrtaný otvor o průměru 100 μm e) laserem vrtaný otvor o průměru 50 μm f) celý nástroj pro ražení s vloženým pinem [2]
Obr. 1.6:	Příklad struktury řezané laserem a) návrh motivu b) motiv vytvořený v substrátu HL2000 c) motiv vytvořený v materiálu DP951 s optimalizovaným procesem řezání d), e), f) poškozená struktura vlivem špatně nastavených procesních.[20]
Obr. 1.7: 1	Příklad jemných struktur řezaných pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy a) natice otvorů o průměru 65 μm b) jemné nosné struktury o tloušťce 25 μm 11
Obr. 1.8: 1	Příklady vytvořených prokovů a) prokov vytvořený pro odstínění šumu b) vzniklý defekt ve vytvořeném prokovu [22]12
Obr. 1.9: 1	Princip sítotisku a) začátek pohybu stěrky b) přitlačení síta k substrátu c) protlačení tlustovrstvé pasty skrz volná oka síta [1]
Obr. 1.10:	Vytvořený motiv pomocí sítotisku se strukturováním expozicí a) pohled na celou strukturu b) detail vytvořené struktury s prokovy [23]
Obr. 1.11:	Porovnání laminačních metod a) jednoosá laminace b) všesměrová laminace [26]
Obr. 1.12:	Porovnání struktury mikrokanálku s nosníkem vytvořený různými způsoby laminace a) termokompresní laminace b) studená chemická laminace [31] 16
Obr. 1.13:	Výpal LTCC struktury a) vyhoření organických složek b) přechod na teplotu výpalu c) teplota výpalu struktury [34]
Obr. 1.14:	Substrát z LTCC materiálu poškozený během výpalu [35] 18
Obr. 1.15:	Příklad systému s integrovanou elektronikou a optickou částí na jednom

substrátu.[40]19
Obr. 1.16: Příklad realizace pouzdra pro optoelektronické součástky a) vnitřní struktura chladicích kanálků b) celkový pohled na pouzdro[41]19
Obr. 1.17: Příklad vnitřního uspořádání mikrofluidních kanálků[42]20
Obr. 1.18: LTCC modul s mikrokanálky pro měření biologických reakcí [44]20
Obr. 1.19: Schéma postupu výroby bezdrátového senzoru tlaku[49]21
Obr. 1.20: Vyrobený senzor zrychlení založený na piezorezistivním principu[50] 22
Obr. 1.21: Multisenzorový systém obsahující senzor tlaku, průtoku a teploty.[26]22
Obr. 3.1: Pracoviště pro mikro-obrábění pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy firmy Network Group a) celkový pohled na pracoviště b) detailní pohled na obráběnou pásku základního materiálu
Obr. 3.2: Hydraulický lis pro laminaci nevypálených LTCC materiálů firmy Network Group a) vyhřívané plochy lisu s vloženou matricí s laminovaným vzorkem b) regulace vyhřívání lisovacích ploch a zpětná vazba k řízení aplikované síly na laminovanou strukturu
Obr. 3.3: Porovnání rozložení působící síly a momentu ohybu pro a) tříbodovou metodu a b) čtyřbodovou metodu testování ohybem materiálu [52]
Obr. 3.4: Typická křivka určující vztah mezi pnutím v ohybu a napětím v ohybu [55] 31
Obr. 3.5: Schéma měřicí sestavy pro testování mechanických vlastností LTCC
Obr. 3.6: Záznam z mechanického testování LTCC nosníku
Obr. 3.7: LTCC materiál DP951 v řezu struktury po lomu s patrnými dutinami
Obr. 3.8: Schéma aparatury pro měření rychlosti prostupu kyslíku přes LTCC. [61] 38
Obr. 3.9: Závislost měřené síly v ohybu LTCC vzorků DP951 v závislosti na velikosti rozdílu při šokovém chlazení
Obr. 3.10: Model struktury pro ověření změny rozměr po výpalu
Obr. 3.11: Závislost změny rozměru struktury v ose X na procesních parametrech 48
Obr. 3.12: Závislost změny rozměru struktury v ose Y na procesních parametrech 49
Obr. 3.13: Závislost změny rozměru struktury v ose Z na procesních parametrech 49
Obr. 3.14: Závislost Youngova modulu pružnosti na procesních parametrech
Obr. 3.15: Závislost síly v ohybu na procesních parametrech
Obr. 3.16: Závislost Youngova modulu pružnosti na orientaci základní pásky během testování

Obr. 3.17: Závislost pevnosti v tahu na orientaci základní pásky během testování 53
Obr. 3.18: Teplotní profily zatěžování vypálené LTCC struktury
Obr. 4.1: Laminační matrice pro laminaci struktur v celém přířezu základní pásky 59
Obr. 4.2: Struktura testována pro použití progresivní laminace
Obr. 4.3: Senzor po laminačním procesu s využitím progresivní laminace a deformovanou membránou
Obr. 4.4: Rozložení vrstev pro laminaci s dočasnou uhlíkovou výplní
Obr. 4.5: Profil výpalu pro LTCC materiál HL2000 s použitím dočasné výplně C1263
Obr. 4.6: Profil membrány a těla senzoru vypáleného s uhlíkovou dočasnou výplní měřený kontaktním profilometrem
Obr. 4.7: Výbrus spojení korundové keramiky a LTCC pásky pomocí CCL a) rozpouštědlo HVS 100 b) rozpouštědlo DuPont 4553 c) dielektrická tlustovrstvá pasta ESL 4917
Obr. 4.8: Model senzoru založeného na kombinaci tlustovrstvé technologie a LTCC materiálu
Obr. 4.9: Rozložení vrstev pro laminaci s vypálenými substráty67
Obr. 4.10: Výbrus realizovaného spojení metodou PAS s defektem
Obr. 4.11: Rentgenová analýza LTCC struktury vytvořené metodou PAS a) pohled na vyrobený senzor tlaku b) zaostření na konkrétní poruchu ve vpálené struktuře
Obr. 4.12: Změřená závislost změny výšky vrstvy po výpalu metodou PAS na aplikovaném tlaku69
Obr. 4.13: Schéma uspořádání pro výrobu těla sensoru s využitím bočních podpor 70
Obr. 4.14: Rozložení tlaku aplikovaného během laminace na tělo tlakového senzoru71
Obr. 4.15: Porovnání výsledných struktur obráběných membrán a) okraj membrány s periodickým defektem b) okraj membrány bez defektů
Obr. 4.16: Výsledné hodnoty prahových hustot energií pulzů pro různé režimy obrábění nevypáleného materiálu DP 951, 90 pulzů, 513 nm, 100 kHz77
Obr. 4.17: Obrazec obrobený během metody D-scan [80]77
Obr. 4.18: Závislost velikosti obrobené oblasti na prahové energii a na energii laserového pulsu
Obr. 4.19: Obrobený základní materiál DP951 femtosekundovým laserem s vlnovou délkou 513 nm, frekvencí 5 kHz a energií pulsů (21,24,27,30) μJ

xiv

Obr. 4.20: Graf závislosti prahové hustoty energie pulzu v závislosti na superpozici pulzů během obrábění pro metodu jednoho bodu a pro skenovací metodu na nevypáleném substrátu DP951
Obr. 4.21:Obrobení LTCC substrátu DP951 pro zjištění prahových hodnot hustoty energie pulzu metodou D-scan
Obr. 4.22: Závislost prahové hustoty energie pulzu na superpozici pulzů během testování metodou D-scan pro vypálený substrát DP951
Obr. 4.23: Frézované základní pásky LTCC před procesem výpalu při použití různé hustoty energie svazku pro obrábění a) $E_0 = 10 \ \mu J$, N = 10000 b) $E_0 = 20 \ \mu J$, N = 10000 c) $E_0 = 20 \ \mu J$, N = 1000
Obr. 4.24: Selektivně odstraněný materiál z povrchu LTCC pásky pomocí ultrakrátkých pulsů s defektem na okraji struktury, KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E100, 200x zvětšení)
Obr. 4.25: Příklad obrobené membrány pro výrobu tlakového senzoru a) horní pohled b) boční pohled
Obr. 4.26: Zřetelné rýhy na povrchu LTCC pásky způsobené příliš velkou vzdáleností jednotlivých řezů během ablace povrchu, KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E500, 1000x zvětšení)
Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem
 Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem

PC-2400
Obr. 4.36: Konec optického vlákna s napařenou zlatou vrstvou o tloušť ce 20 nm 95
Obr. 4.37: Spektra optických signálů po průchodu FP rezonátorem a) spektrum optického signálu po průchodu FP rezonátorem b) spektrum optického signálu odraženého FP rezonátorem
Obr. 4.38: Graf závislosti normalizované intenzity optického signálu a citlivosti Fabry- Pérotova rezonátoru v závislosti na délce rezonanční dutiny
Obr. 4.39: Simulace rozložení mechanického namáhání při aplikovaném maximálním povoleném tlaku pro daný typ senzoru
Obr. 4.40: Obrázek s rozložením vrstev pro modelový tlakový senzor 102
Obr. 4.41: Názorná ukázka rozložení oblastí s různou změnou rozměrů během procesu výpalu LTCC optického senzoru
Obr. 4.42: Proces leštění vypálené membrány 104
Obr. 4.43: Vyrobené odrazivé vrstvy ze stříbrné tlustovrstvé pasty a ze zlaté tlustovrstvé pasty s různou úpravou povrchu a) vypálená pasta TC0306, b) vypálená a leštěná pasta TC0306, c) vypálená pasta TC0306, leštěná a následně opět vypálená d) e) f) stejný sled obrázků pro pastu TC8101
Obr. 4.44: Povrch vytvořené zlaté vrstvy z rezinátového roztoku a) povrch zlaté vrstvy na SEM b) změřený profil povrchu zlaté vrstvy profilometrem Bruker DEKTAK
Obr. 4.45: Zjednodušené schématické zapojení pro měření tlakových senzorů 108
Obr. 4.46: Metoda vyhodnocení spektra pro kompenzaci vlivu teploty na měření tlaku
Obr. 4.47: Senzor tlaku pro testovací aparaturu109
Obr. 4.48: Univerzální testovací aparatura pro tlakové senzory s různým průměrem membrán
Obr. 4.49: Měření kalibračních křivek senzoru tlaku při ustálených teplotách 110
Obr. 4.50: Odchylka měření od kalibrační hodnoty 111
Obr. 4.51: Výsledek simulace rozložení mechanického pnutí ve struktuře LTCC deformačního senzoru při změně vzdálenosti kotvících bodů o 250 μm 114
Obr. 4.52: Model senzoru pro měření deformace betonového nosníku116
Obr. 4.53: Příklad rozdílného smrštění LTCC substrátu během výpalu vlivem různých laminačních podmínek

Obr. 4.54: Schéma zapojení pro měření optovláknových senzorů založených na principu měření odražené vlnové délky na FBG mřížce
Obr. 4.55: Kalibrační křivky senzorů použitých na měření deformace v tahu 119
Obr. 4.56: Kalibrační křivky senzorů použitých na měření deformace v kompresi 119
Obr. 4.57: Celkový pohled na připevněnou sadu optovláknových senzorů vytvořených na LTCC substrátu
Obr. 4.58: Návrh optického senzoru náklonu 121
Obr. 4.59: Simulace velikosti posunutí optických vláken při různém náklonu senzoru.
Obr. 4.60: Graf velikosti změny polohy optického vlákna na seismické hmotě k optickému vláknu na statickém rámu senzoru
Obr. 4.61: Změna velikosti útlumu při průchodu optického signálu mezi dvěma vlákny umístěnými v senzoru náklonu na seismické hmotě a na pevném těle senzoru
Obr. 4.62: Testovací struktura pro vyhodnocení vlivu laminačních parametrů na výslednou kvalitu tlustovrstvého nosníku
Obr. 4.63: Schéma výrobního postupu optické části senzoru náklonu 127
Obr. 4.64: Optický senzor náklonu během testování 128
Obr. 4.65: Charakteristika měřeného senzoru náklonu 128
Obr. 4.66: Řez modelem průběžným senzorem teploty s FBG mřížkou 130
Obr. 4.67: Schéma umístění jednotlivých FBG mřížek v měřicím rozsahu spektrálního analyzátoru pro nezávislé senzory teploty
Obr. 4.68: Výsledek simulace vlivu změny teploty struktury senzoru o 1 °C na mechanické napětí optického vlákna
Obr. 4.69: Řez vyrobeným senzorem teploty 134
Obr. 4.70: Část senzoru vyrobeného z LTCC keramiky pro měření teploty 135
Obr. 4.71: Průběh vlnových délek jednotlivých čidel během kalibrace celého senzoru
Obr. 4.72: Kompletní senzor pro měření v teploty zásobnících

SEZNAM TABULEK

Tab. 1.1: Přehled vlastností základních typů LTCC materiálů [1,2,12,14,15,16,17] 8
Tab. 3.1: Tabulka vybraných mechanických veličin převzatých z různých literárních zdrojů
Tab. 3.2: Výrobní parametry vzorků pro mechanické testování
Tab. 3.3: Porovnání mechanických vlastností použitých substrátů
Tab. 3.4: Výrobní parametry vzorků pro testování hermetičnosti
Tab. 3.5: Procesní podmínky vyrobených vzorků pro testování vlivu teplotního šoku nasílu
Tab. 3.6: Parametry pro redukovanou faktorovou analýzu
Tab. 3.7: Výrobní parametry pro testování vlivu procesních parametrů na změnyrozměrů a mechanické vlastnosti
Tab. 3.8: Hodnoty změny rozměrů pro jednotlivé varianty experimentu
Tab. 3.9: Změna mechanických parametrů v závislosti na procesních parametrech 50
Tab. 3.10: Změna mechanických parametrů v závislosti na procesních parametrech 55
Tab. 4.1: Parametry použité během optimalizace procesu obrábění základního LTCCmateriálu pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy
Tab. 4.2: Hodnoty mechanických napětí pro dostupné základní materiály

ÚVOD

Technologie LTCC (Low Temperature Co-fired Ceramic), jejíž základ tvoří keramika s nízkou teplotou výpalu, je dnes již používaná v moderní mikroelektronice v mnoha konvenčních aplikacích. Jednou z hlavních oblastí použití jsou vícevrstvé obvody pro pásmo vysokých frekvencí, kde je požadavek na miniaturní provedení. LTCC je rovněž používána pro celou řadu nekonvenčních aplikací, jako jsou realizace nestandardních pouzder, a především také široká škála senzorů i další speciální aplikace. Poněkud novou a doposud ne příliš využívanou oblastí je kombinace LTCC technologie a vláknové optiky. Tato kombinace umožňuje využití v aplikacích pracujících ve ztížených podmínkách, například v prostředích, které jsou výbušná nebo korozivní. Deformační členy realizované technologií LTCC lze pak použít například pro konstrukci originálních senzorů síly, tlaku a dalších veličin. Nové aplikační možnosti pak bezesporu nabízí oblast integrace a pouzdření optoelektronických prvků.

Myšlenka využití technologie LTCC v kombinaci s optickými prvky otvírá nové možnosti, které spojují miniaturizaci a vysokou spolehlivost s relativně nízkými náklady. Optické a optoelektronické prvky mohou být umístěny na povrchu, a případně i začleněny do LTCC substrátu, což po výpalu umožňuje realizovat struktury v trojrozměrném uspořádání (3D). Umístění těchto prvků musí být ve většině případů velmi přesné, nebo je třeba zajistit přesné podpůrné struktury, do kterých se umístí další části systému. Proto je zapotřebí vyřešit řadu požadavků, jako je velmi přesné obrábění keramických pásek v surovém stavu, přesnost sesazení vrstev a kontrolované smrštění celku v průběhu výpalu. To navazuje na některé současné oblasti využití LTCC keramiky, jako jsou například mikrofluidní aplikace s optickou detekcí.

V této práci jsou řešeny mechanické deformační členy vytvořené technologií LTCC, u nichž je třeba zkoumat a vyřešit jejich chování pro použití v senzorické technice v kombinaci s vláknovou optikou. Proto je pozornost zaměřena na výzkum deformačních členů, jako jsou membrány, nosníky a další složitější konstrukce. Jedná se především o pasivní deformační členy, které jsou využívány jako převodníky fyzikální veličiny. Příkladem jsou deformační členy zaznamenávající změnu odražené vlnové délky na Braggově vláknové mřížce (FBG) nebo změnu délky Fabry-Perotova (FP) rezonátoru.

Tato práce byla inspirována výsledky diplomové práce "Využití tlustých vrstev v moderní elektronice, kde byla stručně rozebrána možnost použití kombinace LTCC keramiky a vláknové optiky pro konstrukci senzoru tlaku. Zmíněný senzor byl tvořen optickým vláknem pro přivedení světelného signálu a tělem z LTCC keramiky, které obsahuje membránu s odrazivou vrstvou. Taková konstrukce senzoru

tlaku je ověřená, jednoduchá a lze ji upravit pro snímání tlaků v širokém rozsahu s velmi dobrou citlivostí. Pro další vývoj je nutné nejen popsat chování mechanického deformačního členu (membrány) z mechanického hlediska, ale i z hlediska prostupnosti materiálu pro vzduch, což je důležitý parametr pro použití membrán v senzorech tlaku.

Nezbytnou součástí výzkumu a vývoje je testování LTCC deformačních členů pro zjištění protažení nosné struktury, na kterou je senzor připevněn. K tomu je použita Braggova vláknová mřížka, která je upevněna na keramickém těle ve tvaru meandrového deformačního členu. V této aplikaci je důležité kontrolované smrštění keramického celku pro zachování požadované deformace při určitém zatížení. Také je důležité dbát na dodržení procesních parametrů, aby struktura byla schopna odolat zatížení.

Jednou z nových inovačních aplikací technologie LTCC je její využití jako nosný substrát pro senzor náklonu, založený na měnícím se útlumu mezi optickými vlákny oddělenými vzduchovou mezerou. Vzhledem k tomu, že v této konkrétní aplikaci je nutné zachovat kompaktní rozměry senzoru při zachování vysoké citlivosti, i jedna vrstva keramického materiálu standardní tloušťky má příliš velkou tuhost. Proto je třeba použít tlustovrstvé pasty jako mechanický člen. Pomocí speciální techniky využití dočasných výplní lze pak realizovat velmi tenké nosníky, na kterých je umístěno závaží senzoru náklonu.

Protože doposud není v dostupné literatuře popsáno chování mechanických konstant v závislosti na procesních parametrech u jemných struktur z LTCC i tlusté vrstvy, je třeba se zaměřit právě na oblast procesních parametrů keramiky.

Je zřejmé, že využití LTCC technologie v optoelektronických aplikacích má své opodstatnění, avšak je třeba vyřešit celou řadu požadavků, u nichž se spojuje a prolíná technologie s teoretickými fyzikálními zákonitostmi a předpoklady. Přitom musí zůstat zachována spolehlivost a ekonomická rentabilnost.

1. SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

Jednou z důležitých oblastí použití keramických substrátů LTCC v moderní mikroelektronice je pouzdření, které nabývá na významu téměř pro všechny aplikace, nevyjímaje vysoce spolehlivé elektronické obvody včetně vysokofrekvenčních. Zde jsou preferovány především výhodné vlastnosti LTCC substrátů z hlediska jak elektrických vlastností, tak také velmi dobrých teplotních vlastností. To vše ve spojení s miniaturizací, která umožňuje zvyšování integrace, podporuje skutečnost, že technologie LTCC má své nezastupitelné místo mezi moderními mikroelektronickými technologiemi. [1-4]

Problematika vícevrstvých keramických struktur je v oblasti elektronické výroby součástek, elektronických obvodů a pouzder již delší dobu ve světě předmětem výzkumu. První zmínky o vývoji vícevrstvých keramických struktur pochází již ze 70. let 20. století [5,6]. V této době vznikla poptávka na nový typ keramických kondenzátorů, které by splňovaly požadavky na miniaturní rozměry při zachování vysokých hodnot kapacity a dalších elektrických vlastností. Příklad vnitřního uspořádání vícevrstvého keramického kondenzátoru je na Obr. 1.1 a). Materiálová analýza metodou Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX), ze které je patrné složení a pozice jednotlivých vodivých struktur na Obr. 1.1 b). [7]



Obr. 1.1: Řez vnitřní strukturou kondenzátoru MLCC vypáleného při teplotě 1040 °C a) aktivní keramické vrstvy s vnitřními elektrodami z AgPd tlustovrstvé pasty b) výsledky EDS analýzy přes dvě interní elektrody pro potvrzení jejich úspěšného vytvoření [7]

Jako nejvhodnější metoda byla vyhodnocena metoda vrstvení a následného výpalu keramických pásek, které jsou proloženy vodivými elektrodami do tzv. multivrstvé

struktury. Dnes jsou rozšířeny oblasti použití keramických substrátů LTCC nejen na pasivní obvodové prvky, ale i na pouzdření, vysoce spolehlivé elektronické obvody, vysokofrekvenční obvody a v neposlední řadě i na senzorické aplikace. [8-10] Výše zmíněné aplikace jsou preferovány především pro výhodné vlastnosti LTCC substrátů nejen z hlediska elektrických, a i tepelných vlastností, kde dobrá tepelná vodivost může být ještě zvýšena použitím tepelně vodivých tlustovrstvých past. [11]

Požadavky na LTCC struktury jsou ve většině případů obdobné, jako u klasických keramických substrátů (např. korundová keramika) používaných pro konvenční aplikace v elektrotechnice. Typů LTCC základních materiálů je velké množství, ale je možné vyrábět i LTCC materiály s vlastním unikátním složením. U všech těchto materiálů je potřeba při výrobě LTCC struktur dodržovat oproti standardní tlustovrstvé technologii přesněji požadavky na výrobní parametry a zaměřit se přitom na požadavky pro specifické použití výsledné struktury. Tyto požadavky se týkají jak ekonomičnosti výroby, tak hlavně zlepšení parametrů pro výslednou aplikaci. Jsou to především:

- Nízká teplota výpalu největším problémem při výrobě LTCC materiálů je viskózní chování materiálu a chemická kompatibilita během procesu výpalu. Vzhledem k tomu, že jako hlavní funkční složka vodivých past jsou použity kovy jako stříbro, zlato, měď a další, je potřeba dodržet teplotu výpalu pod bodem tání těchto kovů, to znamená pod 900 °C.
- Nízké dielektrické ztráty Vzhledem k tomu, že velká část LTCC struktur nachází uplatnění ve vysokofrekvenční technice, je potřeba dbát na co nejnižší dielektrické ztráty.
- Nízká teplotní roztažnost, dobrá teplotní odolnost a vysoká mechanická pevnost – Tyto vlastnosti jsou klíčové pro LTCC struktury, které slouží jako pouzdra, základní substráty nebo senzory. Každá z těchto struktur je vystavena vyšším teplotám a teplotním šokům během dalších výrobních procesů, a také dalším provozním podmínkám.

Mezi další výhodné vlastnosti technologie LTCC patří dobrá chemická odolnost a v neposlední řadě nízké náklady při výrobě středních a středně velkých sérií výrobků.

1.1 Základy technologie LTCC

Výhodou LTCC je souběžný výpal substrátů, které tvoří mechanické části systému pro konstrukční, nosné nebo senzorické použití, společně s nanesenými tlustovrstvými pastami. Materiály označované jako LTCC jsou výsledkem kombinace rozprostřených částic keramického materiálu ve skelné tavenině. Díky této kombinaci drobných keramických částic rozprostřených ve skelné matrici je možné dosáhnout materiálových charakteristik, které se ve výsledku budou blížit čistému keramickému materiálu.

Výhodou oproti keramickým materiálům High Temperature Co-fired Ceramics (Vysokoteplotní souběžně vypalovaná keramika, HTCC) a klasickým substrátům pro tlustovrstvou technologii je potřeba nižší teploty výpalu, protože nedochází ke spojení jednotlivých částic sintrací, ale právě pomocí roztaveného skelného materiálu. [1,2,8]



Obr. 1.2: Znázornění mikro a makro defektů vyskytujících se ve struktuře LTCC materiálů [1]

Na Obr. 1.2 jsou znázorněné defekty, které ovlivňují výsledné vlastnosti LTCC materiálů. Defekty jako jsou mřížkové poruchy v keramickém materiálu, precipitáty, dutiny, praskliny ovlivňují útlum procházejícího signálu materiálem, který určuje ztrátový činitel pro přenos vysokofrekvenčních signálů. Proto je potřeba dbát na čistotu použitých základních materiálů a mikro i makro strukturu bez defektů. [1,2]

1.1.1 Složení a výroba základního materiálu

Složení základního materiálu jednotlivých výrobců LTCC materiálů se liší a od toho se odvíjejí také základní vlastnosti vypáleného materiálu. Jako hlavní složka se uvádí keramická složka, kterou tvoří v drtivé většině případů oxid hlinitý (Al₂O₃) neboli korundová keramika v její krystalické alfa fázi.

Korundová keramika je také obecně hlavním používaným materiálem pro výrobu substrátů pro klasickou tlustovrstvou technologii. Tento materiál se vyznačuje dobrými mechanickými vlastnostmi, vysokou tepelnou vodivostí, nízkými dielektrickými ztrátami. V LTCC technologii slouží korundová keramika především jako plnivo, které je rovnoměrně rozprostřeno ve skelné tavenině. Skelná složka je tvořena nejčastěji borosilikátovým sklem, křemenným sklem a dalšími skelnými materiály. Tato složka má hlavní funkci jako pojivo keramických částic, skelná složka ale také slouží jako tavidlo během výpalu LTCC materiálů. Sklo, které tvoří hlavní pojivovou složku, musí mít dostatečně nízkou teplotu měknutí. Nízká teplota měknutí je důležitá především z hlediska použitých vodivých materiálů (stříbro, zlato) a také nízké energetické

náročnosti.

Zjednodušeně je proces formování LTCC mikrostruktury znázorněn na Obr. 1.3. Proces výpalu sklokeramického materiálu neboli zhuštění materiálu za zvýšené teploty sestává z rozpouštění skelné složky a uspořádání ostatních částic, precipitace a sintrace pevné fáze materiálu. Výběr skelné složky je velmi důležitý především proto, že na přechodu skelné složky do tekutého stavu pak záleží tok a mísení dalších složek. Keramické částice se taví a rozpouštějí pouze na povrchu, přičemž k tomuto jevu dochází vlivem interakce skelné taveniny s keramickým materiálem za zvýšené teploty. Celé keramické částice se netaví vzhledem k tomu, že je pouze povrch těchto částic v kontaktu s taveninou a keramický materiál má podstatně vyšší bod tání, než je běžně dosahován během procesu výpalu. V kompozitech skládajících se z kombinace skel a částic korundové keramiky může právě částečně natavený keramický materiál ovlivňovat krystalizační procesy v použitých sklech. [1,12]



Obr. 1.3: Procesy probíhající během výpalu LTCC materiálů [12]

Příprava LTCC materiálu začíná vhodnou volbou a kombinací keramického materiálu v práškové formě a skelné frity. Pro dosažení optimálních parametrů finálního substrátu je potřeba kontrolovat řadu parametrů již při přípravě těchto základních surovin ve formě prášku. Kontroluje se především velikost částic, jejich tvar, čistota základního materiálu, ale i chemické složení. V prvním kroku výroby základního materiálu jsou výchozí pevné látky rozemlety v kulovém mlýnu na částice o požadované velikosti, v řádu několika jednotek mikrometrů. Tyto dvě základní složky jsou dále míchány s dalšími organickými látkami (rozpouštědly, pojivy, plasticizéry, disperzanty a dalšími), které zaručují spojení předešlých dvou složek, zlepšení výrobního procesu a další úpravu výsledných vlastností nevypálené pásky jako jsou stálost v čase, ohebnost nebo mechanická pevnost. Pasta ze všech částí nevypálené pásky je míchána nejčastěji pomocí tříválcové míchačky, která je také kromě dalších aplikací používána pro míchání tlustovrstvých past určených pro sítotisk. Z takto připravené a promíchané výrobní směsi, je pak dalšími postupy vytvořena páska nevypáleného LTCC substrátu. [2]

Schématické zobrazení výrobního procesu nevypálené pásky LTCC materiálu je na Obr. 1.4. Metoda pro přípravu nevypálené pásky LTCC materiálu je v drtivé většině případů volena na principu "roll-to-roll". Jako nosná fólie je nejčastěji používána ~100 µm tlustá PET fólie. Metoda spočívá v odmotávání nosné fólie v místě aplikace výrobní směsi, a na straně druhé je pak zase na roli namotávána nosná fólie s již naneseným LTCC materiálem. Pro nanášení základního nevypáleného LTCC materiálu je použita technologie nanášení na nosnou fólii, která je využívána pro celou řadu výrobních procesů, ve kterých je potřeba nanést definovaně tlustou vrstvu materiálu na podkladní nosnou folii. Výška nanesené vrstvy je určena vzdáleností nože od nosné fólie. Materiál, který vytéká ze zásobníku, je tak oříznut na stanovenou tloušťku a dále zpracován. Tento materiál je pak unášen pohybem nosné fólie, nanesený materiál pak prochází horkovzdušnou pecí, kde dochází k sušení vrstvy na nosné fólii. Během zahřívání materiál opouštějí některé podpůrné organické materiály, především rozpouštědla, které byly do původní směsi přidány, právě kvůli tekutosti během výroby pásky. Po zasušení je na pásce označen směr, kterým byla páska nanášena. Směr, kterým je páska základního materiálu nanášena na podkladní materiál, v malé míře ovlivňuje během výpalu smrštění vrstev materiálu ve směru nanášení pásky a ve směru kolmém ke směru nanášení pásky. Během výpalu nastává rozdílné smrštění pásky pro oba směry, ve směru tažení pásky a ve směru kolmém, v řádech pouze desetin procent z celkového smrštění.



Obr. 1.4: Znázornění postupu výroby pásky pomocí metody nanášení na pásku [2]

Po nanesení a zasušení pásky základního materiálu je již páska připravena k použití a buď je ponechána namotaná na roli, nebo je dále dělena na přířezy o požadovaných velikostech, nejčastěji (127 x 127) mm² nebo (152 x 152) mm². Přehled základních typů LTCC materiálů od různých výrobců, společně s jejich základními vlastnostmi je uveden v Tab. 1.1.

LTCC základní materiál	DuPont 951	DuPont 9k7	Heraeus HL 2000	Heraeus CT 2000	ESL 41010	Ferro A6- M
Dielektrická konstanta @ 2–3 GHz	7.8	7,1	7,3	9,1	7,3	5,9
Ztrátový činitel @ 2-3 GHz	0,006	0,001	0,0026	0,002	0,0057	0,002
Elektrická pevnost [V/µm]	>39	44	17-23	>40	>72	>39
Smrštění v osách x–y [%]	12,7	9,1	0,2	10,6	13	15
Smrštění v ose z [%]	15	11,8	32-44	16	17	24
Tepelná vodivost [W/mK]	3	4,6	-	-	3	2
Koeficient teplotní délkové roztažnosti [ppm/K]	5,8	4,4	6,1	5,6	7	7

Tab. 1.1: Přehled vlastností základních typů LTCC materiálů [1,2,12,14,15,16,17]

1.1.2 Obrábění základního materiálu

Velmi důležitým krokem ve výrobě LTCC struktur je obrábění jednotlivých nevypálených pásek základního materiálu, vytváření prokovů a dalších funkčních struktur, jakou jsou nosníky nebo dutiny. Charakter základního materiálu, velmi tvrdé keramické částice a skelné částice dispergované v organickém pojivu, udává potřebu specifických metod pro obrábění.

Pro obrábění pásek základního materiálu se používají nejčastěji dvě hlavní metody, a to metoda mechanického ražení a laserové vrtání. Porovnání kvality otvorů vyrobených oběma metodami je znázorněno na Obr. 1.5. [2]



Obr. 1.5: Porovnání metod obrábění základních pásek LTCC a) mechanicky ražený otvor o průměru 100 μm b) mechanicky ražený otvor o průměru 50 μm c) pin pro vyražení otvoru d) laserem vrtaný otvor o průměru 100 μm e) laserem vrtaný otvor o průměru 50 μm f) celý nástroj pro ražení s vloženým pinem [2]

Mechanické ražení se provádí pomocí tvrzené kovové raznice požadovaného tvaru, jenž má pro vyražení otvoru tvar válce (označovaný jako pin). V definované vzdálenosti se pak nachází podkladní deska s otvorem pro tento pin. Na podkladní desku je potom umístěna páska základního materiálu a pomocí protlačení pinu skrz základní materiál je přebytečný materiál vytlačen do otvoru v podkladní matrici, která zároveň slouží jako mechanická podpora, aby nedocházelo k deformacím nevypálené pásky základního materiálu. Výhodou mechanického ražení je velmi vysoká průchodnost procesu, dobrá kvalita vyražených tvarů, relativně nízká nákladnost samotného procesu a malé množství generovaných nečistot během procesu ražení. Nevýhodou mechanického ražení je nutnost použití zvláštní raznice pro každý nový produkt, případně obměna raznice při změně geometrie dutin nebo dalších prvků v obvodu. Pro mechanické ražení prokovů je možné použít buď raznici s pouze jedním pinem, případně s jiným tvarem, nebo raznici s více piny nebo tvary pro vyražení. V případě použití raznice pouze s jedním pinem je nutno měnit pozici ražené pásky, kde se otvor vyrazí. V tomto případě je vyšší opotřebení razícího pinu a pro různé průměry otvorů je zapotřebí různých pinů. Proces je tedy do jisté míry variabilní, ale složitější obrazce s ním není možné vytvářet. Velké série výrobků je možné razit pomocí raznic s vyšším počtem pinů nebo dalších tvarů na raznici. Cena takové raznice je ale samozřejmě výrazně vyšší, a navíc je potřeba mít k dispozici vlastní sadu těchto raznic pro každou vrstvu a každý typ výrobku. [2,18,19]



Obr. 1.6: Příklad struktury řezané laserem a) návrh motivu b) motiv vytvořený v substrátu HL2000 c) motiv vytvořený v materiálu DP951 s optimalizovaným procesem řezání d), e), f) poškozená struktura vlivem špatně nastavených procesních [20]

Druhou hlavní metodou pro opracování nevypálených pásek LTCC materiálu je řezání pomocí laseru. Pro strukturování se používají dva základní principy posunu laserového svazku, a to buď vychylováním laserového svazku z jednoho místa nebo přímo posunem celé laserové hlavy, nebo také posunem stolku, na němž je umístěn řezaný vzorek. V minulosti byl hlavní problém laserového řezání dosažení dobré kvality hrany otvoru v důsledku teplotního ovlivnění okolí řezu, což bylo potlačeno kvalitou a typem použitého laseru. Příklad řezání dvou různých typů materiálů, HL2000 a DP951 pomocí laseru, včetně některých možných defektů vzniklých v průběhu strukturování je na znázorněn na Obr. 1.6. [19]

S nástupem nových technologií studené laserové ablace je tento jev do značné míry redukován. Dřív používané CO₂ lasery a pevnolátkové lasery s délkou pulzu maximálně v řádech nanosekund jsou postupně nahrazovány systémy s pevnolátkovými lasery s délkou pulsů od stovek pikosekund až po desítky femtosekund. S použitím ultrakrátkých laserových pulzů pak dochází pouze k fotoablaci materiálu a okolí řezu pak není tepelně ovlivněno. Další nespornou výhodou je značná redukce generovaných nečistot během obrábění materiálu. Výsledek řezání ultrakrátkými pulzy je pak řez s hladkou hranou a velmi přesně vyrobenou strukturou. Na Obr. 1.7 jsou zobrazeny snímky z optického mikroskopu, na kterých je pole otvorů o průměru 65 μm skrz 300 μm tlustý nevypálený LTCC základní materiál (Obr. 1.7 a) a obrobené nosné struktury o šířce 25 μm (Obr. 1.7 b). [21]



Obr. 1.7: Příklad jemných struktur řezaných pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy a) matice otvorů o průměru 65 μm b) jemné nosné struktury o tloušťce 25 μm

Další nespornou výhodou ultrakrátkých pulzů je možnost selektivního odstranění materiálu do požadované hloubky. Nevýhoda laserového řezání je pak větší časová náročnost samotného procesu a také vyšší pořizovací cena laseru. Z tohoto pohledu je použití laserového řezání výhodné pro speciální geometrie a pro prototypovou výrobu. [2,21]

1.1.3 Nanášení funkčních vrstev

Po strukturování nevypálených pásek následuje zpravidla nanášení funkčních vrstev, což se děje především s využitím tlustovrstvých technologií. V tomto případě záleží na návrhu konkrétního výrobku, zda se jedná o vícevrstvý elektronický obvod, senzor nebo mechanický prvek. Pokud jsou v návrhu prokovy, je potřeba nejdříve vyplnit vodivou tlustovrstvou pastou tyto prokovy. Každý materiálový systém daného výrobce obsahuje sadu vodivých past, řadu odporových past a v některých případech izolační nebo krycí materiál s nižší teplotou výpalu. Pro každý materiálový systém je žádoucí používat tlustovrstvé pasty doporučované výrobcem základního materiálu, protože je zapotřebí zaručit jednak materiálovou kompatibilitu jednotlivých funkčních částí, ale také kontrolovat změnu rozměrů během výpalu vhodnou volbou skelné složky tlustovrstvé pasty. Řada výrobců rozlišuje systémy tlustovrstvých past podle použitého základního kovu na systém past založený na stříbru nebo na zlatu. Dále jsou tyto základní materiálové systémy děleny na tlustovrstvé pasty vhodné pro výrobu vnitřních propojení, výrobu prokovů a pak pájitelné vrstvy nebo vrstvy vhodné pro kontaktování mikrodrátky. [2]

Prokovy v technologii LTCC substrátů mají vyplněný celý objem otvoru vodivým materiálem. Oproti prokovům v technologii DPS, kde má prokov většinou pouze na stěny nanesený vodivý materiál, poskytuje technologie LTCC také výhodu v podobě lepšího přenosu tepla. Pro plnění prokovů je použita tlustovrstvá pasta s vyšší viskozitou, aby nedocházelo k deformaci materiálu v prokovu po nanesení a celý

prokov byl spolehlivě vyplněn.

Pro vyplnění prokovů se používají dvě základní metody, tisk přes šablonu nebo tisk ze zásobníku. V obou případech je použita nerezová šablona s volnými aperturami v místech, kde jsou prokovy, které budou vyplněny. U šablonového tisku je nerezová šablona o tloušť ce kolem 150 µm upevněna na hliníkovém rámu a tlustovrstvá pasta pro výplň prokovů je natištěna obdobně jako při klasickém sítotisku. Vzhledem k tomu, že u nerezové šablony nedochází k průhybu při tisku jako u síta, je zařízení pro sítotisk nastaveno v kontaktním režimu tisku, to znamená, že je šablona přitisknuta na pásku základního materiálu.



Obr. 1.8: Příklady vytvořených prokovů a) prokov vytvořený pro odstínění šumu b) vzniklý defekt ve vytvořeném prokovu [22]

Při plnění prokovů ze zásobníku je na nerezovou šablonu nanesen materiál pro výplň prokovů v místech otevřených apertur šablony, přes tuto pastu je přiložen flexibilní gumový plát. Po vložení do zařízení pro plnění je šablona s pastou sesazena pomocí registračních pinů nebo kamerového systému a následně je na gumový plát aplikován tlak a materiál pro výplň prokovů je vytlačen do volných prostorů pod šablonou. Vytvořené prokovy jsou znázorněny na Obr. 1.8. Na Obr. 1.8 a) lze vidět příklad klasického prokovu skrz více vrstev a na Obr. 1.8 b) je příklad struktury FTTS (Full Tape Thickness Structure) s defektem v podobě praskliny způsobené příliš velkým objemem materiálu prokovu. [22]

Vytváření vodivých a odporových tlustovrstvých motivů na povrchu nebo uvnitř LTCC struktury se provádí obdobně jako u klasické tlustovrstvové technologie, nejčastěji pomocí sítotisku. Technologie sítotisku je velmi dobře známa z klasické tlustovrstvé technologie. Používá se kovových nebo plastových sít, na kterých je nanesena filmová emulze. V této emulzi je pomocí osvitu UV zářením vytvořena struktura tak, aby volná oka síta odpovídala požadovanému motivu na substrátu. Touto metodou je možné vytvářet tlustovrstvé motivy o rozlišení 150 µm čára / mezera. Při tisku samotné tlustovrstvé pasty je pak třeba brát do úvahy skutečnost, že tisk probíhá na flexibilní substrát a je potřeba přizpůsobit samotný proces a uchycení substrátu. Princip tisku je zobrazen na Obr. 1.9. Na Obr. 1.9 a) je zachycena výchozí pozice stěrky a síta, v tomto okamžiku je stěrka připravena k tisku. V následujícím kroku (Obr. 1.9 b)) dochází k přitlačení stěrky na substrát přes síto a stěrka se začíná pohybovat. Na Obr. 1.9 c) je již stěrka téměř na konci pohybu a tlustovrstvá pasta, která je protlačena skrz síto v počáteční fázi je přenesena na substrát. Po dokončení pohybu stěrky dochází k jejímu zvednutí a síto v celé své ploše odskočí od substrátu a dochází tak k vytvoření požadovaného motivu na substrátu.



Obr. 1.9: Princip sítotisku a) začátek pohybu stěrky b) přitlačení síta k substrátu c) protlačení tlustovrstvé pasty skrz volná oka síta [1]

Pro tisk motivů s velmi vysokým rozlišením čára/mezera, lze použít technologii tisku tlustovrstvých past s následným vyvoláním pomocí UV záření. Tato technologie je obdobou litografických procesů používaných pro výrobu křemíkových čipů nebo desek plošných spojů. Rozdíl oproti zmíněným litografickým metodám je v tom, že v případě technologií pro tlusté vrstvy je strukturován již finální materiál, který tvoří samotnou vodivou strukturu. V případě tlustovrstvé technologie je tento materiál natisknut, zasušen a následně vyvolán pomocí UV osvitu přes filmovou předlohu. Osvícený motiv je vyvolán pomocí zásaditého roztoku, nejčastěji uhličitanu sodného. Po opětovném zasušení vrstvy je možné již tento film vypálit, aby tak získal výsledné vlastnosti. Tento postup je použitelný jak na již vypálené základní substráty, tak i na motivy na nevypálené základní LTCC pásce. Příklad tlustovrstvého motivu na základním LTCC substrátu je zobrazen na Obr. 1.10. [23]



Obr. 1.10: Vytvořený motiv pomocí sítotisku se strukturováním expozicí a) pohled na celou strukturu b) detail vytvořené struktury s prokovy [23]

1.1.4 Sesazení a laminace vrstev

Velmi důležitým krokem v celém výrobním procesu je sesazení jednotlivých vrstev a jejich následná laminace. Sesazení vrstev je možné provádět buď pomocí mechanických zarážek, které jsou umístěny v laminační matrici, registračních pinů nebo pomocí optického sesazení. Zvolená metoda pro sesazení jednotlivých vrstev je také závislá na konkrétní použité metodě laminace. [24]

Metoda mechanických zarážek nebo registračních pinů má nespornou výhodu v její jednoduchosti a cenové nákladnosti řešení. Problém metody spočívá v nutnosti dodržet rovinnost ploch, jejich hladkost, průhyb a celkovou deformaci laminovaného přířezu v celé ploše. Zvláště u jemných struktur laminovaných v celých přířezech je třeba dbát zvýšené opatrnosti při laminaci nebo je nutné takovou strukturu opatřit podporami, které budou v dalších krocích po laminaci odstraněny. Výsledná přesnost je dána tolerancí umístění pinů nebo mechanických zarážek a přesností obrobení samotné nevypálené LTCC pásky. Po umístění jednotlivých pásek na sebe je potřeba sesazení zkontrolovat, aby se předešlo posunutí vrstev. [25]

Druhou metodou pro sesazení vrstev základního materiálu je použití strojového zobrazování, které je následováno částečnou laminací vrstev na sebe. Tato metoda je přesnější, spolehlivější a podstatně lépe ji lze automatizovat. Pomocí vakuového držáku je nejprve laminovaná vrstva uchycena, následně je pomocí dvojice kamer sesazena do správné pozice vzhledem k předchozí vrstvě a pak je za nižšího tlaku částečně laminována k této vrstvě. Sesazené vrstvy je pak potřeba k sobě laminovat a vytvořit tak dočasný kontakt před samotným výpalem celé struktury.

Metody laminace se dělí na několik typů podle rozložení působení tlaku, metody samotného spojení pásek, nebo jestli se laminace provádí i během samotného výpalu. Nejběžnější rozdělení laminace je podle směru působení laminační síly, na jednoosou laminaci a všesměrovou laminaci. Na Obr. 1.11 je jednoduše znázorněn rozdíl mezi základními dvěma metodami laminace. U jednoosé laminace působí síla pouze ve směru kolmém k ploše samotného substrátu. Proces jednoosé laminace probíhá

tak, že laminovaná struktura je vložena mezi dvě vyhřívané desky lisu, které následně tlačí proti sobě. Teplota laminace se pohybuje kolem 70 °C, teplota během laminace je důležitá především proto, že způsobí částečně měknutí základního materiálu a jednotlivé vrstvy se pak lépe propojí. Teplota ovšem nesmí být příliš vysoká, aby nedocházelo k deformaci laminované struktury. Tato metoda je nejběžnější a nejméně nákladná. Nedostatkem jednoosé laminace je nerovnoměrné rozložení teploty a velikost působícího tlaku na různé části struktury. Pokud struktura obsahuje povrchové nebo vnitřní dutiny, je potřeba přizpůsobit samotný laminační proces. [24,25]



Obr. 1.11: Porovnání laminačních metod a) jednoosá laminace b) všesměrová laminace [26]

V místě dutin není při jednoosé laminaci rovnoměrně rozložený tlak a nemusí dojít k dokonalé laminaci vrstev pod dutinou. Tvorbu vnitřních dutin je možné usnadnit procesem postupné neboli progresivní laminace. U metody progresivní laminace jsou nejprve laminovány vrstvy, které dutinu neobsahují a zvýší se tak pevnost nevypálené struktury a nedochází k deformacím struktury. Stejný postup je možné provést i pro struktury s vnější dutinou, kdy je nejdříve laminován spodek struktury a pak je dohromady laminován zbytek vrstev, které obsahují dutinu. U progresivní laminace je značná nevýhoda v navýšení počtů kroků během laminace a s tím spojená časová náročnost celého procesu. Pokud jsou vytvářeny povrchové dutiny, například u výroby pouzder, je použití všesměrové laminace velmi výhodné. [26,27]

Pro všesměrovou laminaci se používá vyhřívané tlakové nádoby naplněné vodou, do které se ponoří laminovaná struktura. Laminovaná struktura musí být nejprve sesazena a vakuově zabalena do tenké fólie, aby nedošlo k namočení laminované struktury. Při aplikaci tlaku se tlak rovnoměrně rozloží přes celou strukturu a tlak tak působí ve všech směrech stejně. Všesměrová laminace má tu výhodu, že poskytuje možnost laminování většího počtu výrobků v jednom kroku. Pokud se ve struktuře vyskytují vnitřní dutiny, je nutné zajistit jejich integritu, aby nedošlo ke kolapsu struktury dovnitř.

Zamezení deformace laminované struktury s velkým množstvím vnitřních dutin je možné zajistit pomocí dočasných výplní, které jsou buď během výpalu úplně odstraněny, nebo jsou odstraněny po výpalu leptáním nebo oplachem po výpalu. Pro dočasné výplně, které jsou odstraněny během výpalu a se používají výplně na bázi uhlíku s dalšími příměsemi. Uhlíková pasta je složena z uhlíkového prášku a pojivové organické složky, například z terpineolu, nebo dalších látek použitých v klasických tlustovrstvých pastách. Výplně, které jsou odstraňovány po procesu výpalu většinou na bázi minerálních látek, které mají teplotu tání vyšší, než je teplota výpalu. [28-30]



Obr. 1.12: Porovnání struktury mikrokanálku s nosníkem vytvořený různými způsoby laminace a) termokompresní laminace b) studená chemická laminace [31]

Existují také speciální metody laminace, jako je studená chemická laminace nebo asistovaná laminace za použití adhezní pásky a působení velmi nízkého tlaku. Tyto metody laminace se označují jako studená laminace, protože se provádějí za pokojové teploty. Proces studené laminace je používaný zřídka, ale jeho nespornou výhodou je zachování rozměrů struktury ve všech směrech. Další výhodou je velmi nízká míra deformace jemných a vnitřních struktur, případně struktur s rozdílnou výškou. Rozdíl v kvalitě laminace a deformace struktury pro různé použité metody laminace je dobře patrný vidět na Obr. 1.12, kde je zobrazena termokompresní a studená chemická laminace. [31-33]

1.1.5 Výpal LTCC substrátů

Po laminaci může následovat dělení celého laminovaného přířezu na jednotlivé výrobky, které budou pak vypalovány každý zvlášť. Dělení před výpalem se provádí zpravidla zahřátým nožem. Pro výpal LTCC materiálů se používají buď vsázkové pece nebo pece průběžné. U obou typů zařízení je potřeba zajistit nastavitelný teplotní profil, rovnoměrné rozložení teploty a možnost výpalu materiálů v atmosféře, například v inertní dusíkové. Vsázkové pece mají oproti průběžným výhody v podobě nízké pořizovací ceny a nízké náročnosti na prostor. Průběžné pece pro výpal jsou oproti vsázkovým prostorově velmi náročné, především kvůli délce samotného dopravníku. Také pořizovací cena průběžných pecí je vysoká, proto se hodí tyto pece spíše pro sériovou výrobu. [2]

Pro výpal LTCC materiálů se používají speciální porézní podložky. Tyto podložky

jsou většinou z porézní korundové keramiky, která má dostatečně vysoký bod tání, lze ji vyrobit s požadovanou drsností a její poréznost zaručuje dostatečný odvod zplodin. U podložek pro výpal je nutné zajistit dobrou rovinnost, hladkost a čistotu povrchu, protože LTCC materiál během výpalu měkne a podložku velmi dobře kopíruje. Délka vypalovacího profilu se pohybuje obvykle od 3 do 18 hodin, což záleží na typu vypalovaného materiálu, na tloušť ce samotné struktury, a také na případných přidaných materiálech jako jsou například dočasné výplně. Samotný průběh vypalovacího profilu se pak může lišit i při použití dalších podpůrných materiálů jako jsou tlustovrstvé pasty, dočasné výplně a další. Proces výpalu LTCC struktury se skládá z několika dílčích částí. [34]



Obr. 1.13: Výpal LTCC struktury a) vyhoření organických složek b) přechod na teplotu výpalu c) teplota výpalu struktury [34]

První část vypalovacího profilu se nazývá vyhoření, během této fáze výpalu roste teplota velmi rychle na 350 °C až 400 °C a následuje pak výdrž na dané teplotě. Během této fáze dochází k vyhoření organických složek základního materiálu (Obr. 1.13 a)). Podle jejich obsahu organických složek v základním materiálu. Po vyhoření podpůrných organických složek nastává další fáze náběhu na teplotu výpalu. Během této fáze je rychlostí náběhu teploty určena rychlost a velikost smrštění substrátu. Pro některé materiály je tato fáze ještě rozložena na dvě části, ve kterých dochází k částečnému přetavení skelné složky pásky s nižší teplotou tavení (Obr. 1.13 b)). Po fázi s náběhem na teplotu výpalu následuje výdrž na teplotě výpalu, při které dochází k finálnímu zhuštění materiálu (Obr. 1.13 c)). Během fáze výdrže na teplotě výpalu nastává konečné smrštění struktury. Poslední částí vypalovacího profilu je chladnutí struktury. [34]

Pro výpal speciálních struktur a struktur s dočasnými výplněmi existují další podmínky. Pokud probíhá výpal struktury, která obsahuje dočasné výplně, které se během výpalu odstraňují, je potřeba přizpůsobit průběh vypalovacího profilu.

Na Obr. 1.14 je příklad struktury vypalované s dočasnými výplněmi, která byla poškozena příliš rychlým náběhem teploty na teplotu vyhoření dočasné výplně. V důsledku nevhodně zvoleného gradientu teploty pak došlo k příliš rychlému uvolňování dočasné výplně a došlo k roztržení substrátu. Při použití dočasných výplní je vhodné znát termogravimetrickou křivku použité dočasné výplně. Z této křivky je možné určit teplotu, nebo rozmezí teplot, kdy dochází k uvolnění největšího množství plynů. Na základě těchto poznatků je možné volit rychlosti náběhů teplot a výdrže na těchto teplotách. [35-39]



Obr. 1.14: Substrát z LTCC materiálu poškozený během výpalu [35]

Mezi tyto operace patří především další tisk tlustovrstvových past, dělení přířezu na menší části, případně další opracování struktur.

1.1.6 Použití LTCC v optoelektronice

S ohledem na skutečnost, že tato práce bude zaměřena především na použití LTCC v oblasti optoelektroniky, je vhodné zmínit dosavadní aplikační možnosti v této oblasti. V současné době se pro optoelektronické aplikace materiál LTCC používá většinou pouze okrajově jako například pouzdro laserové diody nebo jako nosný substrát pro integraci optického vlákna v měřicím systému. [11]

Využití však není s použitím moderních LTCC materiálů omezeno pouze na pouzdření nebo jemné mechanické podpůrné konstrukce, ale i na oblast speciálních aplikací včetně senzoriky. Vhodnou kombinací materiálů LTCC a optoelektronických prvků a jejich uspořádáním, lze vytvářet struktury s unikátními vlastnostmi. [38]

Příkladem použití LTCC substrátu pro integraci optoelektronického systému je kompletní modul pro příjem a vysílání optického signálu přes optické vlákno, jehož celá elektronická část je integrována na vícevrstvém LTCC substrátu. Mechanické uspořádání základního substrátu je uzpůsobeno tak, aby bylo možné přímo navázat záření z VCSEL diody do optického vlákna. Toto řešení poskytuje řadu výhod, především integraci všech součástí do jediného systému. Pohled na takový systém je na Obr. 1.15. [40]


Obr. 1.15: Příklad systému s integrovanou elektronikou a optickou částí na jednom substrátu [40]

Další možnou aplikací LTCC substrátů je použití pro pouzdření optoelektronických komponent v náročných podmínkách. Optoelektronické komponenty májí většinou poměrně specifické požadavky na teplotní řízení, a to jak z pohledu chlazení, tak z pohledu zahřívání. Většina optoelektronických komponent vyžaduje pro svůj provoz stálou teplotu, která se při provozu například laserových diod značně mění a další požadavek je i na stálost teploty při měnících se okolních podmínkách. Proto je velice důležitý dobrý přestup tepla přes pouzdro, případně pokud je to nutné, použít aktivní chlazení. Příklad takového pouzdra je zobrazen na Obr. 1.16, kde je na levé části zobrazena vnitřní struktura chladicího systému (Obr. 1.16a) a na pravé straně je část výsledného pouzdra s umístěnou optoelektronickou součástkou (Obr. 1.16b). [11,41]



Obr. 1.16: Příklad realizace pouzdra pro optoelektronické součástky a) vnitřní struktura chladicích kanálků b) celkový pohled na pouzdro [41]

1.1.7 Použití LTCC v senzorických aplikacích

V posledních dvou desetiletích se prosazují senzory vyrobené v technologii LTCC, které nalézají uplatnění v mnoha aplikacích. Tyto senzory mají celou řadu výhod oproti konkurenčním řešením, ale zároveň je při jejich výrobě nutné vyřešit řadu technologických problémů a vyhnout se některým nástrahám.

Jednou z možných aplikací v oblasti senzorů je použití v mikrofluidních aplikacích. Toto použití je velmi výhodné především proto, že ve vnitřní struktuře je možné vytvořit velmi složité vnitřní uspořádání, jak je tomu vidět na Obr. 1.17. [42]



Obr. 1.17: Příklad vnitřního uspořádání mikrofluidních kanálků [42]

Takovéto uspořádání může sloužit například jako mixér pro následnou detekci pomocí absorpce optického záření nebo pomocí dalších detekčních metod. [43]



Obr. 1.18: LTCC modul s mikrokanálky pro měření biologických reakcí [44]

Použitím LTCC materiálů je možné také vytvořit komplexnější struktury pro mikrofluidní aplikace jako například víceúčelový modul pro měření v teplotně regulovaném systému, na Obr. 1.18, který je určen pro analýzu biologických reakcí s nízkou spotřebou analyzovaných vzorků. Modul obsahuje mikrokanály pro mixování kapalin, reakční kulovou komoru a další vstupy a výstupy pro kapaliny i elektrické a optické signály. V modulu jsou integrovány systémy pro měření pH, obsahu kyslíku, teploty, senzory jódu a měření absorpce optického signálu nebo fluorescence. Teplota celého modulu je regulována pomocí průtoku zahřáté kapaliny speciálními kanálky. [44] Další často měřenou fyzikální veličinou je tlak. V problematice LTCC keramických senzorů je možné realizovat různé konstrukce a principy pro měření tlaku, v dostupné literatuře je publikována celá řada vyrobených senzorů na různých principech počínaje použitím tenzometrů, piezoelektrických rezonátorů, kapacitního snímání a dalších.

Konstrukce tlakových senzorů na odporovém principu je zmíněna řadou autorů jako je Maeder [45,46], Zarnik [47]. Příklady kapacitních senzorů tlaku vyrobených v technologii LTCC zmiňuje například Belavič [48], další je možné uspořádání, které zmiňuje Li Qin [49]. Ten uvádí řešení měření tlaku na principu změny rezonanční frekvence LC obvodu, který je bezdrátově analyzován. V samotném těle LTCC senzoru je vytvořena dutina s deformovatelnou membránou, která tvoří kondenzátor. K tomuto kondenzátoru je připojena cívka, která zároveň slouží jako anténa. Schéma postupu výroby senzoru je na Obr. 1.19.



Obr. 1.19: Schéma postupu výroby bezdrátového senzoru tlaku [49]

Mezi další senzory, které je možné vyrobit technologií LTCC jsou i senzory zrychlení (Obr. 1.20). Tyto senzory jsou většinou založeny na piezorezistivním principu nebo jsou realizovány pomocí piezoelektrických materiálů. [50] Další možností je využití kapacitního principu, kdy je kondenzátor tvořen vzduchovou mezerou mezi substrátem a pohyblivou hmotou, která se vychyluje při zrychlení. [51]



Obr. 1.20: Vyrobený senzor zrychlení založený na piezorezistivním principu [50]

Výhodou použití LTCC materiálu pro tělo snímače je také možnost přímé integrace související vyhodnocovací elektroniky přímo na těle senzoru. Možné je tak v jednom výrobku realizovat vyhodnocovací elektroniku na vícevrstvém základním substrátu s čidlem. Příklad takové integrace je na Obr. 1.21. [27]



Obr. 1.21: Multisenzorový systém obsahující senzor tlaku, průtoku a teploty [26]

1.2 Omezení a technologické problémy LTCC

Mezi hlavní limitující faktory při výrobě přesných struktur z LTCC materiálů je především smrštění substrátu během výpalu. Již během návrhové části je třeba počítat se změnou rozměrů substrátu během výpalu struktury. Pokud by požadavek na výslednou přesnost struktury nebyl příliš vysoký a výsledný produkt bude správně funkční, není třeba zasahovat do výrobního procesu. Pokud je ale potřeba vyrobit danou strukturu s vysokou přesností, je potřeba dostatečně přesně definovat velikost změny rozměrů struktury. V současné době toto není možné nebo nejsou dostupné modely a principy pro přesnou predikci a definování velikosti změny rozměrů struktury po výpalu. Jistým příslibem pro budoucnost je vývoj nových materiálů s nulovou změnou rozměrů po výpalu struktury, jež by vyřešily jeden ze stěžejních problémů technologie LTCC.

Dalším problémem, který limituje využití LTCC, je obtížné vytváření jemných struktur z LTCC keramických pásek, například tenké mosty a nosníky, složitější meandry a další nosné struktury s funkční vrstvou.

2. CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

V oblasti použití keramických materiálů LTCC pro mechanické deformační členy je v současné době dostupné omezené množství informací, které nejsou dostačující pro výrobu struktur, a nezajišťují požadavky na zajištění potřebné přesnosti a spolehlivosti. Reprodukovatelnost a přesnost přípravy struktur je zde prioritou, která přímo souvisí s možným použitím v komerčně dostupném systému, který bude konkurenčně schopný oproti stávajícím technologiím, které jsou pro dané aplikace v současné době používány.

Disertační práce je zaměřena na studium postupů výroby přesných LTCC struktur, které budou použitelné v optoelektronických aplikacích, jako jsou například optické senzory neelektrických veličin (tlak, tah, zrychlení apod.). Přitom se očekává, že nové senzory budou spolehlivější a také ekonomicky příznivější oproti stávajícím provedením. Výroba takových struktur technologií LTCC vyžaduje dosažení definovaného a opakovatelného smrštění materiálu, případně vytvoření požadovaného předpětí ve struktuře při procesu výpalu. K tomu je nutné vytvoření modelu smrštění keramické struktury při aplikaci různých výrobních podmínek, jako jsou laminační parametry a různé zhuštění keramiky před výpalem a řada dalších výzkumných prací. Potom bude možné tyto metody a postupy využívat pro výrobu jemných struktur v LTCC keramice, které umožní realizaci deformačních struktur citlivých na fyzikální veličiny.

Přehledně lze cíle disertační práce shrnout do následujících bodů:

- 1. Charakterizace mechanických parametrů LTCC struktur pro různé výrobní podmínky.
- 2. Výzkum a analýza faktorů definujících technologický postup pro kontrolu rozměrů laminované struktury po výpalu, s nerovnoměrně aplikovaným tlakem na laminovanou strukturu.
- 3. Stanovení technologických postupů pro výrobu přesných deformačních struktur v technologii LTCC laserovým obráběním na základě výzkumu jednotlivých vlivů metodou optimalizace parametrů procesu.
- 4. Výzkum možnosti výroby jemných nosných a deformačních struktur v LTCC a tlusté vrstvě.
- 5. Návrh a vytvoření teoretického základu pro výrobu funkčních vzorků navržených pro konkrétní optoelektronické aplikace.

Souhrnně lze konstatovat, že finální teoretický výstup s obecnou platností je zaměřen na definování technologických postupů pro výrobu pasivních deformačních

členů na bázi LTCC materiálů. Přitom je kladen důraz na výzkum využitelnosti vlastností LTCC materiálů pro optoelektronické aplikace.

Praktickým výstupem je realizace prototypů vybraných optoelektronických aplikací, v nichž jsou uplatněny konkrétní nově definované výrobní postupy pro reálné struktury optických senzorů.

3. CHARAKTERIZACE VLASTNOSTÍ KOMERČNĚ DOSTUPNÝCH LTCC MATERIÁLŮ

Pro vytyčené cíle disertační práce je třeba znát detailně vlastnosti a možnosti použitých materiálů. Proto je kladen důraz na postupnou charakterizaci důležitých vlastností použitých materiálů a zkoumání jejich vhodnosti pro aplikace v oblasti senzorů fyzikálních veličin. Během řešení disertační práce bylo nutné provést řadu experimentů s LTCC materiály, jejichž cílem bylo zjistit dosud neznámé parametry a jejich spojitost s procesními podmínkami a ověřit tak vhodnost použití jednotlivých materiálů pro dané aplikace.

3.1 Použité technologie pro výrobu struktur

Výroba LTCC struktur je specifická s ohledem na použití částí technologických postupů z různých oblastí tlustovrstvé technologie, desek plošných spojů a dalších technologií. Pro výrobu experimentálních struktur bylo využito technologické vybavení umístěné v laboratoři Mikroelektronických technologií na Ústavu mikroelektroniky na Fakultě elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně. Dále bylo použito vybavení, firmy NETWORK GROUP, s.r.o., kde je zřízena linka pro výrobu mechanických částí z LTCC keramických materiálů.

Pro řezání nevypálených pásek základního materiálu bylo využíváno dvou obráběcích laserů. Pro první experimenty a aplikace, u kterých nebyla kritická přesnost a kvalita obrobení vzorků, byl použit trimovací laserový systém AUREL ALS300 se zdrojem záření Nd:YAG na vlnové délce 1026 nm s průměrným výkonem 25 W v pulzním režimu. Přesnější obrábění materiálů bylo prováděno na specializovaném pracovišti pro mikro-obrábění pomocí femtosekundových laserových pulsů na vlnových délkách 1026 nm a 513 nm s optickým výkonem 6 W pro 1026 nm, resp. 3 W pro 513 nm s frekvencí od 10 kHz až do 600 kHz. Tento laserový mikroobráběcí systém je vybaven sadou čoček a objektivů pro ostření laserového svazku dle aktuálních požadavků. Na Obr. 3.1 je v levé části celkový pohled na mikroobráběcí systém a v pravé části obrázku je detail na obráběný materiál, čočku, která zaostřuje optický svazek a také porézní kámen, přes který je přivedeno vakuu pro uchycení vzorku během obrábění.



Obr. 3.1: Pracoviště pro mikro-obrábění pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy firmy Network Group a) celkový pohled na pracoviště b) detailní pohled na obráběnou pásku základního materiálu

Pro laminaci substrátů byl využíván laminační lis s možností laminace celého přířezu keramického substrátu a s ohřevem spodní i vrchní části laminovaného vzorku, který je vyobrazen na Obr. 3.2. Maximální plocha laminovaného přířezu je (152,4 x 152,4) mm², což odpovídá velikosti přířezu základního materiálu Heraeus HL2000. Podle potřebných tlaků udávaných výrobcem pro laminaci materiálu to odpovídá laminační síle 230 kN na celou plochu přířezu. Pro materiál DuPont DP951 o ploše přířezu (127 x 127) mm² je tato hodnota dokonce ještě vyšší – 333 kN na celou plochu přířezu. Proto byl pořízen lis s maximálním zatížením 500 kN, aby bylo možné laminovat celé přířezy těchto materiálů.



Obr. 3.2: Hydraulický lis pro laminaci nevypálených LTCC materiálů firmy Network Group a) vyhřívané plochy lisu s vloženou matricí s laminovaným vzorkem b) regulace vyhřívání lisovacích ploch a zpětná vazba k řízení aplikované síly na laminovanou strukturu

Pro výpal LTCC struktur bylo použito vsázkových pecí na obou pracovištích, a to typů LAC LMH 26/850 a Carbolite FWR 1200. Obě tyto pece mají programovatelný teplotní profil o 99 krocích, což umožňuje jeho nastavení s dostatečnou přesností. Během výpalu je možné také přivést do vnitřního prostoru inertní atmosféru. Chlazení prostoru pece je v obou případech přirozené, to znamená, že vypalovací profil bude ve výsledku trvat delší dobu a chlazení struktury bude poměrně pomalé, především na nižších teplotách.

3.2 Základní charakterizace materiálových vlastností LTCC

Před použitím LTCC základního materiálu v některé z aplikací senzorů v praxi je potřeba ověřit vlastnosti jednotlivých materiálů, aby bylo možné správně určit vhodnost pro konkrétní zamýšlený účel daného typu senzoru. Vlastnosti jednotlivých keramických materiálů z dostupné literatury jsou shrnuty v kapitole 1.1.1. Ve stejné kapitole jsou dále obsaženy základní postupy používané při výrobě LTCC struktur. V průběhu řešení disertační práce byla řešena řada specifických aplikací, ve kterých byl použit LTCC materiál jako nosná struktura, deformační člen nebo senzorický prvek. V senzorických aplikacích, kde bylo třeba kombinovat výhodnost použití optovláknových senzorů spolu s možností zachování minimálních rozměrů, je možné použít nosné struktury z LTCC materiálů. Základním předpokladem použití je ovšem možnost výroby přesných, spolehlivých a dobře opracovatelných struktur se zachováním nízké výrobní složitosti. Pro přesnou výrobu miniaturních struktur je potřeba velmi důkladně prozkoumat závislost výsledných parametrů a rozměrů struktury na všech procesních parametrech s majoritním vlivem na výsledek. V další řadě aplikací bylo nalezeno nekonvenční řešení zadaného problému modifikací technologie LTCC a technologie tlustých vrstev. Požitím dočasných výplní s tlustovrstvými pastami je pak možné vytvářet unikátní struktury, které je možné použít v senzorických systémech.

Vzhledem k předpokládanému specifickému užití LTCC keramiky v jednotlivých aplikacích, bylo třeba provést doplňující testy pro ověření vhodnosti použití. Pro jednotlivé testy vhodnosti použití materiálů v oblasti optoelektroniky bylo využíváno zařízení Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií, tak i zařízení na dalších součástech VUT v Brně, a vybavení firem PROFIcomms, s.r.o. a Network Group, s.r.o.

3.2.1 Mechanické vlastnosti LTCC materiálů

Velmi důležitou vlastností LTCC materiálů pro konstrukci mechanicky namáhaných částí senzorů jsou jejich mechanické vlastnosti konkrétního typu základního materiálu. Mechanické vlastnosti LTCC materiálů nejsou ve většině případů příliš důkladně zkoumány nebo jsou často uváděny pouze okrajově. Ve většině případů je LTCC materiál použit jako substrát elektronického obvodu nebo jako pouzdro, v takovém případě postačí znát hodnoty mechanických konstant daného materiálu pouze přibližně. Mechanické vlastnosti daného materiálu jsou důležité především ve dvou hlavních aplikacích.

První aplikací LTCC materiálů je použití jako pouzdra pro elektronický obvod. U pouzdra pro elektrický systém lze očekávat především mechanické namáhání vlivem rozdílné teplotní roztažnosti materiálu pouzdra nebo součástky a substrátu, na který jsou připojovány. Popsaný typ namáhání je označován jako termomechanické namáhání, které působí především na spoje pouzdra, ale i na pouzdro samotné. Pokud je elektronické pouzdro uchyceno na krajích, potom při změně teplot a různých koeficientech teplotních roztažností pouzdra a substrátu, na který je pouzdro připevněno, dochází k vytvoření mechanického pnutí na základě vztahu uvedeného v rovnici [2]:

$$\varepsilon = (TCE_S - TCE_P) \Delta T \tag{3.1}$$

kde ε je poměrné prodloužení [-], TCE_S je teplotní koeficient délkové roztažnosti substrátu [ppm/°C], TCE_P je teplotní koeficient délkové roztažnosti pouzdra [ppm/°C] a ΔT je rozdíl maximální a minimální teploty použití [°C]. Na základě geometrických rozměrů a předpokládaných teplotních rozdílů je možné vypočítat mechanické pnutí vytvořené a jeho maximální hodnotu v daném místě. Nejvyšší hodnoty mechanického pnutí způsobené termomechanickým namáháním jsou v rozích pouzdra. Mechanické pnutí vytvořené v objemu pouzdra je možné vypočítat pomocí Hookova zákona uvedeného v rovnici [2]:

$$\sigma = \varepsilon E \tag{3.2}$$

kde σ je mechanické napětí v materiálu (spoji) [Pa/m] a *E* je Youngův modul pružnosti [Pa]. Pokud je celkové pnutí v materiálu vyšší, než hodnota pevnosti materiálu tak dojde k poškození pouzdra. Poškození se může projevit vznikem trhlin v materiálu. Postupem času se tyto trhliny rozšiřují, až do okamžiku, kdy může dojít k úplnému roztržení pouzdra. Při návrhu elektronického systému je důležité pro konkrétní aplikaci, použité materiály a rozsah pracovních teplot zajistit bezpečnou rezervu v možném termomechanickém zatížení, které souvisí s plánovanou životností pouzdra nebo senzoru v provozních podmínkách.

Druhou možnou aplikací LTCC materiálů je jejich použití jako deformačního elementu v senzorických aplikacích. V případě, že chceme použít LTCC substrát pro výrobu deformačních členů, je velmi vhodné kvantifikovat, pokud možno co nejpřesněji, mechanické vlastnosti daného materiálu při dodržení stanovených technologických postupů. Pokud chceme stanovit například velikost průhybu membrány při působení definovaného tlaku, můžeme na základě znalostí fyzických rozměrů, způsobu uchycení, typu materiálu a jeho mechanických vlastností tuto hodnotu vypočítat. Z těchto údajů pak vychází i možný maximální bezpečný průhyb membrány a její citlivost na změnu aplikovaného tlaku. Z rovnic (4.16) a (4.17) pro výpočet deformace tenké kruhové membrány uvedené v kapitole 4.2.1.2 je vidět, že je potřeba znát Youngův modul pružnosti a Poissonovu konstantu. Nejčastěji používaným parametrem pro určení mechanické deformace je právě Youngův modul pružnosti, Poissonova konstanta a mezní síla v tahu, případně mezní síla v ohybu.

V dostupných zdrojích jsou udávány parametry pro Youngův modul pružnosti, a další parametry jen velmi stručně a není možné většinou ani dohledat způsob testování a podmínky prováděných měření. Dále není zcela zřejmé, zda a případně jak se mechanické vlastnosti materiálu mění při různých výrobních podmínkách, například pokud během laminace aplikujeme různý tlak nebo použijeme vyšší teplotu, případně, pokud je celá struktura vypalována na vyšší vrcholové teplotě.

autor	materiál	Youngův modul pružnosti [Gpa]	Poissonova konstanta [-]	Pevnost v ohybu [Mpa]	Modul prasknutí [Mpa]
Barlow [2]	Alumina 96%	344	0,25	331	341
Yamanaka [1]	Alumina 96%	380	0,24	331	300
[1]Barlow	DP 951	152			320
[2]DuPont	DP 951	120	0,24	320	
[54] Lukacs	DP951			320	

Tab. 3.1: Tabulka vybraných mechanických veličin převzatých z různých literárních zdrojů

K testování mechanických vlastností se nejčastěji používá metoda zkoušky ohybem. Ke zkoušce v ohybu se použije mechanický prvek (hranol, nosník nebo tyč) o známých rozměrech, který se podepře dvěma vodorovnými břity v definované vzdálenosti. Po umístění příslušného závaží o známé hmotnosti na střed nosníku lze analyzovat průhyb ocelového nosníku. Je možné také použít vetknutý nosník a měřit průhyb na jeho volném konci. [19] Nejdříve se naměří geometrické rozměry nosníku. Na přesnost výsledku mají vliv hlavně vzdálenost mezi břity a výška ocelového nosníku, což je dáno vztahem uvedeným v rovnici (3.6).

Mechanické parametry materiálů jsou testovány nejčastěji tříbodovou nebo čtyřbodovou metodou ohybu nosníku, kdy je sledován průhyb materiálu o definované tloušťce při konstantní vzdálenosti opěrných bodů základny (L_m). Proti základně se pohybuje jedna nebo dvě podpory, které působí silou (F_m) na nosník. Schématické zobrazení principu obou zkoušek je uvedeno na Obr. 3.3.[52]



Obr. 3.3: Porovnání rozložení působící síly a momentu ohybu pro a) tříbodovou metodu a b) čtyřbodovou metodu testování ohybem materiálu [52]

Při porovnání obou metod testování je při použití čtyřbodové metody ovlivněna větší část objemu materiálu než u tříbodové metody a ve výsledku bude měřená hodnota síly v ohybu nižší, protože je vyšší pravděpodobnost výskytu defektu v ovlivněném objemu testované struktury. To v praxi znamená, že pro dosažení spolehlivějších výsledků z pohledu síly v ohybu daného materiálu je použití čtyřbodové metody výhodné především pro křehké materiály, jako je například keramika.

Z dostupných metod používaných pro testování mechanických vlastností byla vybrána čtyřbodová metoda. Pro metodiku testování a výrobu vzorků byly uvažovány dvě normy. První norma ASTM-C1161-13 "Standardní testovací metoda pro stanovení síly v ohybu pokročilých keramických materiálů za pokojové teploty" je zaměřena na testování keramických materiálů a měla by být vhodnější pro zvolenou aplikaci. Nicméně uvedená doporučení týkající se velikosti testovaných vzorků nejsou reálně dosažitelná s použitím technologie LTCC. Hlavní překážkou při výrobě vzorků by byl požadovaný poměr šířky vzorku k jeho tloušťce 4:3. Doporučené rozměry šířky vzorku

2 mm, 4 mm a 8 mm s odpovídající tloušťkou jsou obtížně vyrobitelné a spotřeba materiálu na takové testy by byla velmi vysoká.

Z výše uvedeného důvodu byla zvolena metoda obdobná, která popisuje testování kompozitních a elektroizolačních materiálů s vysokou pevností - ASTM-D790-03 "Standardní testovací metody pro určení vlastností v ohybu nevyztužených a vyztužených plastových a elektroizolačních materiálů". Testovací metoda uvedená v normě je používána pro zkoušky materiálů v ohybu, především plastové, plastové s výztužemi, kompozitní materiály a také elektroizolační materiály jako jsou keramické materiály. Testování se provádí se vzorky, které mají obdélníkový tvar. Tato testovací metoda je použitelná jak pro materiály se střední tuhostí, tak i pro tuhé materiály. Nicméně i tato metoda má své limity. Pro tento typ zkoušky není možné určit sílu v ohybu, pokud nedojde k povrchové prasklině v rozsahu 5 % tahového limitu síly jako je tomu v případě křivky c na Obr. 3.4. V uvedené normě jsou dvě testovací metody, z čehož metoda A je určena pro testování materiálů, které se poškodí při malé výchylce testovací aparatury a metoda B je určena pro testování materiálů, které se deformují podstatně více. Při použití metody A je možné zjišťovat vlastnosti materiálu v ohybu, především modul pružnosti, kdežto u metody B je možné určit pouze sílu v ohybu. [55,56]



Obr. 3.4: Typická křivka určující vztah mezi pnutím v ohybu a napětím v ohybu [55]

Podmínky pro testování:

- Rozteč podpor musí být minimálně v poměru 16:1 (pro vysokopevnostní materiály až 60:1) oproti tloušťce zkoušeného materiálu.
- Materiál je zkoušen, dokud nedojde k jeho prasknutí nebo pokud maximální napětí nedosáhne 5 %.
- Při použití metody A je materiál zatěžován mírou protažení

0,01 mm/mm/min (pro metodu B je hodnota 0,1 mm/mm/min).

- Minimální poloměr podpor musí být 3,2 mm, maximálně se může rovnat čtyřnásobku tloušťky testovaného vzorku.
- Minimálně 5 testovaných vzorků.
- Příprava vzorků (23 ± 2) °C a (50 ± 5) % po dobu 40 h.

Pro každé měření je použit vzorek, který ještě nebyl nijak zatěžován. U každého vzorku je měřena jeho šířka a tloušťka s přesností minimálně 0,003 mm pro vzorky s tloušťkou nižší než 2,54 mm ve středu vzorku. Dále jsou nastaveny podpěry testovaného vzorku s přesností na 1 % z rozteče a následně je měřena jejich vzdálenost s přesností do 0,3 mm. Nastavení rychlosti pohybu R_m [mm/min] je provedeno podle vzorce [56]:

$$R_m = \frac{Z_m \, L_m^2}{6 \, h_m} \tag{3.3}$$

kde L_m je rozteč podpor [mm], h_m je tloušťka nosníku [mm] a Z_m je rychlost aplikace mechanického napětí na vnější část nosníku [mm/mm/min]. V žádném případě se nesmí rychlost pohybu testovací podpory lišit o více než 10 % a je třeba se ujistit, že pohyblivá podpora je paralelní k podporám držící vzorek a podpora, která se pohybuje je na středu mezi dvěma spodními podporami.

Pokud je homogenní elastický materiál testován zkouškou ohybem jako jednoduchý nosník zatěžovaný uprostřed, maximální pnutí je generováno na opačné straně (spodní) zatíženého nosníku v jeho středu. Tuto zátěž σ_f na vnější straně testovaného nosníku je možné vypočítat v každém bodě testovací křivky pomocí rovnice [56]:

$$\sigma_f = \frac{3 F_m L_m}{2 b_m h_m^2}$$
(3.4)

kde F_m je zatížení v daném bodě křivky [N]a b_m je šířka testovaného nosníku [mm].

Ze získaných křivek je možné určit sílu v ohybu (σ_{fM}), která je popsána jako maximální pnutí, kterému je nosník vystaven, během testu a je možné jej vypočítat z rovnice (3.4) při dosažení maximální síly, která působila během zatěžování nosníku. Průběh vytvořeného pnutí ve vzorku v závislosti na jeho protažení je zobrazen na Obr. 3.4. Síla v ohybu keramických materiálů je závislá na odolnosti proti prasknutí materiálu a na velikosti a závažnosti nedokonalostí v samotné struktuře. Tím pak vzniká přirozený rozptyl hodnot získaných měřením.

Napětí v ohybu je způsobeno nominální změnou délky (ε_f) na vnější straně

testovaného vzorku, nejčastěji uprostřed, kde je vzorek maximálně zatížen a lze ji vypočítat rovnicí [56]:

$$\varepsilon_f = \frac{6 D_m h_m}{L_m^2} \tag{3.5}$$

kde je D_m je maximální velikost prohnutí ve středu nosníku [mm]. Modul pružnosti, přesněji tangenta průběhu modulu pružnosti, určuje potom poměr mezi pnutím a odpovídajícím napětím v oblasti elastické deformace daného materiálu. Modul pružnosti v ohybu E_B je vypočítán jako tangenta ke křivce v oblasti nejstrmějšího stoupání pomocí rovnice [56]:

$$E_B = \frac{L^3 m}{4 b d^3}$$
(3.6)

kde m je směrnice tangenty v oblasti nejvyšší strmosti křivky [N/mm].

Z důvodu ověření správnosti nastavení testovací aparatury byly použity nejprve vzorky se známým Youngovým modulem pružnosti. Jako referenční vzorky byly použity pásky korundové keramiky používané pro výrobu tlustovrstvých obvodů. Dle dostupných údajů od výrobce použitých substrátů (Elceram, s.r.o.) je síla v ohybu 376 Mpa. Pro použitý materiál se nejčastěji uvádí hodnota Youngova modulu pružnosti 320 Gpa. Velmi důležitým faktorem při určování Youngova modulu pružnosti podle normy ASTM D790-03 je dostatečně přesné určení rozměrů zkoumaného vzorku. Při použité metodice testování korundového vzorku o rozměrech: šířka vzorku 5 mm, výška vzorku 0,635 mm a rozteč podpor 33,1 mm, je možné očekávat chybu ve vypočítaném Youngovu modulu pružnosti \pm 3,5 Gpa, při chybě měření výšky vzorku \pm 1 µm, a chybu \pm 3,31 Gpa, při chybě měření šířky vzorku \pm 20 µm. Z výše uvedených skutečností plyne, že pro správné určení Youngova modulu pružnosti a měření případných vlivů na tuto vlastnost zkoumaných vzorků, je potřeba velmi precizní přípravy vzorků a přesného měření vyrobených vzorků.

Pro účely testování mechanických vlastností LTCC materiálů byla sestavena testovací sestava podle požadavků uvedených v normách pro testování odkazy na normy. Schéma měřicího systému je uvedeno na Obr. 3.5. Celé měření je řízeno a vyhodnocováno pomocí programu vytvořeného v prostředí LabView (National Instrument – NI). Analogové signály z použitého tenzometru jsou převáděny na digitální pomocí jednotky pro převod signálu (Data AQuisition unit – DAQ). Přesné řízení pohybu testovací aparatury a údaj o její poloze byl zajištěn pomocí řízení modulem XPS (Newport Corporation) s precizním posuvným stolkem XMS-100.



Obr. 3.5: Schéma měřicí sestavy pro testování mechanických vlastností LTCC

V Tab. 3.2 jsou uvedeny parametry jednotlivých výrobních kroků, které byly aplikovány během výroby vzorků pro měření mechanických parametrů jednotlivých LTCC materiálů. Měřeny byly základní LTCC materiály bez dalších přidaných vrstev (např. tlustovrstvých past). Všechny měřené vzorky v této kapitole byly zpracovány podle doporučení uvedených v technických listech výrobců. Měřeny byly dostupné materiály DuPont DP951, Heraeus HL2000 a CG Ceramtec.

Tab. 3.2: Výrobní parametry vzorků pro mechanické testování

Výrobní krok	Parametry procesu
Způsob řezání nevypálené pásky	Fs laser
	Vlnová délka: 1026 nm
	Vzdálenost ohniska: 40 mm
	Výkon: 3400 mW
	Rychlost: 30 mm/s
	Počet opakování: 6
Stabilizace nevypálené pásky	Horkovzdušná pec
	Teplota: 125/80/120 °C
	Čas: 30 minut
Laminace	Tlak: 20/10/15 Mpa
	Teplota: 60 °C
	Čas: 10 minut
Výpal	Profil: "DP951 "/"HL2000 "/"CG"
	Vrcholová teplota výpalu: 850/875/900 °C \mid
	Čas na vrcholové teplotě: 20 minut

Na Obr. 3.6 je uveden typický záznam z mechanického testování LTCC nosníků. V tomto záznamu je uvedena maximální měřená hodnota, ze které se dle rovnice (3.4) vypočítá síla testovaného materiálu v ohybu. Dále je červeně vyznačena oblast, ze které se počítá Youngův modul pružnosti v ohybu z rovnic (3.5) a (3.6).



Obr. 3.6: Záznam z mechanického testování LTCC nosníku

V normě ASTM D790-03 je stanoveno, že Youngův modul pružnosti je počítán z oblasti křivky v počátku zatížení, kde je strmost této křivky nejvyšší. Vypočítaný Youngův modul pružnosti je uveden v Tab. 3.3. Průběh měřeného zatížení nosníku (na Obr. 3.6) během samotné zkoušky odpovídá charakteru testovaného materiálu, tedy sklokeramického kompozitu s homogenním rozložením jednotlivých složek v celém objemu materiálu. [56]

	E [GPa]	SD _E [GPa]	σ [MPa]	SD _σ [MPa]
Elceram, 96% korundová keramika	325,67	16,29	375,40	11,80
DP951	119,47	0,87	231,89	17,11
HL2000	101,90	3,65	149,47	7,14
CG Ceramtec	105,98	2,51	204,61	27,60

Tab. 3.3: Porovnání mechanických vlastností použitých substrátů

Na základě změřených mechanických parametrů lze odhadnout vhodnost použití jednotlivých základních materiálů pro konkrétní aplikace. Pro aplikace s požadavkem na vysokou odolnost struktury na mechanické zatížení při zachování pružnosti materiálu (tlakové senzory) bude nejvhodnější použít materiál DP951.

3.2.2 Hermetické vlastnosti

Jedním z velmi důležitých parametrů, který by měl být sledován při výrobě speciálních obvodů a senzorů, je schopnost použitých materiálů zabránit průchodu plynných látek. Schopnost materiálu zabránit pronikání kapalných i plynných látek je důležitá také při použití v mikrofluidních aplikacích. Prostupnost materiálu je pak zkoumána především pro plynné látky, jako je vzduch, což bývá ve většině případů médium v okolí pouzdra nebo senzoru nebo další plyny použité jako inertní atmosféra v keramických pouzdrech. U tlakových senzorů, kdy nemusí být měřen tlak pouze plynných médií je také důležitá prostupnost pro kapaliny jako je voda nebo oleje. S tím souvisí i odolnost keramických materiálů vůči vlivům těchto látek, a to jak za pokojové, tak i za zvýšené teploty.

Pro testování netěsností a poréznosti materiálů existuje celá řada norem, které odlišují testování hermetičnosti struktury pro různá použití, například pro testování těsnosti pouzdra platí jiné normy a testovací postupy než pro testování hermetičnosti těsnění pro vysoké teploty nebo pro testování propustnosti plynu tenkou membránou.

3.2.2.1 Poréznost LTCC materiálů

Důležitý parametr určující propustnost materiálu je poréznost struktury keramických materiálů. Pro ověření poréznosti je možné použít standardní testovací metodu využívající hodnocení množství absorbované vody na povrchu zkoumaného materiálu. Zkoumána je hustota materiálu, poréznost na povrchu a hustota materiálu ovlivněná povrchovou porézností u výrobků vypalovaných z technické keramiky. Tato metoda je v souladu s normou pro testování ASTM-C373a. Norma popisuje postup pro testování keramických výrobků metodou ponořením do vody a měření její následné absorpce materiálem. [60] Pro testování je potřeba disponovat váhou s přesností 0,01 g pro měření vzorků o hmotnosti 50 g. Vzorky pro testování by měly být další povrchové úpravy s co největším povrchem pro absorpci vody. Všechny ostré hrany by měly být odstraněny a vzorek by neměl obsahovat žádné praskliny. Vzhledem k velikosti struktury pro testování by musel být jeden vzorek složen minimálně z 28 vrstev, což by znamenalo velmi vysokou spotřebu materiálu.

Dalším kritériem vhodnosti použití LTCC materiálů pro senzory tlaku je jejich povrchová poréznost. Na Obr. 3.7 jsou vyznačeny póry ve struktuře materiálu. Velikost těchto dutin se pohybuje v řádu jednotek mikrometrů. Jednotlivé oblasti s výskytem otevřených pórů byly analyzovány a vyznačeny pomocí programu ImageJ pro vyhodnocení a analýzu obrazu. Celková plocha otevřených pórů na obrázku je 2,5 %.



Obr. 3.7: LTCC materiál DP951 v řezu struktury po lomu s patrnými dutinami

3.2.2.2 Testování prostupnosti plynů LTCC strukturou

Pro testování hermetičnosti pouzder se uvádějí normy Mil-STD-883 Test Method 1014, ve kterých jsou uvedeny postupy vhodné pro testování. Metody, pomocí kterých jsme schopni měřit velmi malé průtoky plynů přes hermetické pouzdro jsou především sledování průniku helia (Cumulative Helium Leak Detection – CHLD), detekce Radioisotopu Kr-85 and optická metoda detekce netěsností (Optical Leak Detection - OLD). Těmito metodami je možné sledovat netěsnost pouzder s rychlostí průniku kolem 1.10⁻¹⁰ ml/s. Jednou z těchto metod je metoda testování pronikání sledovaného plynu z pouzdra. Pouzdro je pod tlakem naplněno a zatěsněno nebo je naplněno servisním otvorem, který je následně uzavřen. Plynem použitým pro testování bývá většinou helium a měří se rychlost jakou uniká z pouzdra. Rychlost úniku hélia z pouzdra je pak vyjádřeno pomocí Howl-Mannovi rovnice [61]:

$$R_{L} = \frac{\sqrt{\frac{M_{a}}{M}} L_{R} P_{e}}{P_{0}} \left[1 - e^{-\frac{\sqrt{\frac{M_{a}}{M}} L_{R}}{P_{0} V} t_{1}} \right] e^{-\frac{\sqrt{\frac{M_{a}}{M}} L_{R}}{P_{0} V} t_{2}}$$
(3.7)

kde R_L je měřená rychlost úniku signálního plynu [atm·ml/s], M_a je molekulární hmotnost vzduchu [g/mol], M je molekulární hmotnost sledovaného plynu [g/mol], L_R

je ekvivalentní standardní rychlost úniku [atm \cdot ml/s], P_e je tlak sledovaného plynu [atm], P_0 je atmosférický tlak [atm], V je vnitřní objem zařízení / dutiny [ml], t_1 je čas, po který je vystaveno testované zařízení tlaku P_e [s] a t_2 je čas, za který je detekován únik po vystavení tlaku [s]. Ve zmíněné normě je pak udáván maximální přípustný únik plynu za daný časový úsek z pouzdra o daném objemu, aby mohlo být pouzdro považováno za hermetické. Rychlost, s jakou uniká helium z pouzdra při testování je pak přepočítáváno na ekvivalent úniku vzduchu. [61]

Praktické aplikace, které jsou v rámci experimentální části uvedeny, vyžadují, především v oblasti tlakových senzorů, neprostupnost struktury pro vzduch a další plynná nebo kapalná média. Použití epoxidových a dalších organických materiálů během výroby optických senzorů tlaku je potřeba řádně ověřit. Z problematiky v oblasti pouzdření je známý fakt, že polymerní materiály jako jsou silikony nebo epoxidy neposkytují hermetickou ochranu pouzdra, a definují se jako pouzdra nehermetická. Tato pouzdra poskytují sice zvýšenou odolnost proti průniku vlhkosti, ale jejímu pronikání dlouhodobě nezabrání.

Existuje řada metod pro zjišťování prostupu vlhkosti do pouzdra. Například pomocí měření přírůstu hmotnosti pouzdra po vystavení vlhkosti, termo-gravimetrická analýza nebo výpočet difúzního koeficientu. Při použití polymerních materiálů pro pouzdření je třeba mít na paměti, že se vlhkost nešíří pouze po netěsnostech, ale také podél rozhraní materiálů a také saturuje samotný materiál pouzdra.

Pro účely měření těsnosti LTCC substrátů byla vybrána jako referenční měřicí metoda měření rychlosti prostupu kyslíku (Oxigen Transmission Rate - OTR). Touto metodou je měřeno množství kyslíku, který pronikne membránou, která je v aparatuře umístěna. [62]



Obr. 3.8: Schéma aparatury pro měření rychlosti prostupu kyslíku přes LTCC [62]

Veškerá měření na této aparatuře probíhala na Fakultě chemické VUT v Brně. Měřeny byly dva základní materiály Heraeus HL2000 a DuPont DP951. Tyto materiály byly testovány na prostupnost vzduchu v různých tloušť kách vzorků.

Výrobní krok	Parametry procesu
Použitý základní materiál	HL2000 / DP951
Způsob řezání nevypálené pásky	ns laser Nd:YAG
	Vlnová délka: 1064 nm
	Vzdálenost ohniska: 100 mm
	Výkon: 10 W
	Rychlost: 3 mm/s
	Počet opakování: 4
Zasušení nevypálené pásky	Horkovzdušná pec
	<i>Teplota:</i> 80 / 125 °C
	Čas: 30 minut
Použitá pasta pro vyplnění prokovů	TC3008 / DP6142
Laminace	Tlak: 10 / 20 MPa
	<i>Teplota: 60 °C</i>
	Čas: 10 minut
Výpal	Profil "HL2000" / "DP951"
	Vrcholová teplota výpalu: 850 °C
	Čas na vrcholové teplotě: 20 minut

Tab. 3.4: Výrobní parametry vzorků pro testování hermetičnosti

Výsledky měření hermetičnosti struktury samotných keramických struktury byly omezeny do jisté míry přesností měření použité aparatury. Z provedených experimentů byly získány údaje potřebné pro správný návrh a použití LTCC základního materiálu v senzorických aplikacích. Pro materiál HL 2000 se ukázalo, že tloušťka potřebná pro dosažení rychlosti prostupu kyslíku, která již nebyla použitou aparaturou měřitelná, odpovídá čtyřem vrstvám keramického materiálu, ~448 µm. Rychlost prostupu kyslíku přes materiál HL2000 souvisí s vnitřní strukturou tohoto materiálu. Speciální vnitřní uspořádání základní pásky ze tří různých vrstev materiálu sice způsobuje netěsnost, ale také zaručuje téměř nulové smrštění v osách X, Y základního substrátu během výpalu.

Pro materiál DP 951 je pro dosažení stejné rychlosti prostupu kyslíku zapotřebí pouze jedna vrstva materiálu, ~100 µm. Z těchto výsledků tedy plyne, že je materiál DP951 podstatně lépe využitelný pro konstrukci tlakových senzorů a dalších struktury, kde je vyžadována hermetičnost. Během provedených experimentů byl měřen prostup kyslíku s přítomnými propojeními tlustovrstvou pastou mezi jednotlivými vrstvami ve struktuře keramického materiálu. Pro takový případ, který může nastat především při integraci vyhodnocovací elektroniky a samotného senzoru na jednom

substrátu, je potřeba zajistit dostatečnou těsnost i těchto propojení. Za tímto účelem byla vyrobena sada vzorků, která obsahovala různé množství prokovů na jednotku plochy. Vzorky byly složeny ze čtyř vrstev základních pásek a v matici byly vytvořeny prokovy vyplněné tlustovrstvou pastou.

Ze získaných výsledků je patrné, že použití LTCC materiálů, je vhodné jak pro hermetické pouzdření, tak i pro konstrukci tlakových senzorů. V dalších experimentech bude již pro konstrukci tlakových senzorů používán pouze základní materiál DP951 vzhledem k tomu, že z hlediska požadavků na těsnost dosahuje podstatně lepších výsledků než jiné typy základních LTCC materiálů. Z naměřených výsledků pak plyne i teoretická rychlost prostupu kyslíku, případně dalších plynů pro jednu vrstvu vypáleného základního materiálu DP951 o tloušť ce ~100 µm a průměru membrány 5 mm na 2.10⁻¹¹ cm³.s⁻¹při rozdílu tlaku 100 kPa. Podrobnosti k uvedeným výrobním postupům, testům a měřením jsou uvedeny v publikacích [62] a [64].

3.2.3 Teplotní odolnost

Pro zkoušky teplotní odolnosti LTCC základních materiálů byly využívány především vysokoteplotní pece LAC LMH a Carbolite FWH-1200. Úvodní testy teplotní odolnosti ukázaly, že teplota samotná není hlavní limitující faktor, největší problémy v integritě struktury působí teplotní šoky.

V dostupných zdrojích norem byly nalezeny metody pro testování teplotní závislosti mechanických parametrů LTCC materiálů. Tyto metody testování zahrnují metodu DMA (Dynamic Mechanical Analysis). Principem této metody je natahování zkoušeného vzorku, který je uchycen na obou koncích pomocí svorek. Celá sestava je pak během zkoušení zahřívána, a přitom je sledován vliv teploty na mechanické vlastnosti zkoušeného materiálu.

Z dostupných metod pro testování použitelnosti materiálu LTCC za vysokých teplot byla zvolena metoda stanovení teplotní odolnosti materiálu šokovým chlazením ve vodní lázni. Testované vzorky jsou zahřáty na definovanou teplotu a následně jsou chlazeny ponořením do vodní lázně o pokojové teplotě. Kritická hranice pro stanovení odolnosti proti teplotnímu šoku je určena na základě snížení průměrné síly v ohybu o 30 %. Postup zkoušení probíhal dle požadavků normy ASTM C1525-04 – "Standard Test Method for Determination of Thermal Shock Resistance for Advanced Ceramics by Water Quenching". Zkouška spočívá ve vystavení testovaného materiálu určité teplotě s následným šokovým chlazením. Chlazení probíhá ve vodní lázni. Jednou z podmínek pro testování je, aby se během chlazení testovaných vzorků chladící lázeň nezahřála o více jak 1 °C. V případě prováděných testů byla použita nádoba o celkovém objemu 101 vody. Dle výpočtu z kalorimetrické rovnice by bylo dostačující i množství vody 0,51 pro chlazení zkoušených keramických vzorků o počáteční teplotě 800 °C. Výrobní parametry zkoušených vzorků jsou uvedeny v Tab. 3.5 a rozměry vzorků jsou

shodné s rozměry vzorků pro ostatní mechanické testy. [65]

Výrobní krok	Parametry procesu
Způsob řezání nevypálené pásky	Fs laser Yb:KGW
	Vlnová délka: 1026 nm
	Vzdálenost ohniska: 40 mm
	Výkon: 3400 mW
	Rychlost: 30 mm/s
	Počet opakování: 6
Zasušení nevypálené pásky	Horkovzdušná pec
	Teplota: 125 °C
	Čas: 30 minut
Laminace	Tlak: 15 MPa
	Teplota: 60 °C
	Čas: 10 minut
Výpal	Profil "DP951_mech_06"
	Vrcholová teplota výpalu: 875 °C
	Čas na vrcholové teplotě: 30 minut

Tab. 3.5: Procesní podmínky vyrobených vzorků pro testování vlivu teplotního šoku na sílu

Tato zkouška ukazuje na schopnost základních LTCC materiálů vydržet pnutí v objemu materiálu, které je způsobené rychlou změnou teploty. Odolnost proti teplotnímu šoku je měřena stanovením ztráty síly v ohybu oproti vzorkům, které nebyly teplotně namáhány. Přemístění vzorku z vyhřáté vysokoteplotní pece by nemělo trvat déle než 5 s. Voda, ve které probíhá chlazení, by měla mít pokojovou teplotu a pro různé běhy testu by se její teplot neměla měnit z důvodu zachování stejných podmínek testování. Zahřívání vzorku musí probíhat s přesností lepší než ± 5 °C a může být použita vzduchová atmosféra. Přesnost zatížení během mechanických testů musí být vyšší něž ± 1 %. Vzorky by měly být sušeny před a po vytažení z vodní lázně za teploty 120 °C, aby byla odstraněna veškerá vlhkost. Z hlediska požadavků na rozměry byly voleny rozměry vlastní. Minimální počet vzorků bez vystavení teplotním šokům by měl být deset, celkový počet testovaných vzorků by měl být minimálně třicet, pro každou teplotu minimálně pět.

Pro měření síly v ohybu po vystavení vzorku teplotnímu šoku bylo vyrobeno pět vzorků pro každou testovanou teplotu. Z grafu uvedeného na Obr. 3.9 lze odvodit kritický teplotní rozdíl. Kritický teplotní rozdíl, ΔT_c , je rozdíl teploty vzorku před šokovým chlazením a teploty vodní lázně za pokojové teploty, který způsobí 30% pokles průměrné síly v ohybu. Dle měřených dat s následným proložením křivkou byla vypočítána hodnota kritického teplotního rozdílu 325 °C.



Obr. 3.9: Závislost měřené síly v ohybu LTCC vzorků DP951 v závislosti na velikosti rozdílu při šokovém chlazení

3.2.4 Zhodnocení dosažených výsledků

V první kapitole byly zkoumány, analyzovány a měřeny základní materiálové vlastnosti důležité pro použití LTCC materiálů v senzorických aplikacích. Mechanické vlastnosti jsou důležité především v aplikacích, kde je LTCC materiál použit jako deformační člen. Ukázalo se, že mechanické vlastnosti jednotlivých základních materiálů se značně lišily. Testovací metoda byla zvolena čtyř bodová metoda ohybu nosníku, která vyházela z normy ASTM D790-03. Jako nejvhodnější materiál pro deformační členy, jako jsou membrány, byl vyhodnocen na základě testů materiál DP951 s hodnotou Youngova modulu pružnosti ~120 GPa a hodnotou síly v ohybu ~230 MPa pro testované struktury. Hodnoty pro další testované materiály jsou uvedeny v Tab. 3.3. Další zkoumaná vlastnost materiálu byla propustnost pro plyny a poréznost. Poréznost materiálu DP951 byla vyhodnocena na 2,5 %, výsledek měření je zobrazen na Obr. 3.7. Propustnost pro plyny byla měřena metodou OTR a pro dosažení prostupnosti, která již nebyla měřitelná použitou aparaturou, bylo potřeba použít čtyři vrstvy základního materiálu Heraeus HL2000 nebo jednu vrstvu DuPont DP951. Další zkoumanou vlastností LTCC materiálu byla jeho odolnost na teplotní šoky a změna vlastností po vystavení dalším tepelným procesům. Testování bylo prováděno pouze pro materiál DuPont DP951 podle normy ASTM C1525-04. Kritický rozdíl teplot během šokového chlazení, při kterém poklesla síla materiálu v ohybu o 30 %, byl stanoven na 325 °C. Výsledky jednotlivých pokusů jsou uvedeny v grafu na Obr. 3.9, kde je vyznačena hranice překročení kritického rozdílu teplot při šokovém chlazení.

3.3 Změna vlastností LTCC materiálu po zpracování

Pro keramické materiály LTCC a HTCC je typická změna rozměrů v průběhu výpalu struktury. Během výpalu struktury je za pomocí vysoké teploty odstraňován organický materiál, který je přítomný v pásce během výroby a zpracování. Tyto organické složky plní svou funkci pouze během předchozích operací a po výpalu je požadováno jejich kompletní odstranění. Proto jsou pro různé typy LTCC pásek od různých výrobců doporučeny odlišné profily s různým gradientem teploty a různými dobami prodlev na cílových teplotách, protože každý výrobce používá odlišné organické složky, které mají různé teploty degradace a lze je odstranit (vypálit) při různém působení teplot. Organické složky je ale nutné odstranit před přetavením skelné složky a před formováním samotné struktury, aby nedocházelo k defektům jako je delaminace nebo zhoršení mechanických vlastností vypálené struktury. Částečně je možné kvalitu vypálené struktury posoudit podle změny hustoty materiálu.

Hlavními faktory uváděnými v dostupné literatuře [67-70] ovlivňující výslednou velikost smrštění jsou:

- Teplota během laminace
- Tlak během laminace
- Teplota výpalu
- Doba výdrže na vrcholové teplotě

Mezi další faktory ovlivňující změnu rozměrů LTCC struktury po výpalu patří:

- Metoda skladování pásek
- Metoda odstranění nosné fólie
- Teplotní stabilizace nevypálených pásek
- Natočení jednotlivých vrstev
- Čas laminace
- Další parametry vypalovacího profilu

3.3.1 Změny rozměrů vypálené LTCC struktury

Jednou ze stěžejních částí této práce je přesná kontrola rozměrů výsledné LTCC struktury. Poznatky získané z těchto experimentů slouží k přímé aplikaci v praxi na konkrétních senzorech pro měření fyzikálních veličin.

Změnu rozměrů je potřeba sledovat jak v podélném směru, osa X a Y, i v ose kolmé na plochu základní pásky, v ose Z. Změna rozměrů po výpalu v podélném směru je problematická především při sesazení jednotlivých mechanických částí a jejich návaznosti. V ose Z je důležité zachování navržených rozměrů například při sesazování optických vláken nebo při návrhu mechanických vlastností deformačních struktur.

Pro doporučované parametry výpalu výrobcem základní pásky DP951 (20 MPa, 60 °C, 850 °C, 30 min) byla změřena změna rozměrů v osách X, Y 12,54 %. Měřená struktura byla tvořena z dvaceti vrstev se střídavou orientací základních pásek, aby nedošlo k nerovnoměrnému smrštění v ose X nebo Y.

3.3.1.1 Metody testování změny rozměrů

Prvním krokem je návrh testovací struktury, na které bude možné zkoumat vliv procesních parametrů na výslednou změnu rozměrů vypálené struktury a její mechanické vlastnosti. V případě struktury pro testování mechanických vlastností je vhodné použití obdélníkového tvaru, aby bylo možné strukturu umístit do zařízení pro testování mechanických vlastností čtyř bodovou metodou. Vzhledem k tomu, že je rozpětí podpor testovacího zařízení 40 mm, je možné umístit kontrolní struktury na povrch vyráběných struktur na jejích krajích mimo působení mechanického pnutí během dalších testů. Pomocí femto-sekundového laseru byly na povrchu základní pásky vytvořeny mřížky pro měření změny rozměrů. Tyto mřížkové struktury jsou vidět na krajích modelu testovacího vzorku na Obr. 3.10. Rozteč jednotlivých čar je 1 mm v laminované struktuře a hloubka čáry je 20 µm. Hloubka čáry nesmí být příliš velká, aby nedošlo k ovlivnění chování testovací struktury, ale zároveň je potřeba, aby bylo možné pomocí optického mikroskopu analyzovat změnu rozteče této mřížky. Stejnou metodou jsou pak označeny další vzorky, které jsou určeny pro analýzu chování základních pásek po výpalu v případě mnohonásobné laminace s tenkou membránou umístěnou uprostřed struktury. U testovacích struktur, kde je část s membránou je potřeba zjistit, jak se mění smrštění jednotlivých částí s různými podmínkami během procesu laminace a jak tato změna rozměrů ovlivňuje výslednou kvalitu membrány.



Obr. 3.10: Model struktury pro ověření změny rozměr po výpalu

Procesní parametry řezání pomocí femtosekundového laseru vzorků pro testování velikosti změny jsou uvedeny v Tab. 3.7. Velikost změny rozměrů mřížky byla měřena pomocí optického mikroskopu Olympus BX41. Pro ověření byly všechny vzorky přeměřeny digitálním mikrometrem a digitálním posuvným měřítkem. Měření změny

rozměrů v ose Z bylo prováděno pomocí digitálního mikrometru s přesností měřeného rozměru 1 µm. Měření podélných rozměrů struktur bylo do jisté míry závislé na přesnosti sesazení struktury a bylo potřeba vyřadit výsledky s příliš velkou odchylkou měřené hodnoty z důvodu chybného sesazení vrstev. K největší chybě měření docházelo při měření nejdelšího z rozměrů, osa X, kde vzhledem k měřené délce muselo být použito posuvné měřítko a také je nejobtížnější správně sesadit jednotlivé pásky v tomto podélném směru. V případě sesazení jednotlivých pásek platí, že čím má struktura menší rozměr, tím je možné tuto strukturu lépe sesadit. Tento fakt je dán především tím, že při posunu jednotlivých vrstev po sobě během sesazení dochází v nižšímu tření, pokud je sesazovaná struktura menší. Dalším problém může nastat v případě, že během sesazení používáme chemikálie pro dočasné spojení jednotlivých základních pásek. Pásky s aplikovaným rozpouštědlem je nutné sesadit rychle, aby nedošlo k jejich částečnému spojení, které pak zabraňuje jejich vzájemnému pohybu. Dočasné spojení základních pásek je pak velmi výhodné během další manipulace se sesazenou strukturou určenou pro laminaci.

3.3.1.2 Změna rozměrů struktury v závislosti na procesních parametrech

Hustota a velikost změny rozměru struktury po výpalu je závislá na složení výchozího materiálu a velikosti keramických částic. Při výpalu LTCC materiálu dochází k tavení skelné složky, což je klíčový mechanismus, kdy sklo proniká do třírozměrné struktury vytvořené keramickými částicemi a smáčí tak celý povrch keramických částic tekutým skelným materiálem. Proto pro zvýšení hustoty po výpalu LTCC materiálů je potřeba kontrolovat bod měknutí použitých skel, jejich celkový objem a velikost částic pro zvýšení jejich toku. [1] Během výroby LTCC substrátů dochází během výpalu ke změně fyzických rozměrů struktury, respektive k jejímu smrštění ve všech směrech. Velikost změny rozměrů struktury není ve všech směrech stejná, především smrštění ve směru osy Z, určující výslednou tloušťku substrátu, je výrazně jiné než ve směrech podélných.

Testování probíhalo metodou redukované faktorové analýzy za použití Taguchiho metody. [66] Parametry zvolené pro variaci výrobního procesu vycházejí z předešlého studia dostupných článků, které zmiňují parametry nejvíce ovlivňující sledované parametry. Hlavní výrobní parametry ovlivňující změnu rozměrů struktury po výpalu jsou teplota (T_{lam}) a tlak (P_{lam}) během procesu laminace. [67-70] Variabilní parametry během výpalu struktury jsou maximální teplota výpalu (T_{vyp}) a doba na této maximální teplotě (t_{peak}). Parametry a jejich hodnoty jsou uvedeny v Tab. 3.6. Důležitým parametrem ovlivňujícím změnu rozměrů pásky je její orientace ve vypalované struktuře vzhledem ke směru, ve kterém byla orientována během procesu výroby (nanášení procesní hmoty na nosnou fólii).

	Proměnné parametry				
Pořadí	Lam	inace	Výpal		
experimentu	P _{lam} [MPa]	T _{lam} [°C]	T _{vyp} [°C]	t _{peak} [min]	
1	10	50	850	30	
2	10	60	875	60	
3	10	70	900	90	
4	15	50	900	60	
5	15	60	850	90	
6	15	70	875	30	
7	20	50	875	90	
8	20	60	900	30	
9	20	70	850	60	

Tab. 3.6: Parametry pro redukovanou faktorovou analýzu.

Laminační metoda použitá pro všechny variace následujícího experimentu byla termokompresní jednoosá laminace. Další procesní parametry použité pro výrobu vzorků použitých během experimentu jsou uvedeny v Tab. 3.7.

Tab. 3.7: Výrobní parametry pro testování	vlivu procesních parametrů na změny rozměrů
a mechanické vlastnosti	

Výrobní krok	Parametry procesu		
Způsob řezání nevypálené pásky	Fs laser Yb:KGW		
	Vlnová délka: 1026 nm		
	Vzdálenost ohniska: 40 mm		
	Výkon: 3400 mW		
	Rychlost: 30 mm/s		
	Počet opakování: 6		
Zasušení nevypálené pásky	Horkovzdušná pec		
	Teplota: 125 °C		
	Čas: 30 minut		
Laminace	Tlak: 10-40 MPa		
	Teplota: 50-70 °C		
	Čas: 10 minut		
Výpal	Profil "DP951_mech_0X"		
	Vrcholová teplota výpalu: 850-900 °C		
	Čas na vrcholové teplotě: 30-90 minut		

V rámci analýzy chování LTCC materiálů byly také vyrobeny vzorky metodou studené chemické laminace (Cold Chemical Lamination - CCL). Tato metoda spočívá v aplikaci chemického rozpouštědla, které naruší povrch základní pásky a po sesazení a aplikaci velmi nízkého tlaku dojde ke spojení narušených pásek. Tento způsob laminace je možné použít pro výrobu složitých struktur, které by se mohly deformovat nebo následně delaminovat zvýšenou teplotou a nerovnoměrně rozloženým tlakem. Vyrobené vzorky metodou CCL také posloužily jako reference pro zjištění velikosti změny rozměrů základní pásky, která nebyla během laminace zatížena teplotou ani tlakem. Tento případ nastává například během výroby tenkých membrán pro výrobu senzorů tlaku. Membrána, která není zatížena tlakem během laminace, bude tak vykazovat jiné chování než zbytek struktury. Vliv teploty během laminace lze zanedbat, protože samotná páska je již během stabilizace před samotnou laminací zahřívána na 125 °C. Zvýšená teplota pásky během laminace by tedy neměla mít žádný významný vliv a lze tak považovat proces CCL za dostatečně vypovídající o chování tenké membrány, která není ovlivněna tlakem během procesu jednoosé termokompresní laminace. Vzorky vyráběné metodou CCL byly vypáleny standardním vypalovacím profilem pro materiál DP951 s vrcholovou teplotou 850 °C a výdrží 30 minut na maximální teplotě.

	Proměnné parametry					
Pořadí	Změna rozměru v ose X		Změna rozměru v ose Y		Změna rozměru v ose Z	
experimentu	$\Delta S_X [\%]$	SD _{ΔSX} [%]	$\Delta S_{Y} [\%]$	SD _{ΔSY} [%]	$\Delta S_{Z} [\%]$	SD _{ΔSZ} [%]
1	13,86	0,23	12,20	0,57	17,52	0,46
2	13,56	0,32	12,06	0,51	17,71	0,58
3	13,49	0,38	11,93	0,46	16,53	0,45
4	13,55	0,40	11,77	0,63	17,89	0,48
5	13,29	0,26	11,63	0,85	18,17	0,52
6	13,26	0,17	11,48	0,93	17,22	0,51
7	13,32	0,20	11,13	0,55	17,34	0,17
8	13,24	0,18	11,01	1,07	17,25	0,61
9	13,14	0,33	10,93	1,03	18,65	0,47

Tab. 3.8: Hodnoty změny rozměrů pro jednotlivé varianty experimentu

Změna rozměrů v ose X a Y se dále liší již jen velmi málo a tento fakt je většinou dán směrem, ve kterém probíhalo nanášení výrobní směsi na nosnou fólii, pásky základního materiálu. Velikost změny rozměrů substrátu se dále odvíjí od procesních parametrů během výroby struktury. Nejvíce je změna rozměrů struktury (ΔS_X , ΔS_Y a ΔS_Z , se směrodatnými odchylkami $SD_{\Delta SX}$, $SD_{\Delta SY}$ a $SD_{\Delta SZ}$) po výpalu závislá na aplikovaném tlaku. Pro vzorky vyrobené metodou CCL byla výsledná změna rozměrů v ose X, $\Delta S_X = 14,37$ % ($SD_{\Delta SX} = 0,34$), v ose Y, $\Delta S_Y = 14,05$ % ($SD_{\Delta SY} = 0,22$) a v ose Z, $\Delta S_Z = 15,38$ % ($SD_{\Delta SZ} = 0,79$). V porovnání s hodnotami z Tab. 3.8 je velikost změny rozměru v osách X a Y vyšší a v ose Z nižší. Tento fakt je dán především absencí působení tlaku a teploty během procesu laminace.

Pro práci s naměřenými daty byl zvolen program Minitab, ve kterém je možné provádět celou řadu numerických analýz. Pro analýzu chování LTCC struktur z hlediska změny rozměru v jednotlivých směrech byla zvolena Taguchiho metoda, také známá jako částečná faktorová analýza. Jedná se o statistickou metodou pro určení vlivu jednotlivých faktorů vstupujících do výrobního procesu. Matice zkoumaných variací parametrů je volena tak, aby bylo možné při co nejmenším počtu experimentů zjistit vliv jednotlivých faktorů na výsledek procesu. Pro účely experimentu byla zvolena metoda čtyř faktorů s třemi hodnotami variace. Dle tabulek je možné provést pouze devět experimentů pro analýzu celého procesu tak jak je to uvedeno v Tab. 3.6. V případě plné faktorové analýzy by se stávajícím počtem faktorů a jejich variacemi bylo potřeba provést 81 experimentů.

Analýzou Taguchiho metodou byla zjištěna závislost velikosti změny rozměrů po výpalu v osách X a Y na laminačním tlaku (P_{lam}) a na laminační teplotě (T_{lam}). Tyto dva faktory ovlivňovaly smrštění v obou osách nejvíce a je patrná závislost v chování struktury v závislosti na těchto parametrech. Vliv působení zbývajících faktorů, teploty výpalu (T_{vyp}) a doby výdrže na vrcholové teplotě (t_{peak}), byl již zanedbatelný. Vliv těchto dvou parametrů by mohl být patrný, pokud by byl experiment navržen pouze pro sledování těchto dvou parametrů.



Obr. 3.11: Závislost změny rozměru struktury v ose X na procesních parametrech

Vzhledem k tomu, že vyrobené testovací struktury byly primárně určeny k mechanickému testování, byla zvolena tloušťka struktury tří vrstev základního materiálu o tloušťce jedné vrstvy ~250 µm. V případě lichého počtu vrstev je pak patrný rozdíl ve změně rozměrů v ose X z grafu na Obr. 3.11 a v ose Y z grafu na Obr. 3.12. V obou grafech je patrná závislost změny rozměrů především na aplikovaném tlaku a teplotě během laminace.



Obr. 3.12: Závislost změny rozměru struktury v ose Y na procesních parametrech

Vzhledem k přesnosti měřených rozměrů je výsledná směrodatná odchylka výsledné analýzy poměrně vysoká, nicméně v případě vlivu prvních dvou faktorů je vidět závislost na procesních parametrech.



Obr. 3.13: Závislost změny rozměru struktury v ose Z na procesních parametrech

V případě závislosti změny velikosti struktury v ose Z je situace odlišná od ostatních dvou směrů. Dle získaných výsledků, uvedených v grafu na Obr. 3.13, má největší vliv na výslednou hodnotu změny rozměrů maximální teplota výpalu.

3.3.2 Závislost mechanických vlastností na procesních parametrech

U sklokeramických kompozitních materiálů s rovnoměrně rozprostřenými keramickými částicemi se mění mechanická pevnost podle obsahu keramických částic, poréznosti a průměru keramických částic. Na základě teoretických poznatků a předchozích experimentů vznikl předpoklad, že výsledné mechanické vlastnosti vypáleného LTCC materiálu budou závislé i na procesních parametrech. Závislost mechanických parametrů byla částečně ověřena v předchozích pracích, ale byla ověřena pouze závislost na laminačním tlaku, metoda testování není dle příslušné normy a zkoumané materiály jsou odlišné. [67]

U každého zkoumaného vzorku byly opakovaně měřeny jeho rozměry na minimálně dvou místech. U každého vzorku bylo vždy provedeno osm měření rozměrů vzorku před mechanickým testováním a další čtyři měření po mechanickém testování v oblasti lomu testované struktury. Pro každou variaci experimentu bylo vyrobeno vždy pět vzorků. Mechanické parametry pro konkrétní vzorek byly získány pomocí dosazení průměru měřených hodnot rozměrů testovaného vzorku a hodnot získaných z grafů jako na Obr. 3.6. Výsledné hodnoty mechanických parametrů substrátu jsou pak průměrovány pro každou variaci experimentu a je vypočítána odchylka. Průběh měření je popsán v kapitole 3.2.1. Mechanické parametry pro každou z variací experimentu jsou uvedeny v Tab. 3.9. Pro každý experiment je uvedena průměrná hodnota měřená na všech vzorcích se směrodatnou odchylkou.

	Měřené mechanické parametry				
Pořadí	Youngův 1	Youngův modul pružnosti		ost v ohybu	
experimentu	E [GPa]	SD _E [GPa]	σ [MPa]	SD _σ [MPa]	
1	115,50	2,97	272,23	7,37	
2	117,33	1,15	257,26	25,59	
3	110,91	2,71	278,04	7,68	
4	114,60	2,16	285,22	6,17	
5	117,27	1,67	276,87	10,78	
6	115,37	1,37	257,07	13,91	
7	116,07	1,04	315,98	3,71	
8	112,41	2,82	240,26	19,87	
9	120,80	0,93	294,36	3,68	

Tab. 3.9: Změna mechanických parametrů v závislosti na procesních parametrech

Stejně jak o v případě výpočtů velikosti změny rozměrů struktury po výpalu byl pro práci se souborem experimentálně získaných hodnot zvolen program Minitab. Byla vypočítána závislost mechanických veličin na procesních parametrech a vliv jednotlivých faktorů byl vynesen do společného grafu spolu se směrodatnou odchylkou. Odchylka pro konkrétní hodnoty zobrazené na Obr. 3.14 je vyšší, než je tomu u odchylek pro konkrétní variaci experimentu. To je dáno především metodou přepočtu výsledků jednotlivých variací experimentu na vliv sledovaného procesního faktoru na mechanické parametry.



Obr. 3.14: Závislost Youngova modulu pružnosti na procesních parametrech

Z procesních parametrů má nejvyšší vliv na Youngův modul pružnosti teplota výpalu a použitý laminační tlak. S rostoucí teplotou výpalu se hodnota Youngova modulu pružnosti snižuje, a to v extrémním případě až o 5 % z maximální hodnoty. Materiál vlivem výpalu na vyšší teplotě má více porézní strukturu, a z toho pak plyne i nižší hodnota Youngova modulu pružnosti. Opačný případ nastává pro laminační tlak, kdy vlivem působení vyššího tlaku během laminace dochází ke zhuštění základního materiálu a tím pak souvisí i vyšší Youngův modul pružnosti. Z grafu na Obr. 3.14 by se také dalo odvodit, že optimální dobou výdrže na teplotě výpalu je 60 minut. Doba výdrže na teplotě výpalu ovlivňuje míru rozpouštění keramických částí ve skelné tavenině a výslednou hustotu vypáleného materiálu. Ostatní zkoumané procesní parametry nemají dle provedených experimentů na Youngův modul pružnosti významný vliv s ohledem na odchylku měření.

Druhou zkoumanou mechanickou veličinou ve vztahu k procesním parametrům byla síla materiálu v ohybu. Tento parametr je dle grafu na Obr. 3.15 nejvíce ovlivněn dobou výdrže na maximální teplotě výpalu. Rozdíl mezi extrémními případy je 11 % pro hodnoty doby výdrže 30 a 90 minut. Vyšší hodnoty síly materiálu v ohybu je možné vysvětlit postupným rozpouštěním keramických částic ve skelné složce a tím je možné dosáhnout vyšších mechanických pevností. Minoritní vliv na sílu v ohybu má také

laminační tlak, který stejně jako v případě Youngova modulu pružnosti bude působit jako prostředek k dosažení struktury s vyšší hustou a tím pádem i vyšší pevností v ohybu.



Obr. 3.15: Závislost síly v ohybu na procesních parametrech

Další faktor ovlivňující mechanické vlastnosti výsledné struktury je orientace základní pásky ve struktuře. Vzhledem k tomu, že je většina základních LTCC pásek vyráběna metodou nanášení materiálu na nosnou fólii, je chování této základní pásky během procesu výroby odlišné pro směr výroby základní pásky a pro směr kolmý (X, Y). Z tohoto důvodu je výrobci uváděna velikost změny rozměrů zvlášť pro oba směry. S tím souvisí i vliv na mechanické parametry, který je uváděn v dostupné literatuře [54]. V grafu na Obr. 3.16 je vidět rozdíl mezi Youngovým modulem pružnosti pro struktury testované čtyř bodovou metodou s různou orientací základních pásek. Všechny testovací struktury byly vyrobeny ze tří vrstev a jejich orientace je uvedena v popisku osy X. V popisku osy X je vždy uvedena orientace jednotlivých vrstev struktury, kdy směr X je označována jako směr výroby základní pásky.



Obr. 3.16: Závislost Youngova modulu pružnosti na orientaci základní pásky během testování

Pro stejnou sadu vzorků jsou uvedeny hodnoty síly v ohybu v grafu na Obr. 3.17. Z provedených měření je patrné, že velikost síly v ohybu je závislá na orientaci základních pásek ve struktuře. Nejvyšších hodnot je dosaženo pro strukturu obsahující základní pásky se stejnou orientací, delší strana testovacího vzorku pro mechanické testy je orientována ve směru výroby základní pásky. V tomto směru dochází k větší změně rozměrů během procesu výpalu. Směr výroby základní pásky je důležitý pro uspořádání a orientaci pevných částic, především částic korundové keramiky. Vzhledem k vyšší změně rozměrů ve směru výroby základní pásky dojde k většímu zhuštění materiálu a z toho pak plynou i anizotropní vlastnosti LTCC materiálu.



Obr. 3.17: Závislost pevnosti v tahu na orientaci základní pásky během testování

Efekt nestejného smrštění v obou směrech základní pásky je znám již delší dobu. Tento jev je redukován metodou střídání orientací pásek v jednotlivých vrstvách struktury a tím je eliminována anizotropie změny rozměrů struktury během procesu výpalu. Zjištěný rozdíl v mechanických vlastnostech základního materiálu je důležitý především při návrhu struktur s menším počtem vrstev. Tento případ může nastat u struktur pro různé typy senzorů, především pak u senzorů tlaku. V případě senzoru tlaku uváděných v kapitole 4.2.1 je membrána, která je deformována měřeným tlakem, tvořena pouze jednou vrstvou základní pásky. V takovém případě je potřeba počítat s mechanickými vlastnostmi pásky pro orientaci kolmou ke směru výroby vzhledem k tomu, že má základní páska v tomto směru nižší sílu v ohybu i Youngův modul pružnosti. V případě testovacích struktur pro testování mechanických vlastností základních substrátů byla zvolena struktura s lichým počtem vrstev (tři vrstvy) z důvodu maximálního možného zatížení použitého zařízení pro mechanické testy.

3.3.3 Změna mechanických parametrů LTCC materiálu po zatížení vysokými teplotami

Během procesu výroby LTCC struktury procházejí výrobky ve většině případů pouze jediným procesem s teplotami překročující 300 °C, a to je právě proces výpalu

LTCC. V tomto případě dochází k formování výsledného vnitřního uspořádání v materiálu a nepředpokládají se další změny. Výrobek z LTCC materiálu je následně vystavován maximálním teplotám jenom v podobě teploty v pájecí peci, kde se teploty běžně pohybují do 270 °C po dobu maximálně desítek sekund v závislosti na konkrétním pájecím profilu. Během výroby specifických struktur pro použití v senzorice je použito procesů, ve kterých je LTCC materiál vystavován teplotám, které se blíží teplotám používaným pro výpal LTCC materiálů. Při teplotách nad 350 °C se u většiny LTCC materiálů začíná projevovat degradace mechanických parametrů a může tak docházet k deformaci struktury nebo nevratným změnám mechanických parametrů. Při teplotách nad 850 °C již dochází k částečnému tavení skelného pojiva ve struktuře a následné rekrystalizaci během tuhnutí. Při vystavení LTCC struktury vysoké teplotě při dalších výrobních procesech po výpalu LTCC struktury mohou tedy nastávat nevratné změny v materiálu a pro další použití je třeba tyto změny brát v úvahu.

Následující vysokoteplotní procesy byly použity během výroby senzorů uvedených v této práci:

- Přetavení skelné pájky G018-266,
- výpal tlustovrstvé pasty nebo rezinátové vrstvy,
- výpal dalších LTCC materiálů.

Během procesů výroby senzorů popsaných v dalších kapitolách je LTCC struktura vystavována teplotám vyšším než 300 °C. Na rozdíl od experimentů, které zjišťovaly kritickou teplotu při šokovém teplotním zatěžováním, jsou během dalších výrobních procesů struktury zatěžovány pozvolnými změnami teplot. Na Obr. 3.18 jsou zobrazeny průběhy teplotních procesů v čase.



Obr. 3.18: Teplotní profily zatěžování vypálené LTCC struktury
Výrobní parametry použité pro vzorky jsou uvedeny v předchozí Tab. 3.2. Teplotní profil, kterým jsou vzorky zatěžovány, se v reálné situaci liší, především v případě profilu pro skelnou pájku a profil výpalu DP951. To je dáno především použitou vysokoteplotní pecí, která nemá aktivní chlazení a teplota klesá pouze podle přirozeného chladnutí pece samotné. Časy uvedené pro dobu chlazení jsou tím pádem podstatně delší. Profil výpalu pro tlusté vrstvy (TLV) má řízenou rychlost chlazení. Po teplotním zatížení dosahovaly měřené vzorky hodnot mechanických parametrů uvedených v Tab. 3.10.

	Měřené mechanické parametry			
Profil teplotního	Youngův modul pružnosti		Pevnost v ohybu	
zatížení	E [GPa]	$\sigma_{\rm E} [{\rm GPa}]$	S _Y [MPa]	σ _{Sy} [MPa]
žádný	120,69	1,39	227,29	10,86
DP951	112,60	7,94	209,86	16,26
G018-266	121,39	4,04	215,13	6,77
TLV	120,17	1,85	209,49	18,50

Tab. 3.10: Změna mechanických parametrů v závislosti na procesních parametrech

Z Tab. 3.10 změřených hodnot po teplotním zatížení vyplývá, že mezi jednotlivými druhy tepelné zátěže není žádný významný rozdíl. Ve všech zkoumaných případech došlo k mírnému poklesu hodnoty síly v ohybu, pokles není ale natolik významný, aby bylo uvažováno o vyřazení daného procesu z možných výrobních postupů.

3.3.4 Zhodnocení dosažených výsledků

V kapitole 3.3 byla provedena analýza chování LTCC materiálů v závislosti na změně procesních parametrů. Bylo důležité zjistit, do jaké míry je možné ovlivnit parametry struktury v závislosti na procesních parametrech. Variace procesních parametrů je uvedena v Tab. 3.6. Výsledné hodnoty jednotlivých variací experimentu jsou uvedeny v Tab. 3.8. V prvním kroku byla analyzována velikost změny rozměrů v osách X, Y základního materiálu po výpalu struktury v závislosti na procesních parametrech. Pro doporučené procesní parametry výrobcem byla změřena velikost změny rozměrů 12,54 % pro testovací vzorky z dvaceti vrstev, jejichž orientace ve struktuře je vždy otočená o 90°. Vzorky pro experimenty zkoumající velikost změny rozměrů struktury po výpalu byly navrženy a realizovány tak, aby je bylo možné použít i pro experimenty testování mechanických vlastností. V případě sledované změny velikosti struktury po výpalu v osách X, Y nevykazovaly procesní parametry maximální

teplota výpalu a doba výdrže na maximální teplotě žádné statisticky významné závislosti, což je patrné z Obr. 3.11 a Obr. 3.12. Pro laminační tlak byl měřen rozdíl až 1 % ve změně rozměrů po výpalu, a s rostoucím tlakem docházelo k menší změně rozměrů. Pro teplotu během laminace byla zjištěna závislost na procesních parametrech až o 0,3 %, kdy s vyšší teplotou během laminace docházelo k nižší změně rozměrů po výpalu. Změna rozměru struktury po výpalu v ose Z je také závislá na laminačním tlaku s rozdílem hodnot 0,5 %, kdy s rostoucím laminačním tlakem roste i míra změny velikosti po výpalu, viz Obr. 3.13. Použití vyššího laminačního tlaku znamená vyšší hustotu materiálu a také větší změnu rozměrů. Pro maximální teplotu výpalu je rozdíl až 0,8 %, s rostoucí teplotou výpalu klesá velikost změny rozměrů po výpalu. V případě rostoucí teploty výpalu vzrůstá i poréznost materiálu, a to pak způsobí nižší změnu rozměrů po výpalu.

Vzorky pro určení vlivu procesních parametrů na změnu rozměrů struktury po výpalu byly následně použity pro měření mechanických parametrů základního materiálu DuPont DP951 pomocí čtyř bodové metody ohybu nosníku. Porovnávány byly vždy vzorky se stejnými orientacemi základní pásky a ze stejné výrobní dávky základního materiálu. Analyzován byl vliv procesních parametrů na Youngův modul pružnosti a na sílu materiálu v ohybu. Obě tyto mechanické veličiny jsou ovlivněny procesními parametry během výroby, viz Tab. 3.9. Youngův modul pružnosti je v nejvyšší míře ovlivněn maximální teplotou výpalu struktury. S rostoucí teplotou výpalu struktury se významně snižuje Youngův modul pružnosti (Obr. 3.15), celkový rozdíl je až 5 GPa. Naopak při zvyšujícím se laminačním tlaku Youngův modul pružnosti roste, rozdíl v tomto případě činí 2 Gpa. Z naměřených hodnot plyne, že je možné nalézt optimální hodnotu času na vrcholové teplotě. Z experimentů jako ideální teplota vychází 60 minut, kdy je hodnota Youngova modulu pružnosti maximální s rozdílem 3 GPa. Při vyšších teplotách výpalu může docházet ke dvěma efektům, buď roste poréznost celé struktury anebo dochází k rozpouštění keramických částic ve skelné tavenině, oba případy vedou ke snížení Youngova modulu pružnosti. Pro sílu materiálu v ohybu byla zjištěna závislost na laminačním tlaku a na čase výdrže na maximální teplotě, viz Obr. 3.17. S vyšším laminačním tlakem roste i síla v ohybu, opět v důsledku vyšší hustoty materiálu, tento nárůst je v extrémním případě až 10 MPa. Síla v ohybu se zvyšuje s prodloužením doby výdrže na maximální teplotě. V případě doby výdrže na maximální teplotě je rozdíl ještě výraznější, v extrému až 30 MPa. Ověřen byl také vliv orientace základních pásek ve struktuře na výsledné mechanické parametry. Měřením byl ověřen výrazný vliv na mechanické parametry struktury dle orientace základních pásek. To je dáno především způsobem výroby samotných základních pásek a s tím související orientace jednotlivých částic v materiálu pásky. Maximální rozdíl v hodnotách Youngova modulu pružnosti je 5 %, v případě síly v ohybu je maximální rozdíl dokonce 20 %. Orientace základních pásek ve struktuře je tedy klíčová pro rovnoměrné rozložení mechanických parametrů a velikost smrštění.

Druhý analyzovaný typ degradace struktury teplem byl vliv dalších procesů výpalu a vytvrzení po výpalu samotné LTCC struktury na mechanické vlastnosti. V případě teplotních šoků dojde k překročení kritické hranice dle normy již při 325 °C. V případě zatížení teplotním profilem reálného procesu je výsledek odlišný. Použité teplotní profily jsou uvedeny na Obr. 3.18. V případě zatížení vypálené LTCC struktury vypalovacím profilem pro materiál DP951, vypalovacím profilem pro tlustou vrstvu nebo profilem pro přetavení skelné pájky, nedojde k výraznému poklesu sledovaných mechanických parametrů. Ve všech případech nedošlo k poklesu mechanických parametrů o více jak 5 %, což je patrné z výsledků uvedených v Tab. 3.10. Velikost změny těchto mechanických parametrů je dána především pozvolným poklesem teploty během chlazení.

4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V této kapitole jsou zkoumány (analyzovány, navrženy a testovány) technologické postupy pro realizaci LTCC struktur pro optoelektronické aplikace, na základě dříve uvedeného rozboru a cílů práce. Zvláštní pozornost je přitom zaměřena na dosažení potřebné přesnosti a reprodukovatelnosti celého procesu výroby.

4.1 Návrh a realizace deformačních členů a nosných struktur

Struktury vytvářené z LTCC materiálů (jak již bylo uvedeno) nacházejí široké uplatnění v celé řadě aplikací. Mechanické vlastnosti substrátu jsou velmi důležité, ať už se jedná o pouzdro pro specifický obvod s vysokou spolehlivostí nebo elektronický obvod. Velmi důležité jsou mechanické vlastnosti substrátu při použití v senzorech fyzikálních veličin, jako jsou mechanické napětí nebo tlak. V těchto případech dochází k deformaci materiálu, proto je potřeba řádně zkoumat jejich vyrobitelnost a mechanické vlastnosti.

V práci bude použita celá řada přístupů k výrobě pasivních deformačních členů. Nejširší uplatnění zatím nacházejí pasivní deformační členy, vzhledem k tomu, že jejich použití je nejjednodušší, často používané a již zdokumentované.

Všechny experimenty budou prováděny s dostupnými jednoosými laminačními lisy. V případě malých struktur o velikosti plochy celého přířezu do (50 x 50) mm² byl použit deskový laminační lis se spodním ohřevem o maximální teplotě 90 °C a maximální síle 50 kN s analogovým ukazatelem aplikované síly na laminovanou strukturu. Struktury o velikostech celého přířezu LTCC pásky, tedy maximálně (152,4 x 152,4) mm², byly laminovány za použití lisu s deskovou matricí pro laminaci LTCC, která je zobrazena na Obr. 4.1. Tento lis má již výhřev ze spodní i horní strany, maximální teplotu do 250 °C maximální laminační sílu 500 kN. V obou případech je metoda laminace jednoosá působením planparalelních deskových ploch.



Obr. 4.1: Laminační matrice pro laminaci struktur v celém přířezu základní pásky

4.1.1 Návrh a realizace tenkých membrán

Membrány vyrobené v technologii LTCC jsou primárně využívány pro použití v tlakových senzorech jako převodník rozdílu okolního tlaku a tlaku v dutině senzoru na mechanickou deformaci membrány. V případě konkrétních aplikací bylo měřeno prohnutí membrány na jejím středu. Velikost deformace membrány je závislá na mechanických parametrech, jako je Youngův modul pružnosti a Poissonova konstanta a na rozměrech samotné membrány. Teorie deformace tenkých membrán a měření tlaku pomocí deformace membrány je uvedena v kapitole 4.2.1.

Během výroby tlakových senzorů a jejich optimalizace byla zkoumána celá řada postupů pro výrobu dostatečně kvalitní keramické membrány pro použití v náročných průmyslových aplikacích.

4.1.1.1 Návrh a realizace membrán bez bočních podpor

Nejjednodušší metodou výroby membrány je postup progresivní laminace. Pro běžné struktury jako jsou například elektronické obvody nebo pouzdra je používána jednoosá nebo isostatická laminace v jednom kroku. Pro složitější struktury jako jsou například senzory, je používána metoda postupné (progresivní) laminace. Při progresivní laminaci jsou nejdříve laminovány sousední vrstvy s podobným motivem nebo plochou, aby se eliminovalo riziko deformace ostatních vrstev. Ostatní vrstvy ve struktuře nemusejí mít odpovídající pevnost a mohlo by tak dojít k jejich deformaci nebo mohou mít příliš jemný motiv a mohlo by dojít ke spojení s ostatními vrstvami. Možné spojení vrstev, případně deformace, jsou o to častější čím vyšší teplota během laminace je použita. Se zvýšenou teplotou dochází k měknutí LTCC základního materiálu a může snadněji dojít ke spojení nebo nežádoucí deformaci během laminace struktury. Po částečné laminaci jednotlivých částí struktury jsou již tyto části laminovány společně a jsou tak spojeny do jednoho celku.



Obr. 4.2: Struktura testována pro použití progresivní laminace

Na Obr. 4.2 je znázorněna testovací struktura, která byla laminována výše zmíněným postupem. V případě laminace pouze v jenom kroku je nemožné, aby došlo k řádnému spojení všech vrstev ve struktuře. Laminační tlak se nepřenese na vrstvy, které nemají žádnou kontaktní plochu s plochami, pomocí kterých je struktura laminována. V případě progresivní laminace je nejprve laminována část struktury, která je označena napravo obrázku pod číslem 1). Tato část se skládá z devíti základních vrstev LTCC pásky a vzhledem k velmi podobnému průřezu motivu je možné ji bez větších potíží laminovat do jednoho dílčího celku. V následujícím kroku je část 1) laminována dohromady se zbývajícími vrstvami 2) a 3). Pro laminaci každé části je potřeba vypočítat sílu, kterou působí desky laminačního jednoosého lisu na strukturu. Doporučený laminační tlak je dle výrobce materiálu DuPont DP951 3000 psi (20,6 MPa), teplota během laminace 70 °C po dobu 10 minut. Vrchní část struktury na Obr. 4.2 část 1) má plochu 92,4 mm². Pro její laminaci je potřeba aplikovat sílu, kterou lze vypočítat pomocí rovnice:

$$F_{lam} = n \cdot P_{DP951} \cdot S_{lam} \tag{4.1}$$

kde F_{lam} je síla působící během laminace [kN], n je počet laminovaných výrobků [-], P_{DP951} je doporučený laminační tlak [MPa] a S_{lam} je plocha laminované struktury [mm²]. Z výše uvedené rovnice je vypočítána potřebná laminační síla (F_{lam}) pro vrchní vrstvu progresivní laminací 1,8 kN. V případě laminování více struktur v jednom kroku je potřeba danou laminační sílu vynásobit počtem struktur laminovaných v jednom kroku.

V dalším kroku je laminována celá struktura do jednoho celku, to znamená, že všechny součásti jsou sesazeny a je aplikována síla, která již ale odpovídá velikosti plochy 47,2 mm², dle předchozí rovnice je pro jednu laminovanou strukturu 0,95 kN. V případě druhého laminačního kroku pak již není rozdílná velikost plochy laminovaných struktur tak kritická, neboť jednotlivé struktury již mají potřebnou pevnost a nedojde tak ke snadné deformaci. Tato metoda má výhodu v možnosti laminace struktury, které mají plochy jednotlivých vrstev značně odlišné a při použití klasické jednokrokové laminace by mohlo dojít k delaminaci jednotlivých vrstev působením nedostatečného tlaku nebo naopak k deformaci struktur působením příliš vysokého tlaku.



Obr. 4.3: Senzor po laminačním procesu s využitím progresivní laminace a deformovanou membránou

V případě progresivní laminace byla struktura senzoru, hlavně v oblasti membrány, často deformována. Nejčastější způsob deformace lze vidět na Obr. 4.3. Metoda progresivní laminace v případě použití pro tenké membrány s větší plochou se nepotvrdila jako vhodná. Membrána byla deformována vlivem kontaktu s podkladním materiálem nebo docházelo k jejímu občasnému přilnutí. Dalším faktorem vstupujícím do procesu deformace tenké membrány během laminace bylo měknutí a drobná změna podélných rozměrů celé struktury vlivem teploty a tlaku během procesu laminace. Celkový výtěžek správně laminovaných struktur byl neuspokojivý, a proto byly zkoumány další metody pro laminování struktur s membránami s velkou plochou.

4.1.1.2 Návrh a realizace membrán s dočasnou výplní během laminace

Velmi často používaným řešením pro výrobu vnitřních dutin v LTCC struktuře jsou dočasné výplně dutin a dalších vnitřních struktur. V současné době jsou využívány dva typy dočasných výplní.

Prvním typem jsou dočasné výplně, které jsou zcela odstraněny již během procesu výpalu struktury. Tyto výplně se obvykle skládají z uhlíkových částic [58] nebo plastových materiálů [59]. Při použití dočasných výplní založených na organických materiálech dochází k jejich odstraněním vlivem zvýšené teploty během výpalu. Hlavní

použití dočasných výplní odstraněných během procesu výpalu je pro zpevnění a zabránění deformace struktury během procesu laminace. Dočasné výplně, které jsou odstraněny během výpalu jsou tvořeny uhlíkovým práškem spojeným organickými pojivy. Během výpalu za přístupu kyslíku uhlíkové částice oxidují a organická pojiva jsou postupně vypalována.

Další používané dočasné výplně obsahují anorganické složky, které během výpalu nejsou odstraněny. Anorganická složka dočasné výplně je odstraněna až po výpalu struktury leptáním nebo mechanicky. Anorganické dočasné výplně se používají především v aplikacích, kdy je potřeba zajistit podporu struktury i během procesu výpalu.

Během experimentů byla použita uhlíková páska od firmy C12 Technology, která je dodávána v tloušťkách 100 µm a 50 µm. Během experimentů byla také použita dočasná výplň složená z uhlíkových částic smíchaných s organickým pojivem ve formě pasty (Obr. 4.4). Při použití dočasných uhlíkových výplní ve formě pásek je postup laminace složitější a manipulace s materiálem je značně náročnější. Během laminace je potřeba přesně nařezat jak samotný LTCC substrát, tak i uhlíkovou pásku, která je pak vložena do volného otvoru v LTCC struktuře. Zároveň je potřeba dbát na to, aby byl zajištěn dostatečný odvod zplodin z dutiny. Existují dva možné přístupy k tomu, jak z dutiny uvnitř LTCC substrátu odstranit dočasnou výplň ve formě plynu. První způsob je vytvoření otvoru, kterým budou vyhořelé produkty opouštět dutinu. Druhým způsobem je úprava vypalovacího profilu tak, aby byl náběh teploty velmi pozvolný a veškeré vyhořelé organické látky opustily strukturu ještě před tím, než bude uzavřena. Druhý způsob je náročnější na kontrolu procesu, nicméně se do určité míry uplatňují oba způsoby, protože dutiny vytvořené ve struktuře bývají většinou spojené s okolím.



Obr. 4.4: Rozložení vrstev pro laminaci s dočasnou uhlíkovou výplní

Laminace LTCC struktury s dočasnou výplní v podobě uhlíkových pásek s sebou nesla problém v podobě rozdílných tlouštěk materiálů, které se laminují. Síla požitá pro laminaci struktury se musí rovnat síle potřebné pro laminaci plochy o velikosti 92,4 mm², což odpovídá hodnotě 1,8 kN pro jednu laminovanou strukturu. Laminované struktury vykazovaly deformace na rozhraních materiálů a výsledek po výpalu nebyl

zdaleka tak kvalitní, jak bylo očekáváno.

Pro výpal struktur s uhlíkovou páskou byl použit vypalovací profil pro keramiku DP951 s prodlouženou dobou ohřevu na teplotě 450 °C právě z důvodu dokonalého vyhoření všech organických složek a oxidaci částic uhlíku. Celý proces výpalu probíhal za přítomnosti vzduchu.

Vzhledem k přítomnosti defektů na struktuře LTCC při použití uhlíkových pásek byla zkoumána možnost použití dočasných výplní na bázi uhlíkové pasty. Uhlíková pasta je složena z práškového grafitu a organického pojiva v definovaném poměru. Tato pasta je pak pomocí stěrky aplikována do připravené dutiny struktury. Následně je pak laminována další vrstva a dutina je uzavřena. Proces výpalu pak probíhá stejně jako při použití uhlíkové pásky (Obr. 4.5). Výhodou tohoto procesu je zachování mechanických rozměrů struktury bez deformací na okrajích dutiny.



Obr. 4.5: Profil výpalu pro LTCC materiál HL2000 s použitím dočasné výplně C12

Pomocí kontaktního profilometru Dektak XT (Bruker) byly měřeny povrchy těla senzoru vyrobeného s dočasnými výplněmi, tyto průběhy jsou na Obr. 4.6. Zde je na ose X uvedena pozice testovací sondy a na ose Y je vynesena odchylka od referenční výšky v ose Z těla senzoru. Měřeny jsou jak profily ze strany membrány senzoru tak i ze strany těla senzoru. Z uvedených průběhů je zřejmé, že dochází ke značné deformaci celé struktury vlivem nestejných podmínek během laminace. Na straně membrány je prohnutí materiálu nižší, především z důvodu nižší tuhosti struktury, protože membrána je tvořena pouze jednou vrstvou základní pásky, a tato membrána je ovliňována ve větší míře tělem senzoru a vrstvami na okraji struktury. Na straně těla senzoru je pak materiálu podstatně více, a s tím je spojena nižší míra ovlivnění deformace struktury na středu těla senzoru. Vlivem nestejných laminačních podmínek pak dochází k nerovnoměrné změně velikostí rozměrů jednotlivých částí a celá struktura sečástečně deformuje.



Obr. 4.6: Profil membrány a těla senzoru vypáleného s uhlíkovou dočasnou výplní měřený kontaktním profilometrem

Použití dočasných výplní z uhlíkových pásek, případně past, je při dodržení všech procesních parametrů použitelné pro výrobu menších i větších dutin v těle LTCC substrátu. Práce s dočasnými výplněmi je ovšem poměrně náročná a přidává do výrobního procesu další dílčí kroky. Další nevýhodou je také delší proces výpalu struktury z důvodu potřeby odstranění dočasné výplně. Náběh teploty na dané hodnoty je potřeba zpomalit, aby nedocházelo ke tvorbě defektů ve struktuře. Výše popsané faktory značně znevýhodňují použití dočasných výplní v procesu výroby, a pokud to není nezbytně nutné tak by bylo vhodné volit jiné metody výroby vnitřních dutin. Nicméně zkušenosti získané při práci s dočasnými výplněmi byly využity v dalších částech experimentální činnosti.

4.1.1.3 Návrh a realizace membrán z vypálených substrátů

Další možností je výroba tenkých membrán z již vypálených substrátů. Experimentálně byly ověřeny možnosti spojení vypálených substrátů z různých materiálů pomocí různých základních pásek LTCC materiálu.

První zkoumaná možnost propojení bylo spojení vypálených keramických substrátů pro tlustovrstvou technologii spolu s vypálenými LTCC strukturami pomocí tlustovrstvých past a LTCC základních pásek. V prvním kroku experimentu byl jako základní substrát zvolen vypálený korundový keramický substrát, který byl následně spojován s nevypálenou LTCC páskou. Pro použití v experimentu byl zvolen LTCC materiál Heraeus HL2000, především z důvodu minimální změny rozměrů v podélném směru během procesu výpalu. To znamená, že není potřeba na strukturu aplikovat tlak během procesu výpalu, aby nedocházelo k deformaci části struktury tvořené LTCC materiálem.

Pro spojení obou substrátů bylo použito jak přídavných materiálů, které zůstanou ve struktuře i po výpalu, dielektrické tlustovrstvé pasty (ESL 4917), tak i materiálů, které jsou během výpalu odpařeny, jako jsou organická rozpouštědla určená pro ředění tlustovrstvých past (HVS 100 a DuPont 4553). Řez strukturami spojené korundové keramiky s LTCC strukturou je na Obr. 4.7. K laminaci byl použit postup známý z oblasti studené chemické laminace, aplikování podtlaku přes tenkou membránu. Nejprve byla aplikována vrstva podporující adhezi LTCC základní pásky. Pro případ tlustovrstvé pasty i obou rozpouštědel byl použit sítotiskový poloautomat s odlišnými nastaveními pro velikost přítlaku stěrky. Po nanesení vrstvy podporující adhezi byla přiložena LTCC páska.



Obr. 4.7: Výbrus spojení korundové keramiky a LTCC pásky pomocí CCL a) rozpouštědlo HVS 100 b) rozpouštědlo DuPont 4553 c) dielektrická tlustovrstvá pasta ESL 4917

Takto připravená struktura byla položena na porézní kámen a překryta folií. Přes porézní kámen byla připojena vakuová vývěva a ze struktury byl odsán přebytečný vzduch a zároveň byl aplikován rovnoměrný tlak, kterým se přitlačila LTCC páska k podkladnímu substrátu. Celý tento proces probíhá za pokojové teploty po dobu 10 minut. Po dokončení laminace se celá struktura vloží do vsázkové pece, kde proběhne výpal struktury. Všechny použité metody pro spojení obou materiálů vykazovaly dobré výsledky spojení, kvality spoje a vzniku možných defektů.

Po ověření kvality spoje byl obdobný postup aplikován i na další možnou aplikaci v podobě kapacitního tlakového senzoru. Model testovací struktury kapacitního senzoru je na Obr. 4.8. Senzor se skládá ze dvou již vypálených substrátů z korundové keramiky s naneseným tlustovrstvým vodivým motivem. Mezi vypálené substráty je vložena páska LTCC materiálu (Heraeus HL 2000) a celá struktura je zatížena. V případě sendvičové struktury senzoru je potřeba během výpalu již zatížit celou strukturu, aby došlo k dokonalému propojení LTCC pásky se spodním i vrchním keramickým substrátem.



Obr. 4.8: Model senzoru založeného na kombinaci tlustovrstvé technologie a LTCC materiálu

Technologie spojení LTCC materiálu, který není vypálen, a materiálu již vypáleného substrátu byla nejprve experimentálně ověřena na spojování korundové keramiky s nevypáleným LTCC materiálem. Pomocí provedeného experimentu byla ověřena funkčnost řešení a bylo možné se zaměřit na aplikaci v oblasti použití pro spojování LTCC struktur se stejným složením. Dalším krokem je tak použití uvedeného konceptu pro výrobu tenkých membrán z LTCC materiálu pro použití například v senzorech tlaku. V případě spojování stejných materiálů nehrozí riziko termomechanického namáhání spoje v čase, protože jsou spojovány v podstatě identické materiály. Problém ovšem nastává během procesu výpalu, kdy dochází ke smrštění použitého základního LTCC materiálu.

Pro tlakové senzory je vhodné použít materiál DuPont DP 951, tento materiál vykazuje běžně změnu rozměrů o 12 % během výpalu v osách X, Y. Změna rozměrů během výpalu tak zabraňuje použití identické metody jako v předchozím případě. Proces spojení je možné modifikovat a to tak, že během výpalu bude celá struktura zatížena definovanou silou. Působící síla během procesu výpalu způsobí nižší smrštění nevypáleného materiálu v osách X, Y a v ose Z bude změna rozměrů vyšší vlivem nižší změny rozměrů v osách X a Y.

Výrobní postup keramické části senzoru probíhá ve dvou krocích výpalu. Nejdříve je vypálena část senzoru s membránou, viz Obr. 4.9 1b), a zvlášť je potom vypáleno tělo senzoru, viz Obr. 4.9 1a). Ve druhém kroku jsou pak tyto části během dalšího procesu výpalu spojeny a je tak vytvořena kompletní tělo LTCC senzoru. Tento postup je poměrně časově a technologicky náročný, ale poskytuje jednu potencionálně velkou výhodu. Po prvním procesu výpalu části senzoru s membránou je možné upravit povrch vnitřní části keramické membrány mechanickým leštěním jejího povrchu. Možné způsoby úpravy takto vytvořené membrány jsou analyzovány v následující kapitole 4.2.1.3. Po úpravách membrány jsou obě vypálené části spojeny vložením nevypálené základní LTCC pásky.



Obr. 4.9: Rozložení vrstev pro laminaci s vypálenými substráty

Popsaný způsob výroby spojením dvou již vypálených LTCC struktur pomocí nevypálené základní pásky může provázet řada technologických problémů. Jedním z mnoha problémů je opakovaný výpal jednotlivých částí senzoru a s tím pak souvisí i snížená životnost a pevnost mechanicky namáhaných částí senzoru. Dalším problémem je vytvoření spolehlivého spojení dvou LTCC substrátů. Toto spojení je vytvořeno pomocí nevypálené vrstvy LTCC materiálu. Pro výpal LTCC struktur existuje celá řada způsobů a postupů, při některých je pak možné zachovat původní rozměry vyřezaných pásek. Jednou z takových metod je výpal materiálu za působení tlaku (Pressure Assisted Sintering - PAS). [72] Tato metoda je založena na aplikaci tlaku během výpalu ve směru tloušťky struktury a během výpalu pak nedojde k výrazné změně podélných rozměrů struktury jako při klasickém způsobu výpalu bez zatížení. Zachování podélných rozměrů je v tomto případě důležité hned z několika důvodů. Při výpalu struktury je potřeba zachovat vnější i vnitřní rozměry přidané vrstvy identické s vrstvami již vypálenými, aby byla zachována geometrie určená při návrhu struktury. Zachování geometrie struktury je důležité například při konstrukci tlakových senzorů s tenkou membránou o definovaných rozměrech. Je také potřeba zajistit dostatečné přiblížení obou spojovaných struktur před výpalem a během výpalu, aby došlo k úplnému spojení struktury nevypálené pásky a vypálených struktur. Efekt spojení nevypálené pásky s již vypáleným substrátem by měl být zaručen navázáním skelných složek přítomných v obou materiálech se stejným složením na sebe během procesu výpalu. Při aplikaci dostatečného tlaku během spojování obou částí k vypalované pásce, bude zajištěna hermetičnost spoje, pokud nedojde k posunutí vypalované pásky vlivem smrštění pásky během procesu výpalu. V případě nevhodně zvolených procesních parametrů během výroby a nevhodné geometrie výrobku může dojít k defektu mezi spojovanými vrstvami vypalovanými metodou PAS (Obr. 4.10).



Obr. 4.10: Výbrus realizovaného spojení metodou PAS s defektem

Působící síla v ose kolmé na plochu vypalované vrstvy musí být dostačující pro uchycení základní pásky, jinak dojde k velké změně rozměrů struktury během výpalu. V případě vložené základní pásky s vyřezaným motivem tak dojde k jejímu poškození v podobě trhání struktury. Tento defekt je zobrazen na Obr. 4.11 a) v celkovém pohledu na vyrobený senzor tlaku a na Obr. 4.11 b) v detailním pohledu na konkrétní defekt.



Obr. 4.11: Rentgenová analýza LTCC struktury vytvořené metodou PAS a) pohled na vyrobený senzor tlaku b) zaostření na konkrétní poruchu ve vpálené struktuře

Během výpalu metodou PAS se musí dbát na několik důležitých faktorů. Nejdůležitější je rovnoměrné rozložení působícího tlaku přes celou strukturu a také velikost působícího tlaku během procesu výpalu. Pokud je tlak působící na nevypálenou základní pásku nízký, může dojít ke špatnému přilnutí nevypálené základní pásky na substrát a výsledná vypálená struktura pak nebude spolehlivě spojena. Pokud bude tlak působící na nevypálenou základní pásku nerovnoměrně rozložen, může dojít k nerovnoměrnému smrštění pásky, potrhání struktury a výsledkem bude nehermetický spoj. Nerovnoměrné rozložení tlaku působící na nevypálenou vrstvu může být způsobeno především nerovnostmi vzniklými během výpalu vrstev, které jsou spojovány.

Dalším zkoumaným parametrem s potencionálním vlivem na tvar a kvalitu spojení dvou již vypálených substrátů je výška tohoto spoje. V úvodních experimentech byla použita pouze s jedna vrstva, která spojovala dva substráty. V reálných aplikacích může nastat případ, kdy bude potřeba vytvořit spojení s vyšší tloušťkou, než je pouze jedna vrstva LTCC základního materiálu. Z dostupných základních pásek materiálu DuPont DP951 byly použity nejprve pásky o tloušťce ~126 µm před výpalem. V dalších experimentech byly pak použity pásky s vyšší tloušťkou (~256 µm) i dvě vrstvy základní pásky o tloušťce 126 µm. V prvním případě použití tlustší pásky o jedné vrstvě byl sledován pouze rozdílný vliv samotné tloušťky pásky na kvalitu spojení, ve druhém případě pak do celého procesu vstupují již pásky minimálně dvě. Tyto pásky musejí být přesně sesazené a buď laminované před vložením mezi dva vypálené substráty, nebo mohou být pouze vloženy mezi tyto dva substráty bez předchozí laminace.

Pomocí metody mikro-výbrusů bylo zjištěno kvalita přechodu mezi vypálenou strukturou a materiálem vypalovaným metodou PAS, dále byla měřena výška vypálené vrstvy. Výsledné měřené výšky jednotlivých vrstev v závislosti na aplikovaném tlaku lze vidět na Obr. 4.12. Pro každou hodnotu aplikovaného tlaku byly použity minimálně dva vzorky, na kterých bylo provedeno několik měření, a tyto vzorky byly broušeny minimálně na dvou místech vypálené struktury.



Obr. 4.12: Změřená závislost změny výšky vrstvy po výpalu metodou PAS na aplikovaném tlaku

Proložením lineární přímky získanými hodnotami změny rozměrů LTCC pásky po výpalu je možné dostat lineární závislost této změny ve vztahu k aplikovanému tlaku podle následující rovnice:

$$\Delta S_Z = -0.7198 \, P_{\nu\nu\rho} + 80.354 \tag{4.2}$$

kde ΔS_Z je změna rozměru v ose Z [%] a P_{vyp} je aplikovaný tlak na strukturu během výpalu metodou PAS [kPa]. Z rovnice je patrné, že při aplikaci vyššího tlaku

dosáhneme větší změny rozměrů v ose Z. Tato hodnota změny rozměrů je vyšší než hodnota udávaná v katalogovém listu výrobce DuPont pro materiál DP951, která je 15 %. [13] Rozdíl je dán především způsobem výpalu materiálu. Výrobce udává tuto změnu rozměrů v ose z při současné změně rozměru v osách kolmých, tedy X a Y (udávaná změna je 12,7 %). V případě metody výpalu PAS za působení tlaku během procesu výpalu nedochází ke stejné změně rozměrů v osách X, Y, protože je vypalovaná základní páska fixována ve stálé poloze. Vlivem působení teploty páska ztrácí na svém objemu, ať už vyhořením organických složek nebo přetavením skelné složky, a tato ztráta se musí projevit právě na vyšší změně rozměrů v ose Z.

Pro výrobu mechanických struktur využívajících LTCC materiály je potřeba zachovat rozměrovou stálost, případně předvídatelnou velikost změny rozměrů po procesu výpalu. Z tohoto důvodu bylo také během experimentů sledováno, jaký má vliv aplikovaný tlak během procesu výpalu na samotné smrštění právě vypalované struktury. Z dostupné literatury je možné odvodit, že při správně zvoleném zatížení struktury, lze dosáhnout zachování rozměrů v osách X, Y během výpalu [72,73], což bylo potvrzeno provedenými experimenty.

4.1.1.4 Návrh a realizace membrán s bočními podporami bez aplikovaného tlaku na samotnou membránu

Pro specifické aplikace je možné použití podpůrných struktur, které nemají jinou funkci, než usnadnit proces laminace a zlepšit proces výroby LTCC struktury. Podpůrné struktury, které jsou z LTCC materiálu, ve většině případů zůstávají součástí celku, a proto je potřeba s nimi počítat v dalších operacích a celkovém návrhu finálního výrobku. Dobrým příkladem podpůrné struktury jsou právě boční podpory, které byly použity pro výrobu těla senzoru s tenkou membránou. Princip této metody je založen na vytvoření dostatečně pevného okraje senzoru, na který se během výpalu napne tenká membrána. Tyto podpory také zajistí symetrické uchycení tenké membrány na jejích okrajích.



Obr. 4.13: Schéma uspořádání pro výrobu těla sensoru s využitím bočních podpor

Schéma celé navržené struktury je na Obr. 4.13. Obdobně jako v předchozím procesu progresivní laminace je nejprve v prvním kroku laminována část 2), což je hlavní část těla senzoru tlaku. Pro laminaci byla použita síla 1,8 kN při teplotě 60 °C po dobu 10 minut. Po laminování této největší a mechanicky nejstálejší částí je možné laminovat zbytek struktury (boční podpory 1) a 5), vrstvu pro vymezení dutiny 3) a membránu 4)) v jednom kroku. Nastavená síla pro laminaci vrstev je nastavena na 0,95 kN. Vzhledem k tomu, že na vrstvu s membránou nepůsobil žádný tlak (Obr. 4.14) má pak tendenci nejvíce měnit své rozměry během výpalu a tím pádem dojde k jejímu vyrovnání a předepnutí. Tento postup má své teoretické základy v kapitole 3.3.1, ve které byl zkoumán vliv jednotlivých parametrů laminačního procesu na výsledné rozměry nebo mechanické vlastnosti vypáleného LTCC materiálu.



Obr. 4.14: Rozložení tlaku aplikovaného během laminace na tělo tlakového senzoru

Na základě řady experimentů bylo zjištěno, že k největší změně rozměrů po výpalu dochází při aplikaci minimálního tlaku během laminace. Pro případ výroby membrány je možné použití vyššího laminačního tlaku pro hlavní část těla senzoru, vyššího laminačního tlaku pro takt pro taktori zenzoru neboli jeho stěn a minimální (v ideálním případě nulový) tlak na samotnou oblast membrány. Během výpalu pak dojde k menší změně rozměrů okolního materiálu membrány po výpalu, a membrána, která bude nejvíce měnit rozměry, dosáhne určitého předpětí. Celková rovinnost membrány je pak dána kombinací výrobních faktorů, základního materiálu a velikostí předepnutí.

4.1.1.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Výroba tenkých membrán je klíčová pro aplikaci senzorů tlaku, proto je podstatná část práce věnována výrobě tenkých membrán. Analyzována byla celá řada postupů s cílem vybrat metodu, která bude jednoduše použitelná v praxi a kvalita struktury bude dostačující. Nejjednodušší přístup je výroba struktury bez bočních podpor. Tento postup je sice procesně nenáročný. Nicméně ani při použití technologie progresivní laminace nebylo možné dosáhnout požadované geometrie tenké membrány o velkém průměru. V průběhu experimentů docházelo k deformaci struktury vlivem vysokého tlaku nebo dalším defektům spojených s geometrií struktury a typem použité laminační metody, příklad deformace je uveden na Obr. 4.3. V případě použití dočasných uhlíkových výplní nastal problém s deformací struktury prohnutím, což je způsobeno

nerovnoměrným působením laminačního tlaku s následnou nerovnoměrnou změnou rozměrů po výpalu. Prohnutí celé struktury je až 100 μm na straně těla senzoru a 20 μm na straně membrány, jak je uvedeno v grafu na Obr. 4.6. Další metodou pro výrobu tenkých membrán je spojení dvou již vypálených LTCC struktur pomocí nevypálené základní pásky a působení tlaku během procesu výpalu. Tato metoda je aplikovatelná v případě zatížení tlakem minimálně 20 kPa, pro tento tlak dojde ke změně rozměrů v ose Z o 35 %. Aplikovaný tlak na strukturu musí být rovnoměrný, aby došlo ke spolehlivému spojení v celém průřezu struktury. S dostatečným tlakem působícím na strukturu během výpalu nedochází ke změně rozměrů v osách X, Y a ani žádným defektům v podobě potrhání vypalované pásky (Obr. 4.11). Jako nejlepší metoda pro výrobu tenkých membrán byla vyhodnocena výroba použitím bočních podpor během laminace. Zmíněná metoda zahrnuje přidání dalších dvou vrstev, jednu na spodní straně a jednu na vrchní straně, které zaručí působení laminačního tlaku pouze na krajích struktury. V takovém případě je možné pro finální krok progresivní laminace použít vyšší laminační tlak než pro předchozí kroky a zajistit tak předepnutí ostatních částí těla senzoru.

4.1.2 Návrh a realizace deformačních členů pomocí obrábění laserem s ultrakrátkými pulsy

Při návrhu mechanických částí ze základního materiálu LTCC je ve většině případů nutné počítat s minimální tloušťkou jedné vrstvy, která je dána konkrétním typem základního substrátu různých výrobců. Pokud není subjekt, který daný senzor navrhuje zároveň schopný výroby vlastního základního materiálu LTCC, tak musí vždy počítat s touto minimální tloušťkou vrstvy a případně s jejími násobky. Tento fakt může být v některých případech omezující, pokud je potřeba vyrobit membránu, nebo jiný deformační člen, o specifické tloušťce. Existuje řada postupů, jak dosáhnout definované tloušťky základního substrátu. Mezi nejpoužívanější se řadí obrábění pomocí CNC frézy nebo obrábění pomocí laseru.[2] Obě metody mají své výhody a nevýhody.

Při obrábění pásky pomocí CNC frézky je nevypálená páska LTCC materiálu upevněna na podklad a následně je pomocí vysokootáčkové frézy odstraňován materiál. Při volbě správných parametrů jako je rychlost pohybu nástroje, pracovní otáčky nástroje, výška vrstvy, která má být odstraněna a dalších, je možné odstranit požadovanou vrstvu nevypáleného LTCC materiálu. Jedním z problémů je samotné obrábění tenkého a měkkého materiálu. Pokud bychom chtěli takto obrábět pouze jednu pásku základního materiálu tak musíme zajistit rovnoměrné uchycení pásky o tloušťce ~100 μm na rovný podklad, aby se základní páska během obrábění nemohla pohybovat. Dalším problémem je samotná přesnost obrábění pomocí mechanického nástroje a nutnost odstranění zbytku materiálu, jehož část zůstane na povrchu obrobené struktury. Proto je výhodné použít metodu frézování pomocí mechanického obrábění

pro větší objemy základního materiálu s následnou možností snadného odstranění zbytků materiálu. Problém mechanického obrábění je především tvrdost LTCC materiálu. V nevypáleném stavu je možné tento materiál odstranit, dochází ovšem k opotřebení obráběcího nástroje vlivem kontaktu s tvrdými skelnými a korundovými částmi. V nevypáleném LTCC materiálu jsou v organickém pojivu velmi tvrdé částečky korundové keramiky (tvrdost 9 na Mohsově stupnici tvrdosti), které způsobují nadměrná opotřebení obráběcího nástroje. Právě z důvodu vysoké tvrdosti částic v pásce základního materiálu je výhodnější použít obrábění pomocí laseru. V dostupné literatuře je možné nalézt více metod, respektive typů použitých laserů pro odstranění vrstvy LTCC základního materiálu. Jednou z možností je použití CO₂ laseru s nízkou energií pulsu. [2,71,79]

Metoda ablace LTCC materiálu pomocí CO₂ laseru je využitelná pouze pro obrábění pásek základního LTCC materiálu v nevypáleném stavu. Princip této metody spočívá v zahřátí organických pojiv v materiálu nad teplotu, při které probíhá pyrolýza organických látek. Po lokálním zahřátí pojivové části nevypálené LTCC pásky, nastává přeměna organického materiálu na plynou fázi, která opouští velmi rychle materiál. V tomto kroku jsou i zároveň vyvrženy pevné částice skelného i keramického materiálu a dochází tak k vytvoření prohlubně. Termín studeného obrábění je použit proto, že teplota přesahuje 400 °C, což je teplota, při které probíhá pyrolýza organických látek, ale tato teplota je přesto příliš nízká pro tavení použitých skelných materiálů.[79]

Pro výrobu mechanických částí a velmi tenkých membrán byla v této práci použita metoda selektivního odstranění materiálu z povrchu LTCC substrátu pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy. Tato metoda spočívá v přesném a kontrolovaném odstraňování z povrchu substrátu pomocí laserových pulsů materiálu o délce 280 fs. Použití ultrakrátkých laserových pulsů k obrábění materiálů přináší celou řadu výhod. Hlavní předností je velmi vysoký plošný výkon záření dopadajícího na povrch obráběného materiálu. Tato metoda je použitelná pro obrábění jak nevypálených substrátů, tak již vypálených LTCC materiálů. Použitý laser má maximální energii jednoho pulsu 0,1 mJ o délce pulzu 280 fs, při použití základní harmonické vlnové délky 1026 nm je možné svazek zaostřit pomocí asférické čočky na kruhovou oblast o průměru 20 µm. Výsledná intenzita záření laserového pulsu je pak 1,3.10¹² W/mm². Při takových to intenzitách záření již dochází k uplatňování nelineárních optických jevů v materiálu ten se pak chová odlišně než při konvenčním obrábění. U konvenčního obrábění pulsy s nanosekundovou délkou dochází nejprve k absorpci záření dle Lambert-Beerova zákona, zahřátí materiálu, roztavení a následně je materiál vypařen. Při obrábění velmi krátkými laserovými pulsy dochází po překročení prahové hustoty energie ihned při dopadu záření k excitaci molekul, narušení vazeb mezi jednotlivými částicemi a následuje odstranění materiálu ve formě plazmatu. V případě použití ultrakrátkých laserových pulsů tak nemusí docházet k nadměrnému zahřívání

obráběného materiálu ani jeho přilehlého okolí. Metodou obrábění velmi krátkými pulsy je možné obrábět velmi tvrdé materiály, křehké materiály, náchylné na poškození vysokou teplotou nebo velmi tenké materiály. [75,81]

Hlavním cílem bylo selektivní odstranění části základní LTCC pásky o definované tloušťce. Během experimentu byly obráběny nevypálené pásky i vypálené struktury. Cílem obrábění v této práci bylo dosáhnout co nejvíce homogenní povrch bez defektů. V případě základní pásky LTCC v nevypáleném stavu je rovnoměrné odstranění materiálu velmi náročné vzhledem k obsahu různých organických a anorganických složek. Příklad porovnání výsledných struktur membrán obráběných při různých parametrech je na Obr. 4.15, kde lze vidět přechod LTCC struktury z celé tloušťky pásky základního materiálu na obrobenou část membrány. Na Obr. 4.15 je viditelný rozdíl ve volbě parametrů pro obrábění, rozdíl mezi vzdáleností jednotlivých drah laserového svazku, kterým je povrch základní pásky rastrován. Na Obr. 4.15 a) je vzdálenost 10 µm a na Obr. 4.15 b) je tato vzdálenost 5 µm.



Obr. 4.15: Porovnání výsledných struktur obráběných membrán a) okraj membrány s periodickým defektem b) okraj membrány bez defektů

Pro testování optimálních parametrů byly voleny parametry uvedené v Tab. 4.1. Pro selektivní obrábění je možné použít i záření s nižší vlnovou délkou 513 nm, kterou může emitovat použitý laserový zdroj. Přechodem na nižší vlnovou délku je možné vytvářet jemnější struktury, stejně jako při použití asférických čoček s kratší délkou ohniska. Při použití nižší vlnové délky bude struktura obráběna laserovým svazkem, který je možné zaostřit na menší plochu. Zaostření laserového svazku na menší plochu přináší výhodu vytváření jemnějších struktur, ale není výhodné pro selektivní odstranění materiálu na větších plochách vzhledem k tomu, že je zapotřebí použít vyšší hustotu řezů materiálem. Během experimentů byly sledovány parametry výsledné hloubky struktury, ale i kvalita povrchu, především s ohledem na pravidelnost vzniklé struktury a její drsnost.

Výrobní krok	Parametry procesu		
Vlnová délka	Vlnová délka: 513 nm, 1026 nm		
Ohnisková vzdálenost čočky	40 mm		
Průměřný optický výkon	1000 mW – 3000 mW		
Opakovací frekvence	30 kHz – 600 kHz		
Hustota pulsů	10000 pulsů/mm – 200 pulsů/mm		
Úhel průchodu svazku	0 ° - 90 °		
Mezera mezi čárami	25 μm – 5 μm		
Posun ohniska	0 mm – 0,5 mm		
Krok z ose Z	5 μm – 20 μm		
Rychlost posuvu	5 mm/s – 20 mm/s		

Tab. 4.1: Parametry použité během optimalizace procesu obrábění základního LTCC materiálu pomocí laseru s ultrakrátkými pulsy

Během experimentů byl zkoumán také vliv vlnové délky na kvalitu a rychlost obrábění povrchu LTCC pásky. Pro experiment byl použit materiál DP951, u kterého je předpoklad na použití v reálné aplikaci s využitím selektivního odstranění části pásky základního materiálu. Mikroobráběcí pracoviště je vybaveno laserem PHAROS s generátorem 2. a 3. harmonické vlnové délky.

Rozdíl v interakci s laserovým pulsem o dané délce je pak především v energetické hustotě pulzu na danou jednotku plochy. Záření o nižší vlnové délce je možné zaostřit do oblasti s menším průměrem než záření o vyšší vlnové délce při použití stejné optické sestavy, resp. čočky. Tento fakt vychází z rovnice Rayleigho zákonu o rozptylu [74]:

$$2\omega_0 = \frac{4M^2\lambda f}{\pi D} \tag{4.3}$$

kde ω_0 je poloměr svazku v ohnisku [mm], M^2 je kvalita svazku optického zdroje [-], f je ohnisková vzdálenost čočky [mm], D je průměr svazku na čočce [mm] a λ je vlnová délka optického zdroje [nm]. Dále je také nutné uvažovat rozdílnou Rayleigho délku z_R , která je dána vztahem [74]:

$$z_R = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda} \tag{4.4}$$

Tyto dva parametry svazku jsou klíčové především pro znalost hustoty energie vyzařovaného pulzu, s tím související velikost obráběné plochy a také rychlost obrábění. Velikost Rayleigho délky je důležitá především pro správné obrobení materiálu, který není dokonale rovný anebo je zvlněný.

Z provedených experimentů plyne, že vzhledem k nízké prahové hustotě energie pulsu potřebné pro obrobení nevypáleného základního substrátu je možné obrábět laserovými pulsy s nízkou energií a malou hustotou pulzů. Při použití nízkých energií a hustot pulzů je možné použít vyšší rychlost posuvu vzorku během obrábění a také použití základní harmonické vlnové délky pro obrábění svazkem o vyšším průměru. S tím souvisí i možnost použití optiky s delším ohniskem.

4.1.2.1 Vyhodnocení podmínek pro ablaci LTCC materiálů

Pro určení prahových hodnot hustoty energie pulsu jednotlivých materiálů je možné použití dvou základních přístupů, metodou obrábění jedné oblasti nebo metodou skenovací (D-scan). Metoda obrábění v jedné oblasti je založena na vystavení zkoumaného materiálu laserovému pulsu zaostřenému na povrch. Postupně se zvyšuje energie pulzu ve chvíli, kdy dojde k odstranění materiálu z povrchu je dosažena prahová hodnota hustoty energie pulzu pro konkrétní počet pulzů. Pro zjištění kumulativní prahové hodnoty je do jednoho místa v krátkém časovém okamžiku přivedeno více pulzů. S vyšším počtem pulsů se snižuje prahová hodnota hustoty energie pulsu daného materiálu. Během metody obrábění jedné oblasti je při zvyšující se energii pulzu sledována změna velikosti ovlivněné oblasti. Výsledek je pak vynesen do grafu, na Obr. 4.16, a proložením křivky je zjištěna prahová hustota energie pulzu pro daný počet pulzů, které působily na povrch materiálu. Velikost obrobené plochy se udává jako druhá mocnina průměru vytvořeného kráteru D_{abl}^2 a při známé prahové hustotě pulzu je možné ji vypočítat dle rovnice [75]:

$$D_{abl}^{2} = 2 \omega_0^{2} ln \left(\frac{F_0}{F_{th}}\right)$$
(4.5)

kde F_0 je hustota energie dopadajících pulsů, F_{th} je prahová hustota energie pulsů, při které dojde k odstranění materiálu z povrchu.

V závislosti na energii pulzu je možné vidět dva režimy obrábění. Režim, ve kterém je materiál obráběn, závisí na dominantním ablačním mechanismu. Pro dielektrické materiály v režimu nízkých energií pulzu dominuje Coulombovská exploze. V tomto režimu je vysokou intenzitou elektrického pole laserového pulzu nabíjena povrchová vrstva dielektrického materiálu, která je následně elektrostatickým nábojem odtržena od povrchu materiálu. V grafu na Obr. 4.16 je znázorněn tento režim odpovídající křivkou "*nízká energie pulzu*", prahová hodnota pro tento jev





Obr. 4.16: Výsledné hodnoty prahových hustot energií pulzů pro různé režimy obrábění nevypáleného materiálu DP 951, 90 pulzů, 513 nm, 100 kHz

V režimu vysokých hustot energií pulzu dominuje naopak efekt velmi rychlého zahřátí materiálu v dané oblasti. Čas, po který působí laserový puls je natolik krátký, že nedojde k vedení tepla z obráběné oblasti a teplota materiálu velmi prudce roste. Materiál na povrchu přechází velmi rychle do stavu přehřáté kapaliny a následně opět velmi rychle přejde do další fáze. V tomto případě dojde k rychlému přechodu materiálu do plynného skupenství a materiál je vyvržen v plynné formě z povrchu materiálu. Vzhledem k tomu, že tento proces probíhá v řádu stovek femtosekund, nedojde k přenosu tepla do okolí a velká část energie v podobě tepla je odstraněna spolu s přehřátým materiálem. Tento jev je pro stejné podmínky, jako jsou popsány v odstavci výše znázorněn křivkou *"vysoká energie pulzu"*, a prahová hodnota pro tento typ obrábění je 4,98 J/cm². [80]

Druhá metoda diagonálního skenování je založena na pohybu laserového svazku v přímce, na Obr. 4.17 osa X, za současného posunu ohniska optického svazku zaostřeného na začátku trajektorie nad substrát a během pohybu se posune pod substrát.



Obr. 4.17: Obrazec obrobený během metody D-scan [81]

V případě použití metody skenování pro zjištění prahové hodnoty hustoty energie pulsů v případě ultrakrátkých pulsů nebude tento obrazec symetrický. Pokud bude ohnisko svazku nad vzorkem, dojde v tomto ohnisku svazku k interakci ultrakrátkých pulsů s molekulami vzduchu a vlivem nelineárních optických jevů bude vlnoplocha dopadajícího svazku rozptýlena. [78]

Šířka stopy laserového svazku, která způsobí odstranění materiálu, se liší v závislosti na energii pulsu a na prahové hustotě energie pulsu. Na Obr. 4.18 je znázorněn princip změny šířky oblasti ovlivněné dopadajícím zářením o určité intenzitě v závislosti na energii laserového pulsu. Oba Gaussovy svazky mají stejnou šířku 4 µm (pro 1/e²), liší se pouze maximální energií. Energie vrcholu pulzu na pravé straně je dvojnásobná, laserový svazek na povrchu materiálu ovlivňuje oblast, která je větší než u svazku se stejnou šířkou, ale nižší energií. Z tohoto důvodu je výhodnější u skenovací metody volit energie pulsu vyšší, aby byla obrobena větší plocha materiálu a bylo tak možné dosáhnout i vyššího kontrastu jednotlivých rozměrů během následného měření. V případě obrábění velkých ploch v režimu vysokých hustot energií je potřeba počítat s tím, že vždy na okrajích obráběné oblasti bude část materiálu odstraněna v nižším energetickém režimu nízkých hustot energií pulsu, což vychází z Obr. 4.16, a může být ovlivněna výsledná kvalita obrobené oblasti.



Obr. 4.18: Závislost velikosti obrobené oblasti na prahové energii a na energii laserového pulsu

Měření prahových hodnot hustot energií pulzů bylo prováděno pouze na jednom nevypáleném substrátu DP 951, protože se všechny nevypálené materiály budou chovat podobně. Složení základních materiálů se sice liší v anorganických složkách, ale jejich složky organické, které se odstraňují během výpalu, jsou velmi podobné. Vyhodnocení získaných dat není v případě neobrobeného materiálu jednoduché. Příklad obrobeného základního materiálu DP951 je na Obr. 4.19, kde je vidět různý stupeň interakce laserového svazku se základním materiálem. V místech blíže vyšších intenzit laserového svazku je vidět odstraňený materiál a směrem od středu stopy laserového

svazku je interakce s materiálem slabší a postupně přechází materiál v neobrobený. Na okrajích řezu je pak vidět ovlivnění laserového svazku základní pásky pouze se změnou barvy substrátu, což značí interakci pouze s částí organických materiálů v základní pásce, ale nezpůsobí zásadní narušení struktury tak, aby došlo k odstranění celého ovlivněného objemu materiálu. Takto ovlivněná část základního materiálu stále mechanicky drží pomocí zbytků přítomných pojiv a nelze ji jednoduše odstranit například proudem stlačeného vzduchu. Na Obr. 4.19 jsou také uvedeny měřené hodnoty, které byly použity pro výpočet prahových hodnot pro obrobení nevypáleného materiálu DP951.



Obr. 4.19: Obrobený základní materiál DP951 femtosekundovým laserem s vlnovou délkou 513 nm, frekvencí 5 kHz a energií pulsů (21,24,27,30) μJ

Prahové hodnoty hustoty energií pulsu pro jednotlivé superpozice laserových pulzů jsou uvedeny v grafu na Obr. 4.20. Z tohoto grafu je patrné, že prahová hustota energie pulzu pro obrobení základní pásky DP951 je nižší než dostupné hodnoty pro obě její hlavní složky (F_{th} [BK7] = 2,6 J/cm², 4,5 F_{th} [Al₂O₃] = 5,9 J/cm²) dle dostupných literárních pramenů. [75-77] To znamená, že během obrábění nedochází k odstranění přímo molekul materiálu, ale tento materiál, který je přítomen v podobě jemného prášku rozptýleného v organickém pojivu je odstraněn spolu s organickým materiálem, který je vytržen z povrchu materiálu.



Obr. 4.20: Graf závislosti prahové hustoty energie pulzu v závislosti na superpozici pulzů během obrábění pro metodu jednoho bodu a pro skenovací metodu na nevypáleném substrátu DP951

Prahové hustoty energie pulsu pro vypálené LTCC materiály byla již zjišťována pro všechny dostupné typy, uvedené v kapitole 3.2. Příklad interakce laserového svazku s vypáleným materiálem DP951 během metody testování prahové hodnoty metodou D-scan je vidět na Obr. 4.21. Na obrázku je opět patrná nesymetrická struktura, což je způsobeno charakterem laserového pulsu a jeho interakcí se vzduchem. Na obrázku jsou také vidět dva různé typy interakce laserového svazku s obráběným materiálem. Opět v případě materiálu, který byl blízko středu vytvořeného obrazce přeostřeným laserovým svazkem, je materiál odstraněn tak, jak je očekáváno na základě překročení prahové hustoty energie pulzu, což je vyznačeno na Obr. 4.21. Mimo oblast, která je ovlivněna dle teorie a geometrie obrazce na Obr. 4.17 je patrná oblast ovlivněná laserovým svazkem, která je mimo tuto teoreticky ovlivněnou oblast. V této oblasti vyznačené na Obr. 4.21 je patrná změna struktury materiálu na povrchu LTCC substrátu. Struktura v této oblasti má stejnou charakteristiku jako struktura na Obr. 4.23 b). Rozdíl mezi těmito strukturami je v tom, že v případě testovací struktury pro určení prahové hodnoty hustoty energie pulzu metodou D-scan je ovlivněná oblast podstatně menší, celková dodaná energie je také nižší a tím pádem celkové zbytkové teplo je nižší a nedoje tak z vytvoření většího množství nataveného materiálu vlivem působení zbytkového tepla po obrábění nezaostřeným svazkem, respektive laserovými pulsy s hustotou energie podstatně nižší, než je potřeba pro odstranění materiálu. Pokud se tedy použijí laserové pulsy o výrazně nižší energii s vyšší hustotou, dochází k absorpci energie laserového pulsu a tato energie je převedena na teplo, jehož působením dojde k přetavení skelné složky v základní pásce.



Obr. 4.21:Obrobení LTCC substrátu DP951 pro zjištění prahových hodnot hustoty energie pulzu metodou D-scan

Během obrábění pomocí ultrakrátkých pulsů jsou selektivně odstraňovány materiály z povrchu substrátu. Prahové hodnoty hustoty energie pulzu pro vypálený substrát v závislosti na superpozici pulzů jsou uvedeny v grafu na Obr. 4.22. S vyšší superpozicí laserových pulsů se opět snižuje prahová hustota energie pulsu potřebná pro odstranění materiálu z povrchu. Vzhledem k tomu, že základní LTCC páska není složena pouze z jednoho materiálu, je každá složka pásky odstraňována jinak rychle. V obráběném materiálu je nejvíce zastoupen korund (Al₂O₃), křemen (SiO₂) a další skelné složky a organické sloučeniny. Působením laserového svazku s hustotou energie pulsu vyšší, než hodnota pro daný materiál dochází ke dvěma možným efektům.



Obr. 4.22: Závislost prahové hustoty energie pulzu na superpozici pulzů během testování metodou D-scan pro vypálený substrát DP951

Nízkoenergetický režim při obrábění dielektrických materiálů se vyznačuje dominantním efektem Coulombovské exploze, zatímco fázová exploze se vyskytuje u vysokoenergetického obrábění. Hlavním rozdílem mezi těmito režimy je v způsobu chování materiálu, který je odstraněn z povrchu. U vysokoenergetického obrábění nastává v oblasti dopadu záření tavení materiálu vlivem působení zbytkové energie laserového záření, které nezpůsobuje obrábění a může tak v této oblasti vznikat amorfní nebo polykrystalická fáze materiálů. U vysokoenergetického obrábění je větší oblast ovlivněná zbytkovým teplem.



Obr. 4.23: Frézované základní pásky LTCC před procesem výpalu při použití různé hustoty energie svazku pro obrábění a) $E_0 = 10 \ \mu J$, N = 10000 b) $E_0 = 20 \ \mu J$, N = 10000 c) $E_0 = 20 \ \mu J$, N = 1000

Na Obr. 4.23 jsou příklady výsledků provedených experimentů při nastavení výchozích parametrů během obrábění nevypálené základní pásky DP951. V případě výroby tenkých membrán byl volen přístup obrobení nevypáleného základního materiálu s následným výpalem. Důvodem pro tento postup je především možnost eliminace náhodných poškození struktury membrány po výpalu. Pokud by došlo k poškození membrány během obrábění již vypálené struktury, není možné již tuto strukturu bezpečně použít. Pokud je obráběn nevypálený základní materiál tak při jeho mírném poškození může dojít k vyrovnání defektu během procesu výpalu. Pokud je poškození většího rozsahu, tak je identifikováno již před procesem výpalu a daný výrobek je vyřazen z výrobního procesu.

Na Obr. 4.23 a) je příklad obrábění pulsy s příliš vysokou hustotou. V takovém případě dochází k hromadění zbytkového tepla v materiálu a dochází pak k přetavení skelné složky, stejně jako tomu bylo v případě metody pro zjišťování prahové hustoty energie pulsu pro obrábění na Obr. 4.21. V případě interakce, která je zobrazena na Obr. 4.23 b), dochází k dodání energie o takové velikosti, že odpaří materiál na povrchu. Prahová hustota energie pulsu je nižší s rostoucí hustotou pulsů a dochází k odstranění materiálu rychleji. Odstraněný materiál ale není dostatečně rychle odveden z povrchu a dochází k jeho hromadění. Výsledek obrábění základní pásky

v vysokoenergetickém režimu s nízkou hustotou pulzů je na Obr. 4.23 c). Na tomto obrázku je vidět dobrá definice obráběného tvaru a povrch obrobené a vypálené pásky je homogenní s výjimkou přítomných částic korundu na povrchu obrobené oblasti. Použitá energie pulsu a hustota pulsů byla zvolena v optimálním poměru pro kompletní odstranění materiálu bez znatelného ovlivnění zbytkovým teplem.

4.1.2.2 Optimalizace procesních parametrů selektivního odstranění materiálu ablací ultrakrátkými pulzy

V průběhu testování vhodných parametrů obrábění povrchu LTCC materiálů často docházelo problémům s nerovnoměrným odstraněním materiálu základní pásky po celé obráběné ploše. Častým defektem bylo odstranění většího množství materiálu z okraje obráběné oblasti v porovnání s ostatními oblastmi. Tento defekt je zobrazen na Obr. 4.24, vyfoceno digitálním mikroskopem KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E100, 200x zvětšení). Na okrajích obráběného motivu byla část pásky odstraněna do větší hloubky než u zbytku membrány.



Obr. 4.24: Selektivně odstraněný materiál z povrchu LTCC pásky pomocí ultrakrátkých pulsů s defektem na okraji struktury, KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E100, 200x zvětšení)

Tento efekt je velmi dobře vidět na Obr. 4.24, kde je tmavě modrou barvou označena oblast, kde je odstraněn materiál do větší hloubky než v ostatních částech struktury. Tento jev vzniká v případě, kdy je použita příliš vysoká rychlost obrábění v režimu hustoty laserových pulsů nebo v případě režimu konstantní frekvence laserových pulsů. Na počátku a konci oblasti obrábění je vlivem limitujícího zrychlení rychlost posuvného stolku nižší, než se kterou počítá obráběcí software. Vlivem nízké rychlosti dojde ke zvýšení hustoty pulzů na okrajích struktury, což vede k většímu úbytku materiálu. Provedené experimenty ukazují, že tento defekt je možné odstranit použitím nižší rychlosti v režimu obrábění definicí hustoty pulsů, která je konstantní,

frekvence pulsů je tedy proměnná v závislosti na aktuální rychlosti během zrychlování nebo zpomalování pohybu polohovacího stolku na začátcích a koncích pohybu.



Obr. 4.25: Příklad obrobené membrány pro výrobu tlakového senzoru a) horní pohled b) boční pohled

Při vhodné volbě parametrů odstupu jednotlivých drah laserového svazku je možné dosáhnout drsnosti obrobené plochy, která je identická s drsností povrchu neobrobeného základního materiálu bez dalších úprav. Důležitá je také vhodná volba energie svazku v kombinaci s počtem laserových pulsů, které se překrývají. Je potřeba, aby došlo k rovnoměrnému odstranění všech přítomných materiálů v základní pásce.

Další z možných defektů, které je vidět na Obr. 4.26, jsou periodické změny v množství obrobeného materiálu na povrchu základní pásky, foceno na KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E500, 1000x zvětšení). Tento efekt je způsoben volbou odstupu jednotlivých čar během ablace. Odstup jednotlivých drah laserového paprsku je velmi kritický především z hlediska rychlosti obrábění povrchu materiálu a také z hlediska výsledné kvality obrobení.



Obr. 4.26: Zřetelné rýhy na povrchu LTCC pásky způsobené příliš velkou vzdáleností jednotlivých řezů během ablace povrchu, KEYENCE VHX-7000 (objektiv VHX-E500, 1000x zvětšení)

Pokud jsou parametry pro obrábění voleny tak, že hustota energie pulsů je pod prahovou hodnotou některého materiálu, nedochází pak k jeho odstraňování laserovými pulsy, ale může dojít pouze k jeho mechanickému odstranění spolu s materiálem, který je obráběn a vysokou rychlostí opouští materiál ve formě elektronového plynu. Takový mechanismus ovšem nezaručí odstranění veškerých částic neobrobeného materiálu a může dojít k tomu, že tento materiál ve větší míře zůstane na povrchu obrobené plochy, což je vidět na Obr. 4.27. Zde je vidět základní materiál po ablaci s hustotou energie pulsu pod prahovou hodnotou pro obrobení korundu. Zbytky korundového prášku jsou pak vidět na povrchu obrobené membrány. Povrch obrobené základní pásky má pak vyšší drsnost než neobrobený materiál.



Obr. 4.27: Porovnání povrchu základní pásky LTCC DP951 po výpalu a) neobrobený b) obrobený před výpalem

Při správně nastavených parametrech je drsnost povrchu obrobené části základní pásky shodná s drsností pásky před laserovou ablací. V grafu na Obr. 4.28 je vidět profil povrchu základní pásky s vytvořenými strukturami. Jednotlivé struktury byly obráběny při různých parametrech hustoty laserových pulzů. Již u čtvrté obráběné struktury je patrná deformace tvaru spodní části obrobené základní pásky. Pokud je použita vyšší hustota pulzů, není již materiál z povrchu pásky odstraňován rovnoměrně, odstraněný materiál není odváděn z obráběné oblasti dostatečně rychle vzhledem k rychlosti odstraňování materiálu a může pak docházet k zanesení povrchu obráběné struktury a dalším souvisejícím defektům. Drsnost povrchu neobrobené základní pásky v grafu na Obr. 4.28 je $R_a = 0,46 \ \mu m$, v případě první obrobené struktury je drsnost na její spodní části $R_a = 0,44 \ \mu m$, což je zanedbatelný rozdíl. V takovém případě lze vytvořenou strukturu považovat za správně obrobenou.



Obr. 4.28: Profil povrchu základní pásky s odstraněnými částmi fs-laserem, měřeno kontaktním profilometrem

Velikost obrobené oblasti je závislá na dvou hlavních faktorech, volbou laserového zdroje (optické trasy, čočky, vlnovou délkou použitého světla a energie pulsu), viz Obr. 4.18 a materiálu. U materiálu, který je obráběn, je důležitá především prahová energie potřebná pro odstranění obráběného materiálu.

Z grafu na Obr. 4.29 je patrná jasná závislost množství odstraněného materiálu z povrchu v závislosti na celkové dodané energii během obrábění základní pásky. V tomto grafu jsou zobrazeny hodnoty, pro již vypálený substrát DP951, obráběný laserovými pulzy o různých vlnových délkách a frekvencích. Největší odstraněný objem materiálu je při nejvyšší dodané energii. Množství odstraněného materiálu se liší v závislosti na frekvenci laserových pulsů použitých pro obrábění, protože každé z frekvencí odpovídá různá energie pulzu. S energií pulzu souvisí hodnota plošné hustoty energie pulzu, která určuje, zda je materiál, na který záření dopadá odstraněn nebo ne.



Obr. 4.29: Porovnání odstraněného objemu materiálu jedním laserovým pulzem pro různé nastavené parametry obrábění

Závislost velikosti odstraněného objemu z povrchu pásky v závislosti na hustotě pulzů je vidět v grafu na Obr. 4.30 pro dvě různé vlnové délky a různé energie pulzů. Vzhledem k použitým rychlostem a hustotám pulzů je možné proces obrábění ještě urychlit. Je potřeba ale stále dbát na rychlost generace částic na povrchu obráběného materiálu a rychlost jejich odstranění, aby nedocházelo k hromadění materiálu a zanášení obráběné oblasti s následným vznikem defektů a nerovnoměrností.



Obr. 4.30: Závislost odstraněného objemu materiálu na hustotě laserových pulzů pro různé procesní parametry

4.1.2.3 Zhodnocení dosažených výsledků

Zcela nová metoda vytvoření tenkých membrán byla experimentálně ověřována za použití laseru s ultrakrátkými pulsy. Principem této metody je použití laseru k selektivnímu odstranění vrstvy základní pásky a vytvoření membrány o nižší tloušť ce, než je samotná základní páska. Nejprve však musely být jednotlivé základní materiály charakterizovány z hlediska vhodnosti pro obrábění, aby nedocházelo k výskytů defektů jako na Obr. 4.15. Charakter nevypáleného LTCC materiálu je u všech dostupných materiálů stejný. Ověřován byl jen jeden nevypálený základní materiál DP951. Vypálené materiály byly ověřovány již všechny z důvodu jejich odlišného složení a poměru keramických a skelných částic.

Pro zjištění prahových hodnot hustot energií pulsu byly použity dvě metody, obrobení jedné oblasti a D-scan. První zmiňovaná metoda v případě použití na LTCC materiálu není příliš vhodná, protože je náročná na správnost vyhodnocení získaných výsledků. Vyhodnocení výsledků je obtížné vzhledem k členitosti struktury v porovnání s analyzovanými změnami na povrchu. Analýzou velikosti odstraněné oblasti je možné získat hodnoty z Obr. 4.16, kde jsou vidět různé režimy obrábění základní pásky.

Vhodnější metodou je tak D-scan (Obr. 4.19), kterou je možné podstatně lépe vyhodnotit. Analyzovány byly hodnoty prahových hustot energií pulzů pro různé hodnoty superpozice pulzů. Prahové hodnoty hustoty energie pulsů při vlnové délce 513 nm, superpozici pulzů 20 a energii pulzu 20 µJ byly hodnoty pro materiál CG Ceramtec 2,19 J.cm⁻², HL2000 1,71 J.cm⁻², vypálený DP951 2,7 J.cm⁻² a nevypálený DP951 0,47 J.cm⁻². V dalších experimentech bylo stanoveno optimální rozmezí parametrů pro obrábění povrchu základní pásky pro obě použité vlnové délky. Rozmezí volených parametrů pro obrábění je energie od 2 µJ do 15 µJ, hustota pulsů od 500 mm⁻¹ do 6000 mm⁻¹ s a rozestup jednotlivých čar do 20 µm v závislosti na vzájemné kombinaci těchto parametrů. V takovém případě je potřeba sledovat množství odstraněného materiálu jedním pulzem. Graf závislosti množství odstraněného materiálu jedním pulzem. Graf závislosti množství odstraněného materiálu jedním pulzem je ideální použít vyšší energii pulzu při nižší hustotě pulzů na jednotku délky.

Během experimentů byl sledován a vyhodnocován celkový čas opracování dané struktury. V případě například membrány pro tlakové senzory s větší plochou je potřeba dosáhnout optimálních parametrů zaručujících kvalitu opracování a dostatečnou rychlost pro možnost sériové výroby.

4.1.3 Návrh a realizace pasivních tlustovrstvých nosníků

Během přípravy specifických struktur z LTCC materiálů může vyvstat potřeba výroby mechanické nebo senzorické části, která má na klasickou LTCC technologii

nereálné požadavky, například na tloušťku struktury. Pokud je požadavek vytvořit část struktury o tloušťce pod 50 μm, s největší pravděpodobností nebude možné použít nevypálené LTCC pásky. Důvodů je několik, především by byl problém s jejich zpracováním. I když existují metody, jak vytvořit velmi tenké pásky nebo je obrobit na požadovanou tloušťku, tak při kombinaci více specifických požadavků může být zadání pro LTCC základní materiál nerealizovatelné. V případě, že mechanické vlastnosti tlustovrstvých past pro konkrétní použití dostačují, potom je možné použít volně stojící tlustovrstvé struktury neboli struktury z tlustovrstvých past bez podpory substrátu.

Pro experimentální výrobu nosníků z tlustovrstvých past byly použity dostupné substráty, Heraeus HL2000, DuPont 951 a Ceramtec CG. Zároveň byla ověřována kompatibilita klasických tlustovrstvých past. Vzájemná kompatibilita s klasickou tlustovrstvou technologií byla zkoumána především kvůli možnosti použití tlustovrstvých past s rozdílným složením, například vodivé pasty s příměsí paladia nebo odporové pasty, které nejsou vyráběny pro daný materiálový systém. Příklad deformace nosníku během výroby při použití materiálů s různou změnou rozměrů během výpalu je na Obr. 4.31.



Obr. 4.31: Příklad deformace nosníku během výroby při použití materiálů s různou změnou rozměrů během výpalu

Během testů se ukázal problém s kompatibilitou materiálových systémů s vyšší mírou smrštění během výpalu v osách X, Y. Pro tyto materiálové systémy (konkrétně DuPont DP951 a Ceramtec CG) bylo nutné použít pasty přímo určené pro konkrétní materiálový systém se změnou rozměrů odpovídající základnímu materiálu. Důvodem je hlavně rozdílná změna rozměrů substrátu oproti natištěné tlustovrstvé pastě. Pokud tlustovrstvá pasta obsahuje skelnou složku s jinou teplotou měknutí, potom dojde k nerovnoměrnému smrštění, a to pak vyústí v deformaci volně stojící struktury. Přestože základní materiál DuPont DP951 vykazuje změnu rozměru v osách X, Y během výpalu, se správně zvolenou tlustovrstvou pastou pro výrobu volně stojící struktury je možné dosáhnout struktury bez deformace, s vysokou mechanickou

pevností a dobrou opakovatelností výrobního procesu.

4.1.3.1 Příprava vzorků pro experiment

Všechny vzorky určené pro experiment byly zpracovány dle doporučeného postupu pro výrobu LTCC struktur uvedeného v kapitole 4.1.1.2. Nejdříve byly jednotlivé vrstvy vyřezány z nevypálených pásek LTCC pomocí laseru. Po řezání na jednotlivé přířezy následovala stabilizace pásek po dobu 30 minut při 80 °C (Heraeus HL2000) a 120 °C (Ceramtec CG a DuPont DP951). Laminace probíhala ve více krocích metodou progresivní laminace. Tato metoda byla volena především proto, že pro testování bylo potřeba vyrobit volně stojící struktury, které budou během výroby dočasně umístěny na uhlíkovém materiálu, který je během výpalu odstraněn. Proto je potřeba nejdříve laminovat pouze část složenou z LTCC materiálu. Testovací struktura je znázorněna na Obr. 4.32 a), jednotlivé vrstvy pro progresivní laminaci jsou uvedeny na Obr. 4.32 b).



Obr. 4.32: Testovací struktura pro ověření vyrobitelnosti tlustovrstvých nosníků a) vyrobený vzorek b) návrh struktury pro testování

Vytvoření dočasné výplně je možné pomocí dvou metod. První metodou je laminace uhlíkových pásek složených z čistého uhlíku a organických pojiv (vyrábí firma C12 Technology). Tato páska je dodávána ve dvou základních tloušťkách. Uhlíkové pásky je možné, podobně jako základní pásky LTCC substrátu, řezat pomocí laseru na požadované rozměry. Nevýhodou těchto pásek je horší manipulace, nutnost přesného řezání jak uhlíkové pásky, tak i LTCC pásky a omezení tloušťky vrstvy. V řadě aplikací není kritický rozdíl ve výšce základní pásky LTCC materiálu a uhlíkové pásky dočasné výplně. V případě výroby mikrofluidních struktur nebo vnitřních dutin, u kterých není kritické přesné zachování geometrie, je použití pásek s dočasnou výplní výhodné. Pro výrobu volně stojících tlustovrstvých nosníků je však potřeba zachovat co nejnižší výškový rozdíl mezi substrátem a dočasnou výplní.

Z výše uvedených důvodů byla po úvodních experimentech zvolena druhá metoda výroby dočasné výplně pro podporu volně stojících tlustovrstvých struktur. Touto metodou byla výplň ve formě pasty složené z uhlíkových částic, organického pojiva, rozpouštědla a disperzního činidla.
Dočasné výplně ve formě pasty zajišťují dostatečné vyplnění všech částí dutiny až po samotný okraj a nedochází pak k deformacím tlustovrstvých struktur na jejích okrajích. Nevýhodou tohoto řešení je horší rovinnost povrchu takovéto výplně a velmi složitý výrobní postup u vyplňování složitějších a strukturovaných dutin. Proto je pro konkrétní aplikaci volit správnou metodu výroby dočasné výplně.



Obr. 4.33: Substrát pro testování mechanické pevnosti volně stojících struktur s uhlíkovou pastou jako dočasnou výplní

Během výroby volně stojících struktur je také potřeba dbát na dostatečně homogenní vyplnění podkladního materiálu pro tlustovrstvou pastu. V případě znázorněném na Obr. 4.33 nebyla dočasná výplň až na samotném kraji některých struktur a došlo tak při procesu laminace k deformaci natisknuté vrstvy. Tato deformace se následně ukázala jako kritická během procesu výpalu, kdy došlo k přerušení tlustovrstvé pasty.

Dalším výrobním krokem je laminace struktury, u struktur s uzavřenou dutinou byla nejprve laminována zvlášť spodní část dutiny a vrchní část dutiny a poté byly obě části laminovány k sobě. Následně byla nanesena do dutiny dočasná výplň a struktura byla ještě jednou laminována, aby došlo k vyrovnání vrstvy výplně a k vyplnění veškerých mezer. U struktur, kde byla použita dočasná výplň ve formě uhlíkových pásek, probíhala laminace v jednom kroku tak, že byly nejprve všechny vrstvy naskládány a sesazeny na sebe a následně byla celá struktura laminována.

Pro nanesení tlusté vrstvy na LTCC substrát a na dočasnou výplň byly použity dvě metody, sítotisk a tisk přes šablonu. Nejdříve byla zkoumána vhodnost použití standardní metody sítotisku. Pomocí sítotisku je možné nanášet vrstvy s poměrně vysokým rozlišením. Tisknuté vrstvy mají také nedeformovaný obdélníkový průřez a jejich tloušťka zůstává v celé délce téměř konstantní. Pomocí sítotisku lze nanášet pouze vrstvy o tloušťkách řádově desítky mikrometrů. Standardní tloušťka jedné vrstvy

vytvořené sítotiskem stříbrnou tlustovrstvou pastou je 3 - 15 μ m. To znamená, že pro vyšší tloušťky volně stojících struktur je nutné provádět vícenásobný tisk spolu s více kroky zasušení vrstvy, tento postup pak vnáší do celého procesu vyšší chybovost a časovou náročnost. Nevýhodou sítotisku je tlak působící během tisku na podkladní vrstvy, které se nacházejí pod sítem a stěrkou. K tomu, aby byla tlustovrstvá pasta kvalitně protlačena skrz síto je zapotřebí aplikovat poměrně vysoký tlak. Tento tlak může mít velký dopad na vrstvy dočasné výplně a může dojít i k deformaci podkladní vrstvy.

Druhá metoda vhodná pro nanášení tlustovrstvé pasty pro výrobu volně stojících struktur je metoda šablonového tisku. Hlavní rozdíl mezi těmito dvěma metodami je v tloušť ce nanesené vrstvy a v jejím průřezu. Šablonový tisk probíhá tak, že je na povrch substrátu definovaně přiložena šablona s otvory v místech, kde má být nanesena tlustovrstvá pasta. Tato šablona má tloušť ku 100-150 µm, materiál šablony může být z plastu nebo s nerezové oceli. Přes tuto šablonu je pak pomocí stěrky protlačena tlustovrstvá pasta, která ulpí na podkladním substrátu. V případě obou metod po nanesení tlustovrstvé pasty následuje zasušení, které probíhá při teplotách po určitou dobu podle typu materiálu, většinou po dobu 10 minut na 80 °C (HL2000) nebo 120 °C (Ceramtec GC and DuPont DP 951).

Po tisku tlustovrstvého motivu již následuje výpal celé struktury. Vzhledem k tomu, že je v celém výrobku přidané velké množství organického materiálu, je potřeba náležitě upravit i vypalovací profil. Nejdůležitější je úprava té části vypalovacího profilu, kde dochází k odstranění organických složek ze struktury. U každého vypalovacího profilu byl přidána pozvolnější rychlost náběhu na teplotu, při které probíhá odstranění organických složek dočasné výplně. Další změnou vypalovacího profilu je nastavení výdrže teploty na 625 °C, kdy dochází k odstranění dočasné výplně z uhlíkových částic.

4.1.3.2 Mechanické testování volně stojících struktur

Mechanické testy volně stojících struktury byly prováděny metodou tahových zkoušek na zařízení DAGE PC-2400 pomocí nástroje pro testování síly spojů vytvářených mikrodrátky. Průběh testování je na Obr. 4.34.



Obr. 4.34: Vzorek s vytvořenými nosníky z tlustovrstvé pasty během zkoušky pevnosti tahem

Nástroj pro testování mikrodrátků je ve tvaru písmene L a před započetím testování je vsunut pod testovaný vzorek. Po spuštění testování nástroj vyjíždí směrem nahoru definovanou rychlostí a současně je měřeno, jaká síla na tento nástroj působí. Geometrie jednotlivých volně stojících struktur byla volena tak, aby jejich šířka nebyla větší, než je délka rovné části konce testovací nástroje, což je 0,4 mm. Pro dosažení co nejvyššího rozlišení měření byl měřený rozsah zvolen 100 g, což pro většinu vyrobených struktur znamenalo zničení.

Během testování bylo měřeno minimálně 11 vzorků od každého geometrického rozměru struktury, aby bylo možné ověřit opakovatelnost výrobního procesu. Výsledné maximální zatížení pro jednotlivé geometrie volně stojících struktur jsou uvedeny na Obr. 4.35. Měřené vzorky byly vyrobeny z LTCC materiálu HL2000 s použitou tlustovrstvou pastou TC0306.



Obr. 4.35: Hodnoty maximálního zatížení tlustovrstvých nosníků, měřeno na DAGE PC-2400 Z grafu je patrný trend narůstajícího maximálního zatížení s šířkou vrstvy a její

pokles s rostoucí délkou. Během testování také docházelo k selháním, která neodpovídala klasickému chování struktury, ale byla způsobena defekty během výroby samotné struktury. Maximální zatížení struktur je tak v souladu s předpokladem, který vychází z fyzikálních vlastností struktury.

4.1.3.3 Zhodnocení dosažených výsledků

Dále byla ověřena možnost použití tlustovrstvé pasty jako tenkých nosníků pro senzorické aplikace. Během experimentů byl optimalizován proces výroby tlustovrstvých nosníků na dvou typech LTCC materiálu. V obou případech tyto nosníky splňovaly požadavky na použití v senzorických aplikacích. Testována byla také jejich mechanická pevnost, která se ukázala být dostatečná i pro trvalé uchycení seismické hmoty. Maximální hodnoty zatížení tlustovrstvých nosníků dosahovaly 60 g.

4.2 Aplikace technologických postupů v přípravě senzorů

V předchozích kapitolách byla diskutován a prozkoumána celá řada postupů pro přípravu struktur použitelných v oblasti senzorové techniky a optoelektroniky. V následujících kapitolách jsou tyto postupy aplikovány pro přípravu senzorických struktur použitých v praxi.

4.2.1 Tlakové senzory realizované v technologii LTCC

Senzory tlaku jsou jedny z nejčastěji používaných senzorů fyzikálních veličin v průmyslových aplikacích. V kapitole 1.1.7 jsou popsány možné konstrukce a použité principy pro výrobu senzorů tlaku v technologii LTCC. Během řešení disertační práce byl zvolen princip vyhodnocení deformace membrány na principu optických vyhodnocovacích metod. Největší výhodou zvoleného konceptu měření tlaku vyhodnocení optického signálu, je odolnost na základě konstrukce proti elektromagnetickému rušení, odolnost proti silným magnetickým polím, možnost použití ve výbušných prostředích a mnoho dalších výhod plynoucích jak z konceptu použití optických metod snímání průhybu membrány, tak i použití materiálů LTCC. Optické senzory tlaku je možné vyrobit v rozsahu tlaků pro měření od atmosférického tlaku až po stovky barů rozdílu tlaku mezi vnějším prostředím a vnitřní dutinou senzoru. Jednoduše je také možné přizpůsobit daný senzor různým způsobům uchycení a montáže do sestavy, kde je měřený tlak.

4.2.1.1 Teorie měření tlaků pomocí deformace membrány měřené Fabry-Pérotovým rezonátorem

Pro přesné měření deformace membrány je v této práci používán princip vyhodnocení na základě měření délky Fabry-Pérotova rezonátoru. FP rezonátor se

skládá ze dvou zrcadel, z nichž je minimálně jedno částečně propustné pro optické záření. Při vstupu optického záření do dutiny rezonátoru dochází k odrazu a průchodu záření do dutiny v závislosti na typu a odrazivosti zrcadla podle rovnice [82]:

$$T = R - \alpha. t \tag{4.6}$$

kde *T* je průchozí signál [-], *R* je odražený signál [-], α je absorbance optické vrstvy [cm⁻¹] a *t* je tloušťka optické vrstvy [cm]. Pokud při návrhu rezonátoru počítáme pouze se vstupním optickým vláknem bez další úpravy tak je použita pro výpočet odrazivosti Fresnelova rovnice v případě kolmého dopadu optického svazku na rozhraní dvou materiálů [83]:

$$R = \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}\right)^2 \tag{4.7}$$

kde n_1 je index lomu prostředí 1 [-] a n_2 je index lomu prostředí 2 [-]. Odražená část optického záření na rozhraní optického vlákna a vzduchu je 0,04. Pro aplikaci v optických senzorech tlaku je výhodné použití rezonátorové dutiny s polopropustným zrcadlem tvořeným kovovou nebo dielektrickou vrstvou. V rámci experimentů byly provedeny měření s oběma typy vrstev na konci optického vlákna zavedeného v dutině senzoru.



Obr. 4.36: Konec optického vlákna s napařenou zlatou vrstvou o tloušťce 20 nm V případě optického signálu dopadajícího na zmíněné rozhraní prochází část

signálu s nezměněnou fází a část signálu, která je na rozhraní odražena s opačnou fází. Tento jev nastává i u vícevrstvých dielektrických zrcadel, kovových zrcadel na optických rozhraních i na koncích rezonátorů. Poměr odraženého výkonu je možné vypočítat po dosazení do rovnice (4.8) a následně je poměr procházejícího výkonu vypočítán z rovnice (4.9) [83]:

$$R = \frac{\left(\sqrt{R_1} - \sqrt{R_2} V\right)^2 + 4\sqrt{R_1R_2} V sin^2(kL)}{\left(1 - \sqrt{R_1R_2} V\right)^2 + 4\sqrt{R_1R_2} V sin^2(kL)}$$
(4.8)

$$T = \frac{(1 - R_1)^2}{\left(1 - \sqrt{R_1 R_2} V\right)^2 + 4\sqrt{R_1 R_2} V sin^2(kL)}$$
(4.9)

kde R_1 a R_2 je odrazivost zrcadel [-], V je ztrátový faktor při jednom průchodu rezonátorem [-], k je $k = 2 \pi / \lambda$ vlnové číslo [nm⁻¹], λ je vlnová délka záření ve vakuu [nm] a L je vzdálenost mezi zrcadly [mm]. Velikost signálu v průchodu a v odrazu je závislá na výsledku funkce určující fázi signálu kL jak je znázorněno na Obr. 4.37. K maximálnímu průchodu optického signálu dochází, pokud je splněna podmínka uvedená v rovnici [83]:

$$\sin(kL) = 0 \rightarrow \lambda = \frac{2L}{q}, q = 1, 2, 3, ...$$
 (4.10)

Podmínka popsaná v rovnici (4.10) udává periodicitu opakování minimální a maximální intenzity ve spektru průchozího signálu. Maximální intenzity signálu v průchodu jsou odděleny vzdáleností definovanou jako volný spektrální rozsah (Free Spectral Range - FSR), vztah pro výpočet je uveden v rovnici (4.13). Z principu funkce optického rezonátoru tak dochází ke vzniku stojatého vlnění, které splňuje podmínku rezonančních frekvencí, mezi dvěma zrcadly.



Obr. 4.37: Spektra optických signálů po průchodu FP rezonátorem a) spektrum optického signálu po průchodu FP rezonátorem b) spektrum optického signálu odraženého FP rezonátorem

Maximální procházející intenzita optického záření tudíž musí splňovat podmínku pro rezonanční vlnovou délku, která se musí rovnat celočíselnému násobku poloviny rezonanční vlnové délky a musí být rovna celočíselnému násobku délky rezonanční dutiny. Pro účely konstrukce optických vláknových senzorů tlaku nám postačuje pouze graf pro intenzitu signálu odraženého z FP dutiny. Mezi nejdůležitější parametry FP rezonátoru patří [83]:

• Maximální průchozí signál

$$T_{max} = \frac{(1 - R_1)(1 - R_2) V}{\left(1 - \sqrt{R_1 R_2} V\right)^2}$$
(4.11)

• Šířka pásma (Full Width Half Maximum – FWHM)

$$\delta \nu = \left| ln \left(\sqrt{R_1 R_2} V \right) \right| \frac{c_0}{2L}$$
(4.12)

• Volný spektrální rozsah (FSR)

$$\Delta \nu = \frac{c_0}{2L} \tag{4.13}$$

Běžně se u FP rezonátorů udávají především dva parametry, a to jemnost - F (4.14) a kvalita rezonátoru - Q [83]:

$$F = \frac{\Delta v}{\delta v} = \frac{\pi}{\left| ln(\sqrt{R_1 R_2} V) \right|}$$
(4.14)

$$Q = 2\pi\,\Delta v\,\tau = \frac{v}{\delta v} \tag{4.15}$$

Součástí výrobního procesu specifického senzoru tlaku (rozměry a rozsah měřených tlaků) je výpočet optimálních parametrů optického rezonátoru. Velikost odraženého signálu a citlivost spektra odraženého z rezonátoru je závislá na optických parametrech odrazivé vrstvy, optického vlákna a povrchové a geometrické úpravy. Dalším určujícím parametrem je optická délka dutiny rezonátoru. Ilustrace výsledku analýzy velikosti odraženého signálu a citlivosti na změnu délky dutiny rezonátoru je na Obr. 4.38.



Obr. 4.38: Graf závislosti normalizované intenzity optického signálu a citlivosti Fabry-Pérotova rezonátoru v závislosti na délce rezonanční dutiny

Graf na Obr. 4.38 lze interpretovat pro praktickou aplikaci v senzorech tlaku. Z tohoto grafu je patrné, že je možné dosáhnout vyšší citlivosti senzoru tlaku při kratších FP rezonátorech vytvořených v dutině senzoru mezi koncem optického vlákna a odrazivou plochou. V praxi to znamená, že při použití stejného zařízení pro vyhodnocení a analýzu optického spektra, bude přesnost měření vyšší pro kratší FP rezonátor, i když bude mechanická konstrukce samotného těla senzoru identická. Experimentálním měřením bylo ověřeno, že ideální z hlediska citlivosti a vyhodnocení je snímat v daném spektrálním rozsahu minimálně sedmi rezonančních vlnových délek (minimální intenzita odraženého signálu) pro eliminaci vlivu šumu na přesnost měření. Při použití SLED širokopásmového zdroje optického záření s vrcholem vyzařované vlnové délky na 1550 nm, šířkou pásma 20 nm, vychází fyzická délka FP rezonátoru 200 µm.

4.2.1.2 Výpočty a simulace pro různé rozsahy měření tlakových senzorů

Simulace v programu pro analýzu struktury metodou konečných prvků v programu ANSYS Workbench byly provedeny pro zvolenou strukturu senzoru tlaku s membránou z LTCC materiálu. Z výsledků simulace na Obr. 4.39 je patrné, že k největšímu mechanickému namáhání dochází na okraji membrány, proto je velmi důležité při výrobních postupech dodržet co nevyšší integritu materiálu na okrajích.



Obr. 4.39: Simulace rozložení mechanického namáhání při aplikovaném maximálním povoleném tlaku pro daný typ senzoru

Důležitým faktorem pro návrh vhodných rozměrů tlakových senzorů je volba rozsahu měřených tlaků, tento rozsah určuje fyzické rozměry celého senzoru a také jeho citlivost. Během návrhu je potřeba vycházet z teorie deformace tenkých kruhových membrán, které jsou na kraji pevně uchyceny. Pro deformaci takových membrán je

možné použít následující zjednodušené vzorce [84]:

$$d = \frac{p.\,a^4}{64.\,D} \tag{4.16}$$

$$D = \frac{E \cdot h^3}{12 \cdot (1 - v^2)} \tag{4.17}$$

kde *d* je průhyb membrány v jejím středu [mm], *p* je aplikovaný tlak na membránu [Pa], *D* je mechanická tuhost membrány [Pa·m³], *h* je výška membrány [mm] a v je Poissonova konstanta [-]. Z uvedených vzorců je možné zjistit velikost prohnutí membrány při působení definovaného tlaku. Velmi důležitým faktorem je také mechanická pevnost membrány a s tím související velikost mechanického napětí vzniklého průhybem membrány. V každé aplikaci je důležité počítat s maximálním možným průhybem membrány pro určení pracovního rozsahu. Maximální průhyb membrány, při kterém dojde k jejímu prasknutí lze vypočítat podle následujícího vzorce [84]:

$$d_{max} = r \sqrt{\frac{3}{2}(\sigma_0 - \sigma_{max})\frac{1 - \upsilon_M}{E_M}}$$
(4.18)

kde d_{max} je maximální průhyb membrány [mm], σ_{max} je maximální pevnost v ohybu materiálu membrány [MPa] a σ_0 je pnutí membrány přítomné bez působení vnějších vlivů [MPa]. Pro určení rozdílů tlaků, při kterém dojde k prasknutí membrány, je pak možné provést výpočet dle vzorce [84]:

$$p = 4\frac{h}{r}\sigma_{max}\sqrt{\frac{3}{2}(\sigma_0 - \sigma_{max})\frac{1 - v_M}{E_M}}$$
(4.19)

Ze vzorce (4.19) je patrné, že na pro určení maximálního přípustného tlaku je důležitý především poměr tloušťky membrány k jejímu poloměru. Vhodnou volbou těchto dvou parametrů je možné dosáhnout maximální citlivosti senzoru v daném pracovním tlaku senzoru. Maximální průhyb membrány je možné vymezit vhodnou mechanickou konstrukcí senzoru. V případě, že bude použita pouze jedna vrstva základního LTCC materiálu jako mezivrstva tvořící dutinu senzoru, nedojde vlivem působení tlaku k vyšší deformaci. To ovšem neznamená, že nemůže dojít k poškození membrány proražením příliš vysokým tlakem.

Výhoda monolitické konstrukce, z jednoho základního materiálu, spočívá především v eliminaci generace pnutí membrány teplotním namáháním, jak tomu bývá u senzorů složených z různých materiálů nebo senzorů o malých rozměrech pevně spojených s jejich pouzdrem. Pnutí membrány generované rozdílem teplotních roztažností značně ovlivňuje přesnost měření senzoru.

Pro modelový příklad je možné vypočítat parametry senzoru zjednodušeným způsobem. Pokud předpokládáme použití optického spektrálního analyzátoru s přesností měření vlnové délky 1 pm, pak lze vypočítat délku prohnutí membrány rezonátoru *d* podle zjednodušeného vzorce (4.20) pro výpočet délky rezonátoru vypočítat přesnost měření délky FP rezonátoru [83]:

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_2 - \lambda_1)} \tag{4.20}$$

Při použití délky rezonátoru 200 μm z předchozí kapitoly je možné vypočítat rozlišení měřené délky FP rezonátoru, která je rovna 0,25 nm. Tato vzdálenost odpovídá přesnosti, se kterou je v ideálním případě snímána délka FP rezonátoru. Při návrhu geometrie membrány je možné vycházet z požadavků na měřený rozsah tlaků a vlastnosti základního LTCC materiálu. Pro senzor tlaku se zvoleným měřicím rozsahem 0,5 MPa s koeficientem bezpečnosti 4 musíme navrhovat membránu tak, aby byl maximální měřený tlak alespoň 2 MPa. Pokud budeme vycházet z neupravených základních pásek, potom bude tloušťka membrány 100 μm a poloměr 2,75 mm, který dopočítáme dle rovnice (4.19). Pro dané rozměry membrány je následně možné vypočítat prohnutí membrány při působení tlaku 0,5 MPa, což je maximální měřený tlak. Při působení tlaku 0,5 MPa dojde k průhybu membrány, vypočítaného dle rovnic (4.16) a (4.17), o 39,5 μm a maximální možné prohnutí membrány je 140 μm dle rovnice (4.18). Po přepočítání změny délky FP rezonátoru v závislosti na působícím tlaku je možné vypočítat teoretickou přesnost měření tlaku pro celkový měřený rozsah tlaků 0,06 %. Takto získané hodnoty odpovídají i provedeným simulacím.

4.2.1.3 Použité materiály a technologické postupy pro přípravu senzorů

Pro přípravu tlakových senzorů byl použit na výrobu těla tlakového senzoru základní materiál LTCC typ DuPont DP951 v různých tloušťkách. Základní materiál DP951 byl volen s ohledem na předchozí výzkum především v oblasti prostupnosti plynů materiálem, jak je uvedeno v kapitole 3.2.2. Tento základní materiál je použit v celé řadě publikací, které se zabývají výrobou senzorů tlaku plynů [27, 46, 47, 48], funkčnost materiálu byla důkladně ověřena i vlastním výzkumem uvedených v seznamu publikacích. Požitím pásek základního materiálu různých tlouštěk vnáší do návrhu a výroby pozitivní i negativní vlivy. Mezi výhody použití různě tlustých základních

pásek materiálu patří především snížení počtu vrstev, které musíme laminovat, pro dosažení celkové požadované tloušťky struktury. Při použití nižšího počtu vrstev s vyšší tuhostí je spojeno jednodušší sesazení jednotlivých vrstev a vyšší přesnost výroby. Nevýhodou použití různě tlustých pásek základního materiálu je rozdílná velikost smrštění jednotlivých vrstev. Jak již bylo zmíněno v kapitole 3.3.1, jednotlivé výrobní šarže základního materiálu se vyznačují mírně odlišným smrštěním, a to jak v ose X, tak i v ose Y. Pro výrobu struktury s přesnými rozměry je proto potřeba důsledně kontrolovat procesní parametry během výroby LTCC struktury. Jednotlivé výrobní šarže pásek základního materiálu se mohou lišit velikostí změny rozměrů řádově desetiny procent, nicméně i takový rozdíl může mít vliv na výslednou strukturu s tenkou membránou.

Konstrukce senzoru pro různé rozsahy tlaků je v podstatě identická. Každý senzor se skládá vždy z několika základních částí, které jsou znázorněny na Obr. 4.40. Každý senzor je složen z tenké membrány (7) s odrazivou vrstvou (6) a těla senzoru (5). Optickým vláknem (4) je veden optický signál do dutiny FP rezonátoru, která je tvořena koncem optického vlákna a odrazivou vrstvou. Pro dostatečnou mechanickou fixaci a vedení optického vlákna kolmo k ploše membrány senzoru je použita keramická kapilára (2) s vnitřním průměrem velmi blízkým průměru optického vlákna. Keramická kapilára je upevněna k tělu senzoru pomocí adhezní vrstvy (3), která je pro vzduch nepropustná a zaručuje hermetičnost vnitřní dutiny optického senzoru. Nedílnou součástí celku je pak primární ochrana optického vlákna (1), případně další vrstvy ochrany zajišťující dostatečnou mechanickou odolnost přívodního optického vlákna. Optické vlákno je podle typu primární ochrany připevněno ke keramické kapiláře tak, aby vytvořený spoj byl dostatečně pevný a zároveň byl neprostupný pro vzduch.



Obr. 4.40: Obrázek s rozložením vrstev pro modelový tlakový senzor

Výrobní postup celého senzoru je složen z pěti dílčích výrobních kroků. V první části je vyrobeno keramické tělo senzoru s deformační membránou. Tělo senzoru a pořadí jednotlivých vrstev základního materiálu je na obrázku Obr. 4.9. Celý proces výroby těla senzoru odpovídá postupu výroby LTCC substrátů z kapitoly 4.1.1.3 s některými odchylkami, které jsou specifické pro výrobu konkrétního senzoru.

Pro řezání jednotlivých vrstev byl použit femtosekundový laser. Pro senzory určené k měření okolo atmosférického tlaku do maximálně 0,3 MPa bylo použito celého přířezu základního materiálu, tzn. (127 x 127) mm². Pro výrobu senzorů určených k měření vyšších tlaků s menším průměrem membrány byl volen přířez i o velikostech (20 x 25) mm². Na tyto přířezy bylo možné umístit 25 senzorů, resp. 12 senzorů.

Pro laminaci těla senzoru byl zvolen postup progresivní laminace. Tento postup je volen s ohledem na kvalitu laminace všech vrstev a zároveň i na co nejmenší možnou deformaci jemných částí těla senzoru, především membrány. Sesazení během laminace bylo prováděno mechanicky. Prostřední vrstvy těla senzoru, které slouží pro usazení kapiláry, jsou nejdříve laminovány k sobě a pak následuje laminace zbytku těla senzoru. Zřetel musí být brán na různé laminační podmínky, které nastanou při laminaci různorodé struktury s rozdílnou plochou styčných ploch. V praxi to znamená, že při laminaci těla senzoru bude pro laminaci střední části použit vyšší síla a pro laminaci celého těla senzoru bude použita síla laminace nižší. Tímto postupem je pak zajištěno správné laminování celé struktury při použití stejného tlaku pro laminaci celé struktury, i když mají jednotlivé vrstvy těla senzoru rozdílnou plochu. Hlavním důvodem pro použití postupné laminace je možnost předepnutí membrány, která je vytvořena na spodní části těla senzoru. Během postupné laminace jsou všechny vrstvy ovlivněny tlakem a tím se částečně snižuje míra smrštění během výpalu. Jediná oblast, která není ovlivněna laminačním tlakem je plocha membrány. Výroba membrány bez defektů jako jsou zvlnění během laminace nebo přilnutí k tělu senzoru je potřeba volit nižší teplotu laminace a správnou výšku separace vrstvy s membránou od ostatních částí těla senzoru. Velikost potřebné separace membrány od těla senzoru se zvyšuje s rostoucím průměrem membrány. Čím je průměr membrány vyšší, tím je větší zvlnění a průhyb membrány během laminace. Vzhledem k tomu, že je struktura zahřívána během laminačního procesu na 60 °C dochází k měknutí základního materiálu a může docházet k deformaci jemných částí laminované struktury.



Obr. 4.41: Názorná ukázka rozložení oblastí s různou změnou rozměrů během procesu výpalu LTCC optického senzoru

Dělení přířezu s jednotlivými senzory probíhalo před výpalem struktury nebo až po výpalu. Důležitým faktorem je velikost jednoho senzoru a celková tloušťka struktury. V případě senzorů o rozměrech (25 x 25) mm² byly tyto senzory děleny ještě před procesem výpalu. Dělení bylo prováděno pomocí vyhřívaného nože. Senzory s menšími rozměry (10 x 10) mm² a menší byly vypalovány v celém přířezu. Vzhledem k náchylnosti membrány na deformace způsobené manipulací před výpalem není vhodné přířez dělit v nevypáleném stavu. Další výhodou výpalu celého přířezu je možnost hromadného nanesení rezinátového roztoku na všechny senzory zároveň a tím redukovat čas potřebný na výrobu jednoho kusu senzoru. Zároveň je při této operaci snazší manipulace s celým přířezem než zvlášť s každým senzorem. Dělení jednotlivých senzorů po výpalu bylo prováděno na femtosekundovém laseru. Na povrchu přířezu byla vytvořena drážka hluboká ~150 µm a následně byly jednotlivé senzory odlomeny.



Obr. 4.42: Proces leštění vypálené membrány

V rámci prací na optimalizaci kvality vrstev pro výrobu zrcadel byly zkoumány různé metody přípravy odrazivých vrstev. Vrstvy s nejvyšší odrazivostí se podařily připravit na již vypálených substrátech. V rámci experimentů byla testována vhodnost použití klasické tlustovrstvé pasty pro výrobu odrazivé vrstvy. Tlustovrstvé pasty mají příliš vysokou drsnost a pro použití jako odrazivá plocha nejsou vhodné. Jediná možnost dosažení kvalitní odrazivé vrstvy z tlustovrstvé pasty je leštění vrstvy po výpalu struktury. Problém během výroby leštěných odrazivých ploch je ve způsobu výroby a principu fungování tlakových senzorů. Pro tlakové senzory je nutné vytvoření odrazivé vrstvy uvnitř dutiny, to znemožňuje možnost leštění po výpalu celé struktury v jednom kroku. Proto byly provedeny experimenty s výrobou vnitřních dutin metodou výpalu za současného působení tlaku během výpalu (PAS) popsané v kapitole 4.1.1. Tato metoda zahrnuje dva kroky výpalu. V prvním kroku se vypálí membrána a tělo senzoru, ve druhém kroku je vložena spojovací vrstva LTCC základního materiálu a celá struktura se za působení tlaku vypálí. Pokud by byla nanesená tlustovrstvá odrazivá plocha leštěna mezi těmito dvěma kroky pak je možné dosáhnout požadované odrazivé vrstvy. Pro leštění odrazivé vrstvy i samotné membrány byla použita leštička optických vláken s adaptérem pro umístění LTCC membrány zobrazena na Obr. 4.42.



Obr. 4.43: Vyrobené odrazivé vrstvy ze stříbrné tlustovrstvé pasty a ze zlaté tlustovrstvé pasty s různou úpravou povrchu a) vypálená pasta TC0306, b) vypálená a leštěná pasta TC0306, c) vypálená pasta TC0306, leštěná a následně opět vypálená d) e) f) stejný sled obrázků pro pastu TC8101

Byly provedeny experimenty s nanesením tlustovrstvé zlaté (Heraeus TC8101) a stříbrné pasty (Heraeus TC0306) na tenké membrány z LTCC materiálu DP951. Každá vrstva byla zkoumána pomocí elektronového mikroskopu a byla změřena její drsnost. Měřena byla vždy vrstva po prvním výpalu (Obr. 4.43 a) pro TC0306 a Obr. 4.43 d) pro TC8101), po leštění (Obr. 4.43 b) pro TC0306 a Obr. 4.43 e) pro TC8101) a po druhém výpalu již leštěné tlustovrstvé pasty (Obr. 4.43 c) pro TC0306 a Obr. 4.43 f) pro TC8101). Analýzou jednotlivých vrstev při různém zvětšení bylo zjištěno, že při opětovném výpalu po leštění vrstev dochází k měknutí a zpětnému tuhnutí skelné složky a tím dochází ke značnému zvýšení drsnosti leštěného povrchu. Tento efekt je způsoben zvýšenou teplotou během druhého cyklu výpalu pro spojení membrány a těla senzoru. Drsnost takové vrstvy se pak blíží drsnosti vrstvy po prvním cyklu výpalu, kdy byla prvně formována, a tudíž je tato metoda nevyhovující pro výrobní postupy zahrnující následný výpal struktury po leštění takových vrstev. V případě leštění po výpalu je možné vytvořit kovové zrcadlo s odrazivostí nad 75 %, což odpovídá odrazivosti kvalitního kovového zrcadla z obdobných materiálů. [57]

Metoda výroby odrazivé vrstvy na vnitřní straně membrány, která byla vyhodnocena jako nejvýhodnější z hlediska kvality vytvořené odrazivé vrstvy a způsobu přípravy, je založena na vytvoření zlaté vrstvy výpalem rezinátového roztoku. Pro výrobu byl použit zlatý rezinátový roztok GG Q3-15% od firmy Heraeus, který má teplotu výpalu nad 820 °C. Nanesení rezinátového roztoku je možné buď pomocí nástřiku ("air brush") nebo nanesením drobné kapky pomocí aplikačního nástroje přímo na substrát. Množství naneseného rezinátového roztoku je kritické pro dosažení optimálních vlastností vrstvy a navázání kovové složky na podkladní substrát. Použitým rezinátovým roztokem je možné vytvořit zlaté vrstvy o tloušťkách 0,1 - 0,3 µm, to při obsahu kovových částí 15 % v roztoku znamená maximální tloušťku naneseného roztoku 0,6 - 2 µm. V případě většího naneseného množství materiálu je riziko vzniku defektů na povrchu odrazivé vrstvy a s tím spojené horší optické vlastnosti vytvořeného zrcadla. Po nanesení rezinátového roztoku následuje zavadnutí roztoku na substrátu po dobu 15 minut a potom dochází k výpalu vrstvy. Pro výpal rezinátových vrstev je možné použít jak profil pro výpal LTCC, tak i profil pro klasickou tlustou vrstvu. Vzhledem k časové úspoře je použití klasického profilu pro výpal tlusté vrstvy praktičtější v případě konkrétní aplikace v optickém senzoru tlaku. Profil pro výpal rezinátové vrstvy trvá 50 minut a vrcholová teplota je nastavena na 820 °C. Vzhledem k vzájemnému ovlivnění materiálu na vysokých teplotách je především u tenčích membrán patrná drobná deformace membrány v podobě jejího mírného prohnutí. Povrch vypálené zlaté rezinátové vrstvy je na Obr. 4.44 a). Profil rezinátové vrstvy je pak na obrázku Obr. 4.44 b).



Obr. 4.44: Povrch vytvořené zlaté vrstvy z rezinátového roztoku a) povrch zlaté vrstvy na SEM b) změřený profil povrchu zlaté vrstvy profilometrem Bruker DEKTAK

Vzhledem k tloušť ce rezinátové vrstvy po výpalu je povrch substrátu kopírován a výsledná drsnost odrazivého povrchu je přímo závislá na drsnosti podkladu.

4.2.1.4 Měření optických senzorů tlaku

Během experimentálních prací byla provedena celá řada měření pro základní charakterizaci tlakových senzorů. Především byla zkoumána závislost změny délky optického rezonátoru na působení okolního tlaku. Okolnímu tlaku byla vystavována samotná membrána pro měření, tak i celý senzor. Tlakem byla zatěžována pouze membrána pro jednoduchost konstrukčního řešení celé testovací struktury. Zkoušení celého senzoru s sebou nese celou řadu parazitních jevů jako je nestálá teplota okolního vzduchu, nutnost tlakování prostoru o větším objemu, hystereze celého měřicího systému a nutnost použití kvalitní průchodky pro přivedení optického signálu. Z těchto důvodů bylo přistoupeno ke konstrukci zkušební aparatury, kde byl tlak aplikován pouze na samotnou membránu.

Jednou z nevýhod optického měření průhybu keramické membrány je závislost měřené vzdálenosti na ostatních mechanických částech. Proto je potřeba zajistit, aby vrchní část senzoru tlaku ("tělo senzoru") byla dostatečně mechanicky tuhá a nedocházelo k její deformaci.



Obr. 4.45: Zjednodušené schématické zapojení pro měření tlakových senzorů

Zjednodušené schéma měření je zobrazeno na Obr. 4.45, jedná se o základní zapojení s optickým cirkulátorem, vyhodnocením pomocí optického spektrálního analyzátoru s následným zpracováním signálu pomocí připojeného PC.



Obr. 4.46: Metoda vyhodnocení spektra pro kompenzaci vlivu teploty na měření tlaku

Při praktické aplikaci senzoru je třeba počítat s dalšími negativními vlivy prostředí na přesnost měření tlaku. Jedním z těchto vlivů je změna okolní teploty. Okolní teplota má vliv na změnu rozměrů samotné struktury senzoru a v důsledku toho je pro stejné

tlaky měřené na různých teplotách měřená délka rezonátoru různá. Takové ovlivnění změnou teploty může být odstraněno přidáním elementu, který bude měřit teplotu senzoru a pomocí dalšího vyhodnocení tak bude možné vliv teploty kompenzovat. Vzhledem k tomu, že je použito optické vlákno pro přívod optického signálu tak se nabízí možnost použití FBG mřížky pro současné měření teploty. FBG mřížka musí být umístěna co nejblíže tělu senzoru tlaku, aby byl teplotní údaj, pokud možno co nejpřesnější. Takové řešení je realizovatelné umístěním FBG mřížky přímo do kapiláry připojené k tělu tlakového senzoru. Výsledné spektrum kombinace FBG mřížky v sérii s FP rezonátorem je znázorněno na Obr. 4.46. V softwarovém vyhodnocení získaného spektra optického signálu musí být vyhrazena jeho část pro umístění a detekci FBG mřížky. Tato FBG mřížka musí mít co nejvyšší odrazivost, aby bylo možné detekovat vrchol, který je obklopen modulovaným signálem FP rezonátoru. Vyhodnocení FP rezonátoru probíhá již normálním způsobem, kdy jsou ve spektru nalezeny výkonová minima proložením křivek s následným výpočtem a ze získaných vlnových délek jednotlivých minim signálů je dopočítána fyzická délka optického rezonátoru.



Obr. 4.47: Senzor tlaku pro testovací aparaturu

Na Obr. 4.47 a) a b) jsou pohledy na vyrobené senzory tlaku pro univerzální testovací aparaturu. Vzhledem k tomu, že jako těsnící prvek je použit O-kroužek, je potřeba, aby okraje senzoru byly dostatečně velké, i když je velikost membrány nižší a celý senzor by tak mohl mít menší rozměry. Celý senzor je vyroben z materiálů, které odolají minimálně 200 °C. Materiály, které plní funkci mechanických dílů jako jsou lepidlo pro fixaci optického vlákna nebo skelná pájka pro uchycení keramické kapiláry, jsou odolné minimálně do 300 °C bez změny mechanických parametrů. Pro další zvýšení odolnosti celého senzoru na teplotu je možné použít speciální optická vlákna s metalickou primární ochranou.



Obr. 4.48: Univerzální testovací aparatura pro tlakové senzory s různým průměrem membrán

Pro účely jednoduchého testování byla vyrobena univerzální testovací příruba, zobrazena na Obr. 4.48, do které je možné umístit tlakový senzor s vnějšími rozměry (20 x 20) mm². Na jedné straně příruby je vyvedeno optické vlákno a na druhé straně je rychlospojka se závitem pro přívod tlakového vzduchu. Celá sestava je dimenzovaná na maximální tlak 10 barů. Tuto přírubu je možné vložit do teplotní komory a nastavovat přesně požadované teploty pro testování teplotního vlivu na samotný tlakový senzor. Rozsah teplot je dán teplotním rozsahem použité hadice a spojky na přívod vzduchu.



Obr. 4.49: Měření kalibračních křivek senzoru tlaku při ustálených teplotách

Měřené kalibrační křivky pro jednotlivé teploty jsou uvedeny v grafu na Obr. 4.49. Vzhledem k omezenému rozsahu teplot, na kterých bylo možné měřit tyto charakteristiky, je spolehlivě možné uvést rozsah měření od -20 °C do +50 °C. V tom pracovním rozsahu je teplotní závislost měřeného tlaku lineární. Pro senzor měřený

na obrázku Obr. 4.49 odpovídá změna délky rezonátoru v závislosti na teplotě $0,06 \ \mu m/^{\circ}C$. Teplotní závislost měřené hodnoty tlaku každého senzoru je závislá především na konstrukci senzoru (geometrické rozměry a použité materiály) a také na vzdálenosti optického vlákna od keramické membrány. Kompenzace teploty během měření tlaku je možné provést přidáním FBG mřížky do těla senzoru, která bude ovlivněna pouze teplotou.



Obr. 4.50: Odchylka měření od kalibrační hodnoty

Měření bylo nejprve prováděno pro ověření základní funkčnosti senzoru v rozsahu, který odpovídal navrženému měřicímu rozsahu senzoru. Nejvyšší chyba měření senzoru byla zaznamenána v oblasti tlaku s nejnižším rozdílem oproti tlaku atmosférickému. Tento fakt je dán především chybou měření referenčního senzoru použitého pro kalibrační měření. Odchylka měřených hodnot od kalibrační křivky je uvedená na Obr. 4.50. Chyba uvedená v grafu v procentech je počítána z celého měřicího rozsahu senzoru.

4.2.1.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Pro konstrukci tlakového senzoru bylo využito poznatků z předchozích experimentů. Metoda laminace struktury s bočními podporami, která je uvedena v kapitole 4.1.1.4, se ukázala jako nejvýhodnější pro výrobu těla senzoru. Pro odrazivou vrstvu byl použit zlatý rezinátový roztok, který byl aplikován po výpalu LTCC struktury. Detailní pohled na povrch vytvořené vrstvy a její profil drsnosti je uveden na Obr. 4.44. Byla také ověřena metoda pro fixaci keramické kapiláry na tělo senzoru pomocí skelné pájky. Výsledné senzory pak byly připraveny pro měření v různých rozsazích tlaků a měřeními byla ověřena jejich funkčnost. Senzory byly také měřeny při různých teplotách, což je uvedeno v grafu na Obr. 4.49. Pro konstrukci senzoru s membránou o průměru 6 mm byla citlivost senzoru 5080 Pa/µm v rozsahu 0 - 600 kPa s přesností měření 0,5 % z celého rozsahu.

4.2.2 Tahové senzory z LTCC materiálů

Optické senzory tahu nebo deformace jsou velmi často využívané pro měření staveb kritické infrastruktury. Tyto senzory jsou většinou vyrobené z nerezových materiálů, na který je pak připevněno optické vlákno s vytvořenou FBG citlivou na snímanou mechanickou veličinu. Senzory mechanických veličin vyrobené z LTCC materiálů mají oproti kovovým (nejčastěji nerezovým) výhodu v možnosti jednoduchého strukturování jemných nosných struktur a její 3D konfigurace i v ose Z. V rámci této práce byla také řešena problematika senzorů deformace a mechanického napětí s aplikací pro nosné betonové konstrukce.

4.2.2.1 Teorie měření pomocí vláknových mřížek FBG

Velmi důležitým prvkem při realizaci měření v oblasti vláknové optiky jsou vláknové mřížky FBG (Fiber Bragg Grating). Měřicí systém se může skládat pouze z jedné FBG nebo lze použít i více FBG v řadě za sebou s různou centrální vlnovou délkou. Centrální vlnová délka FBG je dána rovnicí [85]:

$$\lambda_B = 2.\, n_{eff} \,\Lambda \tag{4.21}$$

kde λ_B je Braggova vlnová délka [nm], n_{eff} je efektivní index lomu struktury [-] a Λ je prostorová perioda vláknové mřížky [nm]. Posun Braggovi vlnové délky je definován podle rovnice [86]:

$$\Delta\lambda_B = 2 \left[\Lambda \frac{\delta n_{eff}}{\delta l} + n_{eff} \frac{\delta\Lambda}{\delta l}\right] \Delta l + 2 \left[\Lambda \frac{\delta n_{eff}}{\delta T} + n_{eff} \frac{\delta\Lambda}{\delta T}\right] \Delta T \qquad (4.22)$$

Pro čistě mechanické působení vnějších vlivů na vláknovou mřížku platí první část rovnice, která je uvedena v rovnici [86]:

$$\Delta\lambda_B = 2 \left[\Lambda \frac{\delta n_{eff}}{\delta l} + n_{eff} \frac{\delta\Lambda}{\delta l} \right] \Delta l$$
(4.23)

V rovnici (4.23) vystupuje $\frac{\delta n_{eff}}{\delta l}$ jako proměnná složka, která je přímo ovlivňována aplikovaným mechanickým napětím vyvolaným změnou délky struktury, tedy jejím protažením, na index lomu materiálu optického vlákna. Druhá složka mechanického působení $\frac{\delta \Lambda}{\delta l}$ udává změnu v důsledku fyzické změny délky struktury, a tudíž se mění její perioda. Chování změny Braggovi vlnové délky lze popsat také pomocí mechanického pnutí jako proměnné veličiny, pak bude platit rovnice [85,86]:

$$\Delta \lambda_B = \lambda_B \left[1 - \frac{\delta n_{eff}^2}{2} [p_{12} - \nu (p_{11} + p_{12})] \right] \epsilon$$
(4.24)

kde p_{ij} jsou Pockelovi tenzory opto-mechanického působení [-] a v je Poissonova konstanta [-]. Dle výše uvedených rovnic je možné měřit aplikované mechanické napětí na optické vlákno pomocí rovnice [86]:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - p_e) \,\varepsilon \tag{4.25}$$

kde p_e je Elasto-optický koeficient pro převod změny vlnové délky na změnu fyzické délky struktury [-]. Druhá část rovnice (4.22) popisuje závislost Braggovi vlnové délky na změně teploty struktury, ta je uvedena v rovnici [85,86]:

$$\Delta\lambda_B = 2 \left[\Lambda \, \frac{\delta n_{eff}}{\delta T} + n_{eff} \, \frac{\delta\Lambda}{\delta T} \right] \, \Delta T \tag{4.26}$$

Obdobně jako v předchozím případě mechanické veličiny na strukturu samotnou působí 2 vlivy. První je změna indexu lomu struktury $\frac{\delta n_{eff}}{\delta T}$ v závislosti na teplotě. Velikost této změny je dána termo-optickým koeficientem a podstatně ovlivňuje posun Braggovi vlnové délky. Minoritní vliv na změnu Braggovi vlnové délky má změna fyzických rozměrů optického vlákna $\frac{\delta \Lambda}{\delta T}$ vlivem teplotní roztažnosti materiálu. Tento vliv je zanedbatelný v případě použití optických vláken z křemenného skla (křemenné sklo má lineární koeficient teplotní roztažnosti 5.10⁻⁷ °C⁻¹), která se používají pro výrobu FBG struktur. [85]

4.2.2.2 Simulace měření mechanických deformací

Definice vytvořeného mechanického napětí v jakékoliv struktuře je závislá především na délce dané struktury a na celkové změně délky této struktury. Lze použít vztah uvedený v rovnici [84]:

$$\varepsilon = \frac{l-L}{L} = \frac{\Delta L}{L} \tag{4.27}$$

kde ε mechanické napětí vyvolané délkovou změnou [-], *L* je celková délka, která je zatěžována [m] a *l* je změna délky po zatížení [m]. Pro většinu aplikací je takto vypočítané číslo příliš malé, a tak se běžně uvádí mechanické napětí v jednotkách μ ε, což je výsledek vypočítaný z rovnice (4.27) vynásobený 1.10⁶. Pro správný návrh

deformačního senzoru s pevnou velikostí předepnutí po procesu lepení optického vlákna na nosný substrát je potřeba dobře znát mechanické vlastnosti keramického materiálu, který tvoří deformační člen.

Hlavní výhodou konstrukce navrhovaného senzoru je jeho možnost opakovaného použití bez nutnosti nastavení výchozí pozice měřicích bodů mezi jednotlivými měřeními nebo instalacemi. Důležitými mechanickými parametry pro návrh a simulaci deformační struktury je především Youngův modul pružnosti, pomocí kterého je možné vypočítat, jak velká působící síla je potřeba na velikost změny délky daného senzoru v podélném směru. Dalším velmi důležitým mechanickým parametrem je síla materiálu v ohybu. Oba tyto parametry byly změřeny v kapitole 3.2.1 a je možné jejich použití při prováděných simulacích.

Pokud je senzor deformace pevně spojen s materiálem, který má řádově mnohem vyšší tuhost a působící síla je převedena na deformační člen, potom je možné předpokládat změnu délky senzoru totožnou jako je změna délky podkladu. Nejběžněji udávaným měřicím rozsahem pro senzory deformace nebo mechanického napětí bývá hodnota \pm 2500 µɛ. Při návrhu senzoru s roztečí uchycení 10 cm to znamená změnu celkové délky vypočítané dle rovnice (4.27) 250 µm. V rámci návrhu struktury deformačního členu je tedy možné předpokládat maximální změnu rozteče vypočítanou v předchozím kroku.



Obr. 4.51: Výsledek simulace rozložení mechanického pnutí ve struktuře LTCC deformačního senzoru při změně vzdálenosti kotvících bodů o 250 µm

Hodnoty získané ze simulace navržené deformační struktury na Obr. 4.51 pro hodnotu prodloužení struktury o 250 μ m (2500 μ ε) jsou u použitého materiálu CG Ceramtec maximální mechanické pnutí ($\sigma_{2500\mu\epsilon}$) 62,2 MPa. Pro materiál HL2000 je při stejném zatížení tato hodnota rovna 54,6 MPa a pro DP951 66,7 MPa. Rozdíly v mechanickém napětí ve struktuře jsou dány rozdílnými mechanickými vlastnostmi jednotlivých základních materiálů, porovnání těchto hodnot je uvedeno v Tab. 3.3.

	σ _{2500με} [MPa]	σ3500με [MPa]	Δl_{max} [µm]
HL2000	54,6	71,4	343
CG Ceramtec	62,2	79,0	414
DP 951	66,7	91,9	519

Tab. 4.2: Hodnoty mechanických napětí pro dostupné základní materiály

V Tab. 4.2 jsou uvedeny odpovídající mechanická pnutí pro různá zatížení struktury senzoru deformace za použití simulací. V tabulce je uvedena i hodnota maximální změna vzdálenosti kotvících bodů (Δl_{max}), při které dojde k poškození. Na základě získaných dat byl zvolen materiál CG Ceramtec, který je možné bezpečně použít i pro měření poměrného prodloužení mezi kotvícími body odpovídající 3500 µɛ pro senzory určené pouze pro snímání protažení podkladu.

4.2.2.3 Materiály a postupy použité pro přípravu tahových senzorů

Na přípravu senzorů deformace s využitím keramických deformačních členů je možné použít v podstatě libovolný substrát, který splňuje podmínky na mechanické parametry. Všechny substráty LTCC splňují požadavky na enviromentální stálost, teplotní odolnost a obrobitelnost. Jednotlivé typy LTCC materiálů se liší složením, které určuje výsledné mechanické parametry.

Pro přípravu senzoru deformace betonového nosníku byl použit materiál CG Ceramtec. Tento materiál byl volen s ohledem na požadavek velikosti senzoru, resp. rozteč kotevních bodů. Model senzoru je na Obr. 4.52, kde jsou uvedeny základní rozměry těla senzoru. Celková délka navrhovaného senzoru je 124 mm po výpalu struktury. V případě základních materiálů LTCC se změna rozměrů v podélném směru pohybuje v řádově desítkách procent. Pro materiál CG Ceramtec je tato hodnota 18 %. To znamená, že před výpalem musí být délka struktury pro řezání laserem navrhnuta na 155 mm. Další výhodou materiálu CG Ceramtec je tloušťka dodávaných základních pásek ~330 μm. Vyšší tloušťka základní pásky je výhodná především kvůli lepší manipulaci během výrobního procesu.



Obr. 4.52: Model senzoru pro měření deformace betonového nosníku

Během přípravy se projevila řada negativních efektů, které jsou spojeny s výpalem takto velké a členité LTCC struktury. Hlavní problém byl způsoben změnou rozměrů během výpalu struktury. Vyráběný deformační senzor je navrhnut na velké ploše a navrhnutá deformační struktura je složitá a členitá. Charakter této struktury, deformační člen, se během výpalu deformuje především v podélném směru. Právě pro zachování geometrie celého senzoru po výpalu, a s tím souvisejících roztečí montážních děr, bylo potřeba v návrhu vytvořit podpůrné struktury, které budou dočasně pevně spojovat jednotlivé části deformačního senzoru. Tyto struktury nemusejí být navrhnuty v každé vrstvě. Umístění podpůrných struktur pouze v jedné vrstvě usnadňuje jejich odstranění během operací prováděných po výpalu struktury. Vzhledem k tomu, že je struktura senzoru tvořena složitým deformačním členem, dochází během výpalu k nerovnoměrným a nevratným deformacím.

Během výroby těla senzoru bylo potřeba provést dva laminační kroky, v prvním kroku je laminováno prvních šest vrstev o celkové tloušťce ~1,98 mm, které tvoří samotný deformační prvek senzoru. Ve druhém kroku jsou laminovány části na koncích senzoru sloužící pro vedení a lepení optického vlákna. Vlivem různých aplikovaných tlaků na jednotlivé části senzoru pak dochází k různé změně rozměrů (ΔS_X a ΔS_Y) jednotlivých částí senzoru tak, jak je to zobrazeno na Obr. 4.53. V případě deformačního členu není zas tak důležitý rozdíl ve změně rozměrů části deformační a části pro uchycení senzoru. Pokud by podobný problém vyvstal v aplikaci, kde bychom to již museli řešit, tak bychom měli dvě možnosti.

První možností je laminace velmi vysokým laminačním tlakem, kde již bude kumulativní efekt aplikace laminačního tlaku minimální a dojde tak k velmi malému rozdílu ve smrštění obou částí senzoru. Tento přístup nevyžaduje žádné další operace a je snadno aplikovatelný.

Druhou možností by bylo použití dočasných výplní, které by byly odstraněny během výpalu nebo až po vypálení celé struktury. Použitím dočasných výplní by byl aplikován stejný tlak na celou strukturu a byl by potřeba pouze jeden laminační krok. Nevýhodou použitím dočasných výplní je jejich aplikace na samotnou strukturu a také přidané náklady na materiál.



Obr. 4.53: Příklad rozdílného smrštění LTCC substrátu během výpalu vlivem různých laminačních podmínek

Deformace struktury senzoru mechanické deformace je dána také tvárností materiálu během procesu výpalu. Členitá struktura o délce 160 mm s nízkou tuhostí se bude velmi snadno deformovat vlivem působení mechanického tření a elasticity materiálu během změny rozměrů při výpalu, Obr. 4.53 - defekt geometrie struktury. Zabránit těmto deformacím je možné pomocí přidaných nosníku mezi jednotlivými částmi struktury, které po výpalu budou odstraněny.

4.2.2.4 Měření deformace pomocí FBG mřížek

Principiální schéma zapojení pro měření je uvedeno na Obr. 4.53. Vzhledem k tomu, že během měření mechanické deformace má na změnu vlnové délky FBG vliv i teplota, je potřeba tento vliv teploty kompenzovat přidáním druhé FBG mřížky, která není žádným způsobem ovlivňována mechanickým napětím. Pomocí známé teplotní závislosti FBG mřížky měřicí teplotu okolí senzoru lze kompenzovat hodnotu měřené mechanické deformace. Změna vlnové délky v závislosti na měnící se teplotě je shodná pro obě použité FBG mřížky, pokud se jejich vlnové délky neliší. Lze tedy odečíst změnu vlnové délky kompenzační FBG mřížky od změny vlnové délky FBG mřížky,

která měří mechanickou deformaci a získat tak samotný vliv mechanické deformace na změnu vlnové délky FBG mřížky.



Obr. 4.54: Schéma zapojení pro měření optovláknových senzorů založených na principu měření odražené vlnové délky na FBG mřížce

U každého senzoru deformace byla nejprve změřena kalibrační křivka velikosti mechanického napětí v závislosti na změně vlnové délky FBG mřížky. Kalibrační křivky dvou různých typů senzorů jsou na Obr. 4.55 a na Obr. 4.56. Kalibrační křivky byly měřeny za stálé teploty a změna délky byla odečítána na digitálním enkodéru s přesností měření ±0,3 µm. Byly vyrobeny celkem dva typy senzorů mechanické deformace v závislosti na požadovaném směru. Požadavek na celkový rozsah měřené mechanické deformace byl 5000 µɛ, což odpovídá rozsahu ±2500 µɛ při symetrickém zatěžování senzoru. Vzhledem k požadavku na umístění jednotlivých senzorů, kdy se jedna část senzorů vždy deformovala v kladném směru (natažením) a druhá část v záporném směru (zkrácením), bylo v rámci zajištění maximální měřitelné hodnoty upraven výchozí bod pro nulovou hodnotu mechanického napětí a předepnutí optického vlákna. V grafu na Obr. 4.55 jsou uvedeny kalibrační křivky pro dva senzory určené především k deformaci v tahu - ST1_1545nm a ST2_1551,5nm s různými vlnovými délkami tak, aby bylo možné tyto senzoru umístit do série na jeden fyzický kanál vyhodnocovací jednotky.



Obr. 4.55: Kalibrační křivky senzorů použitých na měření deformace v tahu

V grafu na Obr. 4.56 jsou uvedeny kalibrační křivky pro dva senzory určené především k deformaci v kompresi - SK1_1549nm, SK2_1554nm a SK3_1554nm s různými vlnovými délkami. Z těchto senzorů pak musí být zvolen jeden, který bude zapojen do série k tahovým senzorům. Pracovní rozsah senzorů musí být volen s ohledem na změnu vlnové délky vlivem zatížení betonového nosníku během testování.



Obr. 4.56: Kalibrační křivky senzorů použitých na měření deformace v kompresi

Předepnutí optického vlákna pro senzory deformace určené primárně pro zatížení natažením mají FBG mřížku nataženou pouze o 1 nm. Bezpečné dlouhodobé zatížení

FBG mřížky bylo experimentálně ověřeno na hodnotu 6 N, což odpovídá změně vlnové délky zhruba 4,5 nm. Pro použití v běžných aplikacích je ještě potřeba počítat se změnou rozměrů podkladu senzoru deformace vlivem změny okolní teploty. Tato změna se pohybuje kolem 600 pm pro změnu teploty z 25 °C na -30 °C při uchycení senzoru deformace na betonový nosník. Podobně jako první varianta senzoru mechanické deformace ve směru natahování senzoru je řešen i druhý typ senzoru určený pro měření mechanické deformace ve směru zkracování senzoru. Optické vlákno je v senzoru předepnuto o 4,5 nm na výchozí hodnotě.



Obr. 4.57: Celkový pohled na připevněnou sadu optovláknových senzorů vytvořených na LTCC substrátu

Sada tahových senzorů s FBG mřížkami instalovaná na betonovém nosníku je zobrazena na Obr. 4.57. Na vrchní straně betonového nosníku jsou celkem tři tahové senzory, jedna FBG mřížka pro kompenzaci teploty umístěná v těle betonového nosníku a na spodní straně nosníku je čtvrtý senzor mechanické deformace. Během testovacího měření čtyř bodovou metodou jsou senzory viditelné na Obr. 4.57 orientovány na straně pevných podpěr pro měření, takže tyto senzory měří především prodloužení. Senzor deformace umístěný na opačné straně měří míru komprese, a bude se zkracovat. Senzory jsou rozmístěny tak, aby nedošlo k jejich umístění přímo pod mechanickou konstrukci testovacího zařízení.

4.2.2.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Konstrukce senzoru deformace s FBG mřížkou vyžadovala použití základního materiálu s co největším rozměrem. Základní materiál CG Ceramtec se dodává v potřebných přířezech a je možné tak vytvořit strukturu o požadované velikosti. Materiál také splňoval požadavky na možnou mechanickou deformaci, hodnoty mechanických napětí pro ostatní zvažované LTCC materiály jsou uvedeny v Tab. 4.2. Během výroby bylo potřeba vyřešit řadu technologických problémů, které byly spojeny především s velikostí celé struktury. Během výpalu také docházelo k dalším deformacím vlivem charakteru struktury deformačního členu a jeho nízké soudržnosti během procesu výpalu. Příklad takové deformace je uveden na Obr. 4.53. Vyrobené prototypy senzorů byly charakterizovány, kalibrovány a několik kusů bylo implementováno do betonového nosníku pro ověření funkčnosti, viz Obr. 4.57. Citlivost

vyrobených senzorů s CWL měřicí FBG mřížky 1550 nm je 70 μm/nm pro oba typy vyrobených senzorů s maximální měřicím rozsahem 5000 με.

4.2.3 Optický senzor náklonu v technologii LTCC

Požadavek na vývoj optického senzoru náklonu vzniknul v rámci projektu řešeného společností PROFIcomms, s.r.o. (FIONA) a byl zvažován jako jedna z možností pro sledování náklonu telekomunikačního satelitu. Výhodou takového řešení by bylo snadné vyhodnocení pouze pomocí světelného úzkopásmového zdroje, fotodetektoru a vyhodnocovací elektroniky.



Obr. 4.58: Návrh optického senzoru náklonu

Návrh takového senzoru je na Obr. 4.58, kde jsou vyznačeny důležité části senzoru náklonu. Hlavní část tvoří tělo senzoru (1) a seismická hmota (3), která je upevněna na tlustovrstvých nosnících (4). Takový způsob upevnění poskytuje dostatečnou mechanickou pevnost, ale zároveň je dostatečně pružný na to, aby různým působením gravitační síly došlo k malé změně polohy seismické hmoty. Na seismické hmotě jsou umístěna optická vlákna (2), která jsou kolmo zalomena na požadovanou délku. Mezi hlavní výhody navrhovaného řešení patří především odolnost proti elektromagnetickému rušení.

4.2.3.1 Princip měření velikosti náklonu

V problematice využití optických vláken pro telekomunikace a pro senzoriku je téma vázání optického výkonu z jednoho optického vlákna do druhého již dobře popsáno. S tímto problémem se nejčastěji setkáváme u optických konektorů, ve kterých je sesazení optických vláken klíčové pro dosažení nejnižšího možného útlumu přenosu optického signálu. Ani v optickém konektoru, který je navržen a vyroben pro dosažení minimálního útlumu, není toto spojení zcela bez útlumu. Hlavními vlivy na útlum mezi dvěma optickými vlákny jsou uvedeny v následujících rovnicích [87]:

$$T = \frac{1}{Z^2 + 1} \tag{4.28}$$

Mezera mezi optickými vlákny:

$$Z = \frac{\lambda S}{2\pi n\omega^2} \tag{4.29}$$

Úhlová odchylka optických vláken: $T = e^{-\frac{(\pi n \omega \theta)}{\lambda^2}}$	$\frac{)^2}{2}$ (4.30)
--	------------------------

Posun pozice středu jádra optického vlákna: $T = e^{-\frac{d_c^2}{\omega^2}}$ (4.31)

Rozdílná velikost vidového pole:
$$T = \left(\frac{2\omega_1\omega_2}{\omega_1^2 + \omega_2^2}\right)^2$$
 (4.32)

kde *S* je vzdálenost konců optických vláken [mm], ω je poloměr vidového pole optického vlákna [µm], θ je úhlová odchylka optických vláken [rad] a *d_c* je vychýlení středu optických vláken [µm]. Navrhovaný senzor využívá výše zmíněného parazitního jevu vložného útlumu mezi dvěma optickými vlákny a na základě změny působení gravitační síly na senzor je měřen útlum procházejícího optického signálu a jeho vyhodnocením je získána informace o velikosti náklonu celé sestavy. Na těle senzoru jsou v drážkách umístěna optická vlákna, která slouží ke vstupu a výstupu optického signálu ze senzoru. Další optická vlákna jsou umístěna na pevné části těla senzoru a tato vlákna jsou fixována v definované pozici tak, aby byl přenos optického výkonu maximální. Mezi čely optických vláken je zachována mezera, která musí být do 100 µm. Při této vzdálenosti dojde k útlumu signálu o 3,95 dB pro ideálně sesazená optická vlákna, vypočítané dle rovnice (4.28). V uvedené konstrukci senzoru mohou být až čtyři taková spojení a je také potřeba bát v potaz další vložený útlum při použití v reálné aplikaci.

Další možný vliv na velikost útlumu mezi dvěma optickými vlákny je vliv rozdílných velikostí vidových polí. V případě použití stejných typů optických vláken můžeme tento parazitní jev zanedbat. Další parazitní útlum vzniká při každém průchodu přes rozhraní sklo-vzduch způsobený Fresnelovým odrazem, tento útlum je možné vypočítat podle zjednodušené rovnice [82]:

$$R = \left(\frac{n_1 - n_0}{n_1 + n_0}\right)^2 \tag{4.33}$$

kde n_1 je index lomu jádra optického vlákna [-], n_0 je index lomu vzduchu [-] a R je podíl odraženého optického signálu [-]. Pro optické vlákno SM125/9 podle normy G627.A2 s numerickou aperturou 0,14 je velikost odraženého optického výkonu rovna 3,44 %, což odpovídá 0,15 dB ztráty optického výkonu na každém rozhraní optické vlákno vzduch. Celkový útlum v jedné větvi je 0,6 dB jen vlivem interakce záření na jednotlivých rozhraních.

4.2.3.2 Simulace chování senzoru

Pro simulaci chování senzoru náklonu při působení gravitační síly v různých směrech byl zvolen program ANSYS. Zde byla simulována změna polohy seismické hmoty vzhledem k pevné části těla senzoru náklonu. Poloha vláken byla simulována pro hodnoty náklonu v rozsahu od 0° do 90°. Byla sledována především změna polohy optického vlákna v ose Z (směr kolmý na plochu senzoru), změna polohy v ose Y (vzájemná vzdálenost optických vláken od sebe) a změna úhlu mezi oběma optickými vlákny. Cílem simulace bylo zjištění vhodnosti použití seismické hmoty o dané hmotnosti. Vzhledem k poměrně nízké hustotě základního LTCC materiálu je potřeba odpovídajícím způsobem buď zvýšit počet vrstev senzoru, nebo připevnit na seismickou hmotu závaží o definované hmotnosti. Na základě simulací bylo zvoleno použití více vrstev základního materiálu pro dosažení celkové hmotnosti seismické hmoty 0,8 g.



Obr. 4.59: Simulace velikosti posunutí optických vláken při různém náklonu senzoru

Pro natočení senzoru v rozsahu od 0° do 90° jsou uvedeny velikosti posuvu získané ze simulace. Největší vliv na velikost útlumu má posunutí seismické hmoty v ose Z. Výsledek simulace zatížení senzoru gravitační silou v ose Z je uveden na Obr. 4.59. Mezera mezi vlákny se mění pouze zanedbatelně a stejně tak je zanedbatelná změna úhlu mezi oběma vlákny.

Největší vliv na útlum optické trasy má jednoznačně změna polohy optického vlákna na seismické hmotě v ose Z, tedy kolmo na plochu senzoru. Průběh a velikost změny polohy (Z) na úhlu náklonu senzoru vzhledem k působení gravitační síly je zobrazen na Obr. 4.60. V tomto grafu je i vynesena změna polohy optického vlákna v ose Y, což odpovídá změně vzdálenosti optických vláken (mezera mezi čely optických vláken). Po dosazení do příslušného vzorce v rovnici (4.28) lze vypočítat, že se útlum vlivem změny vzdálenosti optických vláken prakticky nezmění.



Obr. 4.60: Graf velikosti změny polohy optického vlákna na seismické hmotě k optickému vláknu na statickém rámu senzoru

Vliv změny vzájemné polohy obou optických vláken na útlum optického signálu lze vypočítat pomocí vzorce uvedeného v rovnici (4.31). Závislosti jsou vypočítány a vyneseny do grafu na Obr. 4.61 pro 3 různé výchozí pozice. Důležitý faktor během návrhu a výroby je citlivost samotného senzoru na jeho naklonění. Z grafu na Obr. 4.60 lze vidět, že se směrnice vynesené hodnoty změny polohy mění v závislosti na náklonu celého senzoru. To znamená, že pro dosažení vyšší nebo nižší citlivosti senzoru je možné fixovat optická vlákna na těle senzoru v různých výchozích náklonech. Touto metodou je pak možné zajistit nejen různou citlivost senzoru, ale také různé rozsahy měřených úhlů náklonu.



Obr. 4.61: Změna velikosti útlumu při průchodu optického signálu mezi dvěma vlákny umístěnými v senzoru náklonu na seismické hmotě a na pevném těle senzoru

Pro měření velikosti útlumu optického signálu se dá jako limitní považovat hodnota útlumu 60 dB pro detektory s vysokým dynamickým rozsahem. Vzhledem ke konstrukci senzoru je nutné počítat minimálně se dvěma mezerami mezi optickými vlákny, což vytváří dvojnásobný útlum. Pro vyšší citlivost je pak možné zapojit obě optické trasy do série a získat tak ještě vyšší citlivost. Z provedených výpočtů a simulací vyplývá, že nejlepší řešení pro měření úhlů náklonu v rozsahu $\pm 7,5^{\circ}$ je fixování optických vláken při nakloněném senzoru o 15° a jeho následná montáž pod úhlem 7,5°, tím bude zajištěna dostatečná citlivost senzoru a zároveň bude zachována informace o směru naklonění.

4.2.3.3 Materiály a postupy použité pro výrobu senzoru náklonu

Pro výrobu těla senzoru byly zvažovány tři možné LTCC materiály. Jako první byl uvažován materiál HL200, na kterém probíhaly první experimenty s volně stojícími strukturami z tlustovrstvých past. Tento substrát se jevil jako vhodný především z důvodu kompatibility substrátu s dalšími pastami pro tlustovrstvou technologii.

Dalším zvažovaným systémem byl materiál Ceramtec CG, který se vyznačuje především vysokou tloušťkou základní pásky (360 µm). V případě výroby senzoru náklonu se počítá s vyšším množstvím vrstev vzhledem k tomu, že seismická hmota senzoru musí mít určitou minimální hmotnost pro dosažení dostatečné citlivosti senzoru v daném rozsahu měřených úhlů náklonu. Materiál Ceramtec CG byl po úvodních experimentech vyřazen, protože se nepodařilo nalézt tlustovrstvou pastu, která by byla kompatibilní s tímto materiálem, a to jak z hlediska materiálové kompatibility, tak i z hlediska velikosti smrštění tlustovrstvé pasty během procesu výpalu. Smrštění základního materiálu Ceramtec CG během výpalu je 22 % v osách X a Y, což je dáno především vyšším obsahem skelné složky v tomto základním materiálu.

Poslední materiál zvažovaný pro výrobu senzoru náklonu byl materiál DP951, tento materiál byl nakonec použit pro výrobu všech funkčních prototypů. Materiál DP951 vykazoval během experimentů nejvyšší mechanickou stabilitu struktury a opakovatelnost výrobního procesu volně stojících tlustovrstvých nosníků, které jsou kritické pro funkčnost celého senzoru.

Výroba mechanických částí senzoru náklonu probíhala podle postupů popsaných v kapitole 4.1.3. Nejprve byly jednotlivé pásky základního materiálu nařezány pomocí laseru dle návrhu. V jedné z vrstev, která obsahovala i vrstvu se seismickou hmotou byly vytvořeny dočasné nosníky ze základního materiálu, aby byla zajištěna seismická hmota ve správné poloze a nebyla zcela nezávislá na okolních vrstvách. Jako dočasná výplň pod volně stojící tlustovrstvé nosníky byla použita pasta obsahující částice uhlíku a organické rozpouštědlo. Tato pasta byla před tiskem tlusté vrstvy nanesena pomocí aplikačního nástroje do volných prostor mezi tělem senzoru. Nejprve byla dočasná výplň natlačena do tohoto prostoru a následně pomocí stěrky byla zarovnána s vrchní hranou LTCC struktury. Na tuto dočasnou výplň pak byla natištěna tlustovrstvá pasta,

která byla následně sušena. Pro tisk tlustovrstvého motivu byla použita metoda šablonového tisku, díky které byla zajištěna vyšší tloušťka vrstvy a s tím spojená vyšší mechanická pevnost.



Obr. 4.62: Testovací struktura pro vyhodnocení vlivu laminačních parametrů na výslednou kvalitu tlustovrstvého nosníku

Kritickým faktorem během výroby nosníků, které udržují seismickou hmotu ve správné pozici, je velikost předepnutí samotných nosníků. Pokud budou tyto nosníky po výpalu volné, bude docházet k odlišnému chování jednotlivých senzorů, než je předpokládáno. Proto je potřeba zajistit určitou minimální míru předepnutí nosníků již ve výchozím stavu po výpalu. Toto předepnutí je zajištěno rozdílnou velikostí změny rozměrů během procesu výpalu základního keramického materiálu a tlustovrstvé pasty. Během experimentů docházelo k praskání tlustovrstvých nosníků vlivem rozdílných velikostí smrštění materiálů. Při laminaci struktury ze základních materiálů byl použit laminační proces s parametry doporučenými výrobcem (laminační tlak 20 MPa, laminační teplota 60 °C). Pro tyto parametry dochází k příliš nízkému smrštění celé struktury a dojde k poškození tlustovrstvých nosníků, jak je možné vidět na Obr. 4.62.

V kapitole 3.3.1.2 byl zkoumán vliv procesních parametrů na výslednou změnu rozměrů struktury. Na základě těchto poznatků, které se shodují s literárními zdroji, byla zvolena nižší laminační teplota (60 °C) a nižší laminační tlak (10 MPa). Při laminaci struktury senzoru s novými parametry již nedocházelo k praskání tlustovrstvých nosníků a zároveň byly předepnuté.

Pro výpal struktury byl použit profil výpalu s delšími časy na teplotě 450 °C, aby došlo úplnému vyhoření všech organických pojiv a rozpouštědel, kterých je ve struktuře vyšší množství vzhledem k použití dočasných výplní. Vypalovací profil byl také upraven tak, aby nedošlo k vyhoření dočasné výplně před přetavením tlustovrstvých nosníků. Během výpalu je tlustorvrstvá pasta velmi náchylná na mechanické působení, protože tavivová část pasty nezměkla a nedošlo tak ke spojení částic pasty ve struktuře. Po dosažení teploty výpalu jsou již částice pasty spojeny a může dojít k odstranění
dočasné výplně, která podepírá tlustovrstvé nosníky. Upravený vypalovací profil neměl další vliv na velikost změny rozměrů vypalované struktury.

Použití optického principu vyhodnocení metodou měření velikosti útlumu po průchodu přes rozhraní optických vláken vyžaduje vysokou přesnost sesazení jednotlivých úseků optických vláken. Ve struktuře senzoru jsou drážky pro umístění optických vláken umístěny tak, aby bylo možné co nejpřesněji umístit zalomené optické vlákno na pohyblivou seismickou hmotu. Po výpalu na tuto část působí gravitační síla a optické vlákno se seismickou hmotou se posune směrem dolů. Z tohoto důvodu mají drážky pro optická vlákna na krajích struktury větší hloubku. Optické vlákno je pak možné umístit do požadované polohy pro výchozí stav. Pro lepení optických vláken je použito lepidlo vytvrzované pomocí UV záření a následně je finálně fixováno pomocí dvousložkového epoxidového lepidla.



Obr. 4.63: Schéma výrobního postupu optické části senzoru náklonu

Výrobní postup pro sestavení optické části senzoru náklonu je uveden na Obr. 4.63. Nejprve je přilepeno vlákno k seismické hmotě pomocí dvousložkového epoxidu, optické vlákno je opřeno o jednu ze stěn drážky tak, aby byla zachován paralelní orientace vzhledem k ostatním drážkám. Následně je na jeden konec optického vlákna umístěn detektor, který je propojen optickým vláknem s jádrem o průměru 100 µm. Pomocí detektoru je monitorován optický výkon, který je navázán ze vstupního optického vlákna do optického vlákna umístěného na seismické hmotě. Vstupní optické vlákno je pomocí stavitelného stolku v pěti osách nastaveno do pozice, kde je navázaný výkon nejvyšší. Vlákno nastavené do této ideální pozice je dočasně fixováno pomocí UV lepidla. Následuje lepení výstupního optického vlákna, které je stejným způsobem podle maximálního optického výkonu nastaveno do správné pozice a také dočasně fixováno pomocí UV lepidla, detektor optického záření je v tomto případě připojen na vstupní optické vlákno, do kterého by se již mělo záření navázat se ztrátami, které jsme měřili v předchozím kroku.

4.2.3.4 Měření senzoru náklonu

Měření optického senzoru náklonu probíhalo v jedné ose pomocí rotačního stolku, který byl elektricky řízen a současně byl zaznamenáván výkon procházejícího optického

záření celou optickou trasou. Optický výkon byl měřen přímou metodou. Tento útlum byl měřen s relativní odchylkou výkonu, který je vztažen k výkonu absolutnímu a ten pak není již uváděn. Při průchodu světla přes dvě rozhraní optické vlákno, vzduch a optické vlákno dochází ke značnému útlumu optického signálu ještě před začátkem samotného měření. Během měření je pak odečítána relativní změna útlumu optického signálu v závislosti na náklonu základny senzoru.



Obr. 4.64: Optický senzor náklonu během testování

Senzor byl testován v rozsahu náklonu $\pm 7,5^{\circ}$ v jedné ose. Na Obr. 4.65 je měřená charakteristika závislosti velikosti relativního útlumu na velikosti náklonu. Jednotky jsou uváděné v decibelech, které jsou vztaženy k hodnotě absolutního útlumu trasy při náklonu senzoru o 0° (výchozí poloha). Celkový útlum trasy byl změřen na 12 dB pro nejpřesněji sesazená vlákna v sestavě senzoru.

Změřená citlivost senzoru je 0,11 dB/° a 0,62 dB/°pro různé směry náklonu senzoru. Z grafu na Obr. 4.65 je patrné, že senzor vykazuje značnou hysterezi měřené velikosti náklonu. Asymetrie měřených útlumů je dána především výrobními tolerancemi. Seismická hmota senzoru není uchycena přesně na středu.



Obr. 4.65: Charakteristika měřeného senzoru náklonu

Měření optického výkonu v optovláknových senzorech je obecně považováno za méně přesné, stabilní a opakovatelné než například vyhodnocení spektrálních charakteristik vláknových mřížek, případně vyhodnocení interakce dvou vláknových mřížek. Dalším problémem samotného principu měření je nutnost vztažení optického výkonu k výchozí hodnotě, která je samozřejmě závislá na útlumu v celé optické sestavě. V optické sestavě může také docházet k dalším útlumu vlivem okolních vlivů a značně tak zkreslit samotný výsledek měření. Z grafu na Obr. 4.65 je patrná hystereze měření, což je způsobeno samotnou konstrukcí optického senzoru. Tlustovrstvé nosníky nejsou dostatečně flexibilní, aby byla zajištěno přenesení působící gravitační síly na seismickou hmotu s optickými vlákny. Problém, který ani nebyl brán v úvahu je vliv okolní teploty na výsledek samotného měření.

Vzhledem k výsledkům dosaženým v experimentálních měřeních bylo pro finální řešení přistoupeno k celkové změně konstrukce s využitím FBG mřížek pro měření a teplotní kompenzaci se spektrálním vyhodnocením.

4.2.3.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Pro aplikaci optického senzoru náklonu byly využity poznatky z výroby tlustovrstvých nosníků a pomocí těchto nosníků byla uchycena seismická hmota v senzoru. Ověřeným postupem bylo vyrobeno tělo senzoru se seismickou hmotou uchycenou pomocí tlustovrstvých nosníků. Ve všech částech senzoru byly vytvořeny drážky pro umístění optických vláken. Optická vlákna byla osazena tak, aby byla zajištěna maximální citlivost podle grafů Obr. 4.60 a Obr. 4.61. Nejnáročnější ve výrobě prototypů senzorů bylo přesné umístění všech optických vláken na tělo senzoru. Výsledná aplikace se ukázala jako velmi náročná na přesnost výroby a pro opakovatelnou výrobu by takový postup nebyl aplikovatelný. Citlivost vyrobeného prototypu senzoru byla nízká a stejně tak i ostatní charakteristiky, viz Obr. 4.65, nebyly vhodné pro průmyslové použití.

4.2.4 Optický senzor teploty

V rámci řešení disertační práce bylo zvažováno množství aplikací LTCC v oblasti senzorických aplikací především v průmyslovém prostředí. Jednou z takových aplikací je použití LTCC keramiky pro výrobu senzoru rozložení teploty. Měření těchto teplot je předpokládáno v délkách desítek metrů s rovnoměrnými rozestupy jednotlivých senzorů. Použití těchto senzorů je možné pro sledování teplotních gradientů v zásobnících, tunelech nebo v distribučních sítích. Běžně používané optické snímače teploty na principu FBG mřížek jsou zakončené těsně za FBG mřížkou, aby nedocházelo k ovlivnění měřené teploty dalšími vlivy prostředí. Nevýhodou těchto již hotových řešení je možnost připojení jednoho senzoru na fyzický kanál, případné připojení více čidel pomocí vláknového směšovače za cenu snížení celkového optického

výkonu. Inovativní řešení v podobě senzorických členů s velmi malými rozměry (v porovnání s klasickými technologiemi) a možností integrace průchozího vlákna pro další senzory je velmi výhodné pro aplikace zmíněné výše.

Princip snímání okolní teploty je podobný, jako je tomu u senzoru mechanické deformace v kapitole 4.2.2.1. Rozdíl je v tom, že v případě senzoru teploty je eliminován nežádoucí proměnlivý vliv mechanického napětí ve struktuře. Vliv na celkovou změnu vlnové délky FBG mřížky má dle rovnice (4.22) teplota okolí a změna délky struktury. V případě uchycení optického vlákna s FBG mřížkou dle Obr. 4.66, je pak změna vlnové délky FBG mřížky daná poměrným prodloužením optického vlákna dle rovnice (3.1) a dosazením a výpočtem do rovnice (4.24).



Obr. 4.66: Řez modelem průběžným senzorem teploty s FBG mřížkou

Možnosti dalšího ovlivnění měřené vlnové délky dalšími vnějšími vlivy je eliminováno použitím konstrukce s dostatečnou tuhostí a použitím elastických lepidel k instalaci senzoru.

4.2.4.1 Teorie měření teploty sérií vláknových FBG mřížek

Na jednom fyzickém kanále lze umístit několik vláknových mřížek s rozestupy podle měřicích rozsahů. Počet na sobě nezávislých měřicích elementů na jednom optickém vlákně lze vyjádřit zjednodušeným vztahem:

$$N_{FBG} = \frac{BW - 2.BW_{eval}}{\Delta T_{meas}.\alpha_{FBG} + BW_{eval}}$$
(4.34)

kde N_{FBG} je počet FBG mřížek na jednom fyzickém kanálu [-], ΔT_{meas} je rozsah měřených teplot [°C], α_{FBG} je citlivost změny vlnové délky na teplot [pm.C^{o-1}], BW_{eval} je oblast v okolí FBG mřížky pro vyhodnocení [pm] a BW je spektrální rozsah použitého měřicího zařízení [nm]. Předpokládaný měřicí rozsah je dán kombinací více faktorů. Teplotní závislost celkové změny vlnové délky FBG mřížky je důležitá především pro určení odstupu vlnové délky FBG mřížky od okraje měřitelného spektra. Dále je potřeba

stanovit maximální rozdíl teplot měřených mezi jednotlivými měřicími body. Umístění jednotlivých FBG teplotních čidel na jednom fyzickém kanálu vyhodnocovací jednotky je znázorněno na Obr. 4.67.



Obr. 4.67: Schéma umístění jednotlivých FBG mřížek v měřicím rozsahu spektrálního analyzátoru pro nezávislé senzory teploty

V praxi je možné na jeden fyzický kanál umístit vyšší počet senzorů, pokud předpokládáme aplikaci bez vyšších výkyvů teplot. Taková aplikace by mohla být například teplotní reference pro senzory mechanického napětí uvedené v kapitole 4.2.2. Počet na sobě závislých měřicích elementů na jednom optickém vlákně lze vyjádřit vztahem:

$$N_{FBG} = \frac{BW - \Delta CWL_T - 2.BW_{eval}}{\Delta T_{max}.\alpha_{FBG} + BW_{eval}}$$
(4.35)

kde ΔCWL_T je měřicí rozsah senzoru [nm] a ΔT_{max} je maximální rozdíl teplot mezi měřicími body [°C]. V případě úpravy podmínky použití senzorů teploty s měřenými hodnotami blízkými senzorům v okolí je možné na jeden fyzický kanál umístit vyšší množství senzorů. V případě, že dojde k nečekanému nárůstu nebo poklesu jednoho ze senzorů je potom potřeba zkontrolovat a analyzovat chybový stav.

4.2.4.2 Simulace odezvy struktury na změnu teploty

Při návrhu senzoru teploty je potřeba zohlednit teplotní vlivy, a to především roztažení LTCC nosné struktury a s tím související délková změna optického vlákna a změna vlnové délky FBG vlivem samotné teploty.

Teplotní délková roztažnost základního materiálu DP951 je 5,8 ppm/°C

a použitého křemenného skla je 0,5 ppm/°C. Pro zjednodušení lze počítat pouze s poměrným prodloužením celé struktury, a protože je optické vlákno pevně spojeno s podkladním substrátem lepeným spojem, u kterého je předpokládaná změna rozměrů pouze minimální, můžeme považovat i optické vlákno za pevně spojené. Při ohřevu celé struktury o 1 °C dojde k nárůstu tahu v celé struktuře o 5,3 με vlivem rozdílu teplotních roztažností obou materiálů dle rovnice (3.1). Velikost mechanického napětí, které je vytvořeno vlivem změny teploty struktury senzoru je provedeno ověření simulací z Obr. 4.68.



Obr. 4.68: Výsledek simulace vlivu změny teploty struktury senzoru o 1 °C na mechanické napětí optického vlákna

Použité optické vlákno s vytvořenou FBG mřížkou je běžně testováno na použití v předepnutém stavu o 4000 $\mu\epsilon$, což je hodnota, která nikdy nebude v tomto teplotním senzoru dosažena. Důležité je ovšem zachovat určitou míru předepnutí optického vlákna i na nejnižší měřené teplotě, kdy dojde k největšímu zkrácení teplotního senzoru. Pokud by optické vlákno nebylo již napnuté tak by došlo ke změně strmosti směrnice závislosti změny vlnové délky na teplotě a měřená teplota by neodpovídala teplotě reálné. Podle výpočtů vychází minimální míra předepnutí optického vlákna 300 $\mu\epsilon$.

Experimentálním ověřením závislosti změny vlnové délky na aplikovaném mechanickém napětí víme, že je citlivost použité FBG mřížky 1,3 pm/με. Vlivem mechanického pnutí způsobeného změnou teploty struktury složené z materiálů s různým teplotním koeficientem délkové roztažnosti dojde k posunu vlnové délky o 6,89 pm/°C. Celková teplotní závislost vyrobeného senzoru je potom 17 pm/°C pro FBG mřížky s vlnovou délkou kolem 1550 nm. Vyšší teplotní závislost senzoru znamená vyšší přesnost měření za použití stejného zařízení pro vyhodnocení.

4.2.4.3 Materiály a postupy použité pro výrobu teplotního senzoru

Konstrukce těchto senzorů vyžadovala především nutnost zachování tvaru vnitřního kanálku pro vedení optického vlákna, dostatečnou rovinnost celé struktury a dodržení přesných rozměrů pro další aplikaci vyrobené struktury do mechanických dílů těla senzoru.

Výroba dostatečně přesného kanálku pro vedení optického vlákna byl největší problém. Technologická náročnost přípravy struktury je vysoká, protože je potřeba zachovat minimální vnější rozměry struktury a současně zachovat uniformní tvar kanálku v celé jeho délce. V dalších výrobních krocích je tímto kanálkem protahováno optické vlákno, které má samotné vnější průměr 125 µm. Vzhledem k tomu, že se jedná o konstrukci senzoru s průchozími optickými vlákny, je potřeba ve výsledku protáhnout optické vlákno i s přidanými mechanickými ochranami (primární ochranou), které mají průměr 250 µm. Vzhledem k tomu, že je struktura senzoru velmi úzká, pro umístění do celku senzoru je potřeba šířka maximálně 3 mm, velmi snadno může dojít k deformaci celé struktury. Celkové rozměry kanálku jsou 500 µm šířka a jeho výška pak odpovídá dvěma vrstvám základní pásky materiálu DP951 250 µm.

První experimenty zahrnovaly výrobu kanálku dlouhého 40 mm bez dalších výplní. Výroba takové struktury se ukázala jako velmi náročná a z několika důvodů. Během výroby byl především problém se správným sesazení jednotlivých vrstev. Vlivem nepřesného sesazení docházelo k častým defektům struktury a nebylo možné protáhnout optické vlákno s FBG mřížkou bez poškození celou strukturou senzoru. Dalším problémem je deformace a propad struktury nad kanálkem. Během laminace celého přířezu docházelo k poklesu vrstev nad kanálky, a to i při použití nižších laminačních tlaků. Tyto deformace se nepodařily odstranit ani úpravou laminačních parametrů. Problém spočíval v použití malého počtu vrstev základního materiálu v okolí vytvářeného kanálku. Volba větších rozměrů samotného kanálku by sice byla řešením a vzniklo by tak více prostoru pro protažení optického vlákna a jeho vedení, ale stále by docházelo ke zmíněným deformacím a výtěžnost celého procesu výroby by byla snížena. Druhým možným řešením deformací struktury s vnořeným kanálkem by bylo navýšení vrstev základního materiálu a rozšíření stěn obklopujících samotný kanálek. Větší šířka celé struktury by znamenala další výrobní komplikace navazujících mechanických dílů celého senzoru.

Běžně používaným řešením pro odstranění deformace vrchních částí struktury nad vnořenými kanálky je použití dočasných výplní. Použití dočasných výplní byla věnována část kapitoly 4.1.1.2. Zmíněné metody použití uhlíkové pásky nebo pasty nejsou pro použití v této konkrétní aplikaci příliš vhodné. Použití těchto metod by znamenalo velkou časovou náročnost při aplikaci uhlíkové pasty a velmi složitou manipulaci s nejistým výsledkem přesnosti sesazení jednotlivých vrstev v případě řezané uhlíkové pásky. Proto byla zvolena metoda použití uhlíkových preforem. Použití preforem zajišťuje dostatečnou pevnost pro možnost sesazení vrstev základních pásek podle této vložené preformy. Pro odstranění lehké deformace vrchní a spodní strany vnořeného kanálku je pak použita jedna vrstva základní pásky navíc, kterou je zvýšen kanálek, ale zároveň bude zachována schopnost sesazení vrstev pomocí použité preformy. Použitá uhlíková výplň bez přidaných pomocných látek, jako v případě pásek

nebo pasty, je odolnější na působení teploty. Důležitý je dostatečný přístup vzduchu a udržení co nejvyšší teploty po delší dobu. Proto byl volen profil výpalu s delší výdrží na maximální teplotě výpalu. V kapitole 3.3.2 byl diskutován vliv různých procesních parametrů na výsledné mechanické vlastnosti, kde byl tento vliv zhodnocen. Na základě předešlých výsledků je možné použít profil výpalu s vrcholovou teplotou 900 °C po dobu 90 minut a nedojde k výrazné degradaci celé struktury. Zmíněná teplota a doba výpalu je již dostatečná pro odstranění vložené uhlíkové preformy prostor vnořeného kanálku je tak průchozí. Řez výslednou strukturou je na Obr. 4.69 kde je vidět i optické vlákno procházející vytvořeným kanálkem.



Obr. 4.69: Řez vyrobeným senzorem teploty

Další důležitou volbou je dělení jednotlivých senzorů. Senzory jsou vždy laminovány na celém přířezu ve větším počtu kusů, aby bylo možné provádět co nejvíce hromadných operací. Nejprve byla těla senzorů vypalována odděleně, tak že před výpalem byly mechanicky děleny pomocí zahřátého nože. Tato metoda se osvědčila při dělení přířezů s tlakovými senzory. Je ovšem hůře použitelná pro struktury s vysokým poměrem délky struktury k její šířce. Během výpalu samostatných struktur senzorů docházelo k velmi častým deformacím způsobených mechanickým dělením a následným nerovnoměrným výpalem nebo nepřesným dělením.



Obr. 4.70: Část senzoru vyrobeného z LTCC keramiky pro měření teploty

Druhou možností je vytvoření struktury usnadňující následné mechanické dělení před výpalem. Vytvoření volných otvorů v každé vrstvě mezi všemi senzory pak přináší další časovou náročnost do celkového procesu. Jako nejefektivnější se ukázal proces dělení jednotlivých senzorů až po procesu výpalu. K dělení bylo využito laseru s ultrakrátkými pulsy na základní harmonické vlnové délce s maximální energií pulsu (0,3 mJ), pomocí kterého byly jednotlivé přířezy rýhovány. Protože je výsledná tloušťka struktury 1,5 mm a její šířka 4 mm, musí být drážka dostatečně hluboká, aby bylo možné jednotlivé struktury bezpečně odlomit.

Výrobní kroky výroby celého optického senzoru zahrnovaly lepení optického vlákna s FBG mřížkou na vyrobený LTCC substrát (Obr. 4.70) a jeho následnou kalibraci. Následovalo vložení do dalších mechanických dílů a ochranné kabeláže a v posledním kroku byly jednotlivá optická vlákna navařena v propojovacím boxu.

4.2.4.4 Kalibrace a měření teplotního senzoru

Výhodou celého řešení je možnost kalibrace jednotlivých teplotních senzorů před jejich integrací do finální struktury senzoru. Senzory byly kalibrovány v teplotní komoře za použití referenčního kalibrovaného čidla PT1000. Kalibrace probíhala v šesti bodech na teplotách v předpokládaném rozsahu pracovních teplot. Předpokládané teploty během měření jsou od -30 °C do 60 °C, krátkodobě 90 °C.



Obr. 4.71: Průběh vlnových délek jednotlivých čidel během kalibrace celého senzoru

Teplotní závislost samotné vláknové mřížky je nelineární, především v záporných teplotách, a proto je potřeba více kalibračních bodů a proložení kalibrační křivkou tvořenou polynomem 2. řádu.



Obr. 4.72: Kompletní senzor pro měření v teploty zásobnících

Kompletní senzorická část s boxem na provaření optických vláken a optickým kabelem na propojení s vyhodnocovací jednotkou je na Obr. 4.72. Největší výhodou celého řešení je možnost umístění veškerých elektronických částí i stovky metrů daleko a jednotka použitá pro vyhodnocení je vybavena vysílacím modulem pro vzdálený přenos dat.

4.2.4.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Poslední aplikací jsou optovláknové senzory teploty s možností zapojení jednotlivých senzorů do série na jeden fyzický kanál vyhodnocovací jednotky. Zde se ukázala jako nesporná výhoda možnost integrace dlouhého kanálku s malým průměrem pro umístění optického vlákna, viz Obr. 4.69 a Obr. 4.70. Každý prototyp vyrobených senzorů byl kalibrován (Obr. 4.71), ověřen a následně bylo deset těchto měřicích prvků integrováno do senzorického systému. Výhodou navrženého řešení jsou malé rozměry a možnost snadné integrace do dalších částí senzorického systému. Citlivost senzorů v LTCC substrátu je 16,1 pm/°C, tato vyšší citlivost je způsobena právě konstrukcí senzoru.

5. ZÁVĚR

Tato práce je zaměřena na výzkum (analýzu a charakterizaci) vlastností základních materiálů LTCC z hlediska jejich použití především v senzorech pracujících na principu optoelektronických jevů s aplikací optických vláken.

Z vlastností zkoumaných LTCC materiálů byly analyzovány mechanické parametry, které se pro dostupné základní materiály značně vzájemně lišily. Na základě těchto mechanických vlastností lze potom určovat možnosti použití v konkrétních aplikacích. Jako nejvhodnější materiál pro použití v deformačních členech byl na základě testů určen materiál DuPont DP951. Dále byla ověřována prostupnost materiálů pro plyny a byla také ověřena poréznost vypáleného materiálu. Bylo zjištěno, že při použití dostatečného množství vrstev je možné použití všech zkoumaných materiálů, avšak nejnižší počet vrstev je možné použít právě u materiálu DP951. Velmi důležitou vlastností pro senzory používané v průmyslu je jejich teplotní odolnost. Pro reálné aplikace je důležitá i odolnost proti teplotním šokům. Měřena byla změna mechanických parametrů v závislosti na gradientu teploty, kterému byla testovaná struktura vystavena tak, aby bylo možné přímé srovnání jednotlivých materiálů. Velmi důležitým faktorem je také změna mechanických vlastností po dalším tepelném zpracování základního materiálu, například během následného výpalu tlusté vrstvy. Byl zkoumán také vliv na mechanické parametry po zatížení procesem přetavení skelné pájky, výpalem tlusté vrstvy a výpalem LTCC struktury. K výraznému poklesu nedošlo především proto, že zvolené teplotní profily měly pozvolný pokles teploty. Charakterizace vlastností základních materiálů byla klíčová část z pohledku volby vhodných materiálů a stanovení provozních podmínek budoucích experimentů a připravených vzorků.

1. Charakterizace mechanických parametrů LTCC struktur pro různé výrobní podmínky – Dalším cílem byl výzkum a analýza faktorů definujících technologický postup pro kontrolu rozměrů laminované struktury po výpalu, s nerovnoměrně aplikovaným tlakem na laminovanou strukturu. V prvním kroku byla analyzována velikost změny rozměrů v osách X, Y základního materiálu po výpalu struktury v závislosti na procesních parametrech. Během experimentů se ukázalo, že nemají výrazný vliv parametry spojené s procesem samotného výpalu, ale především parametry během laminace struktury. Pro parametry laminace jako je laminační tlak a teplota během laminace byla zjištěna závislost na procesních parametrech. Při působení vyššího laminačního tlaku i vyšší teploty během laminace docházelo k nižší změně rozměrů výsledné struktury po výpalu. Pro změnu rozměru po výpalu v ose Z byla změřena závislost na velikosti laminačního tlaku, kde pro vyšší laminační tlaky došlo k větší změně rozměrů v ose Z. V případě změny rozměrů

v ose Z byla změřena závislost na maximální teplotě výpalu struktury. Při vyšších teplotách výpalu docházelo k nižší změně rozměrů v ose Z po procesu výpalu. Na základě změřených hodnot změny velikosti rozměrů byl pomocí statistického programu Minitab získán model pro predikci velikosti změny rozměrů při zadání vstupních procesních parametrů. Tento model je pak možné použít při výrobě libovolného typu výrobku.

- 2. Výzkum a analýza faktorů definujících technologický postup pro kontrolu rozměrů laminované struktury po výpalu – Charakterizace mechanických parametrů LTCC struktur pro různé výrobní podmínky byl další cíl disertační práce. Se stejnou sadou vzorků jako byly použity pro analýzu změny rozměrů, byly prováděny testy mechanických parametrů. Účelem těchto testů bylo zjištění, jestli jsou mechanické parametry ovlivněny procesními parametry během výroby LTCC struktury. Dle získaných výsledků je patrné, že výsledné mechanické parametry jsou do značné míry ovlivněny procesními parametry. Bylo zjištěno, že Youngův modul pružnosti s vyšším laminačním tlakem roste a s maximální teplotou výpalu naopak klesá. V případě Youngova modulu pružnosti je spojitost s vyšší hustotou materiálu při vyšším laminačním tlaku. Vyšší maximální teplota výpalu je zase spojena s vyšší mírou rozpouštění keramických částic ve skelné složce a s tím souvisí snížení tuhosti materiálu. V případě síly v ohybu je patrné, že s rostoucím laminačním tlakem roste i síla v ohybu. Tento fakt je spojen s vyšší výslednou hustotou materiálu. V případě síly v ohybu je zjištěna její rostoucí hodnota v závislosti na době výdrže na maximální teplotě výpalu. V neposlední řadě byl analyzován známý fakt změny mechanických parametrů v závislosti na orientaci základní pásky ve struktuře. Bylo potvrzeno, že vlivem různé orientace základních pásek ve výsledné struktuře je možné měnit mechanické parametry. To je dáno především způsobem výroby samotných základních pásek a s tím související orientace jednotlivých částic v materiálu pásky. Orientace základních pásek ve struktuře je tedy klíčová pro rovnoměrné rozložení mechanických parametrů a velikost smrštění.
- 3. Stanovení technologických postupů pro výrobu přesných deformačních struktur V rámci disertační práce byla zkoumána dále možnost obrábění základních pásek LTCC i již vypálených struktur lasem s ultrakrátkými pulsy. V prvních experimentech byla ověřována prahová hustota energie potřebná pro obrobení použitých základních materiálů. Základní materiál vykazoval chování srovnatelné s ostatními dielektrickými materiály. Na rozdíl od klasických dielektrických materiálů byly v některých případech zjištěny odlišné metody pro odstranění materiálu základních pásek. Tyto odlišnosti jsou způsobeny především charakterem nevypáleného LTCC základního materiálu, který obsahuje pevné částice korundu a skelné složky rozprostřené v organickém pojivu. Proto je potřeba při volbě parametrů pro obrábění LTCC struktur vycházet z provedených experimentů. Bylo ověřeno, že pro příliš vysoké hustoty pulsů dojde k zahřátí

materiálu do té míry, že dojde k natavení a nedochází pak k odstranění samotného materiálu. Dále je také potřeba během obrábění zajistit dostatečný odvod zplodin z povrchu materiálu, aby nedocházelo k hromadění odstraněných částic na povrchu nebo v místě řezu. Jedním z cílů bylo selektivní odstranění vrstvy základního materiálu z povrchu. V rámci experimentů byl ověřen rozsah parametrů laserového obrábění pro dosažení homogenního povrchu po obrábění.

Dále byly zkoumány nové postupy pro výrobu struktur použitelných především v senzorech fyzikálních veličin. Hlavním cílem zde byl návrh a realizace tenkých membrán s odrazivou vrstvou. Bylo experimentálně ověřeno několik metod výroby struktur s tenkou membránou určenou pro mechanické zatížení okolními podmínkami. Mezi zkoumanými a ověřenými metodami byla například metoda spojení dvou již vypálených struktur za pomoci jedné nebo více nevypálených pásek základního materiálu, za současného působení tlaku během procesu výpalu. Při aplikaci tlaku během výpalu o dostatečné velikosti je možné dosáhnout kvalitního spojení dvou již vypálených LTCC struktur při současné nulové změně rozměrů v osách X, Y použité nevypálené základní pásky. Nejsnáze aplikovatelná metoda ve smyslu procesní náročnosti je metoda laminace s podporami z obou stran struktury. Tento typ konstrukce zaručuje při dodržení správného technologického postupu, parametrů laminace, kvalitu a opakovatelnost vyrobené deformační membrány.

- 4. Výzkum možnosti výroby jemných nosných a deformačních struktur v LTCC a tlusté vrstvě Zkoumány byly také nekonvenční metody použití tlustovrstvých past v kombinaci s LTCC substráty. Pozornost byla zaměřena na realizaci volně stojících tlustovrstvých nosníků pro použití v senzorice. Tlustovrstvé nosníky mají oproti základním páskám LTCC materiálu výhodu v podstatně nižší tloušťce a vyšší ohebnosti. Byly ověřeny vhodné materiály a kompatibilní tlustovrstvé pasty vhodné pro výrobu nosníků. Byly také navrhnuty a ověřeny postupy vhodné pro výrobu struktur minimální mírou deformace výsledného nosníku.
- 5. Návrh a vytvoření teoretického základu pro výrobu funkčních vzorků navržených pro konkrétní optoelektronické aplikace Poslední část disertační práce je zaměřena na využití a aplikaci získaných poznatků v praktických aplikacích senzorů fyzikálních veličin, jako ověření získaných poznatků. U všech realizovaných senzorů byly aplikovány optické principy vyhodnocení měřených veličin. Prvním ze zkoumaných typů senzorů byly optické senzory tlaku. Senzory byly vyhodnocovány na principu FP rezonátoru, kterým byla měřena délka optické dutiny tvořené zavedeným optickým vláknem a odrazivou plochou na membráně. Druhým typem senzoru v aplikační části byly senzory deformace. Míra deformace byla opět vyhodnocována na optickém principu měřením vlnové délky FBG struktur. Vyrobena byla sada senzorů pro měření komprese nebo tahu. Během měření je potřeba ještě řešit teplotní kompenzace měřené hodnoty. Třetí typ vyrobených

prototypů senzoru byly senzory náklonu s optickým vyhodnocením vložného útlumu na optické trase. Nejnáročnější ve výrobě prototypů senzorů bylo přesné umístění všech optických vláken na tělo senzoru. Celý výrobní postup se ukázal jako velmi náročný na přesnost výroby a pro opakovatelnou výrobu by takový postup nebyl v praxi aplikovatelný. Poslední aplikací LTCC substrátu v oblasti optických senzorů byl senzor teploty s průběžným optickým vláknem a FBG mřížkou. Pro výrobu nosného prvku byl zvolen LTCC materiál především z důvodu možnosti výroby 3D struktury s malým průřezem.

Závěrem lze konstatovat, že práce splnila cíle a přispěla k bližšímu poznání konkrétních vlastností základních LTCC materiálů důležitých pro přípravu senzorů fyzikálních veličin. Velký přínos je patrný také v oblasti obrábění základních LTCC materiálů, kde byla demonstrována možnost výroby jemných a tenkých struktur a další možnosti obrábění i pro použití ve výrobě. Klíčovou oblastí je pak sledování vlivu vstupních výrobních parametrů nejen na změnu rozměrů struktury během procesu výpalu, ale také na mechanické vlastnosti vypálené struktury. K rozšíření možností v oblasti zkoumané problematiky přispěli inovativní metody realizace složitějších 3D struktur s využitím kombinace LTCC a tlustovrstvých past pro následné použití v konkrétních typech optických senzorů.

Seznam literatury

- [1] IMANAKA, Y. Multilayered Low Temperature Cofired Ceramics (LTCC) Technology, Fujitsu Laboratories, Ltd. Japan, Springer 2005.
- [2] BARLOW, F. D.; ELSHABINI, A.; Ceramic interconnect technology handbook. Boca Raton, 2007.
- [3] KULKE, R.; KLEIN, T.; MOLLENBECK, G.; GUNNER, C.; RITTWEGER, M., Verification of an LTCC packaging technology on board of the ongoing TET-1 satellite mission, EMPC 2013
- [4] IHLE, M.; ZIESCHE, S.; ZECH, CH.; BAUMAN, GB. Compact LTCC Packaging and Printing Technologies for Sub–THz Modules, ESTC 2018
- [5] BURN, I.; MAHER, G. H. High resistivity BaTiO₃ ceramics sintered in CO-CO₂ atmospheres, J Mater Sci, 10 (1975), pp. 633-638
- [6] SAKABE, Y.; MINAI, K.; WAKINO, K. High dielectric constant ceramics for base metal monolithic capacitors, Jpn J Appl Phys, 20 (1981), pp. 147-152
- [7] JIA, W.; HOU, Y.; ZHENG, M. Advances in lead-free high-temperature dielectric materials for ceramic capacitor application. IET Nanodielectrics. 2018, 1(1), 3-16. DOI: 10.1049/iet-nde.2017.0003. ISSN 2514-3255.
- [8] GOLONKA, L.J. New application of LTCC technology. 28th International Spring Seminar on Electronics Technology: Meeting the Challenges of Electronics Technology Progress, 2005. IEEE, 2005, 162-166. DOI: 10.1109/ISSE.2005.1491020. ISBN 0-7803-9325-2.
- [9] CIOBANU, R.; SCHREINER, C.; DRUG, V.; SCHREINER, T.; ANTAL, D. Sensors in LTCC-technology with embedded microfluidic features, for medical applications. 2015 IEEE International Symposium on Medical Measurements and Applications (MeMeA) Proceedings. IEEE, 2015, 2015, , 407-410. DOI: 10.1109/MeMeA.2015.7145237. ISBN 978-1-4799-6477-2.
- [10] ZARNIK, M. S.; NOVAK, F.; PAPA, G. Thermal Phenomena in LTCC sensor structures, Sensors and Actuators A: Physical, Volume 290, 1 May 2019, Pages 198-206
- [11] KARIOJA, P.; KERANEN, K.; KARPPINEN, M.; KAUTIO, K.; HEIKKINEN, V.; LAHTI, M.; OLLILA, J.; MAKINEN, J. T.; KATAJA, K.; TUOMINEN, J.; JAAKOLA, T.; PARK, S.; KORHONEN, P.; ALAJOKI, T. LTCC toolbox for photonics integration. (2006)
- [12] ZHOU, J. Towards rational design of low-temperature co-fired ceramic (LTCC) materials. Journal of Advanced Ceramics. 2012, 1(2), 89-99. DOI: 10.1007/s40145-012-0011-3. ISSN 2226-4108.
- [13] DuPont[™] GreenTape: GreenTape Design Layout Guidelines [online]. 2009. Available at: https://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/electronic-andelectrical-materials/documents/prodlib/GreenTape_Design_Layout_Guidelines.pdf
- [14] DESIGN GUIDELINES FOR LTCC: HERALOCK HL2000 MATERIALS SYSTEM.

2003. Available http://www.seaceramics.com/Download/Design%20Guides/HL2KDG.pdf

- [15] Low Temperature Co-Fired Ceramic Systems: A6M-E High Frequency LTCC Tape System. 2015. Available at: https://www.ferro.com/-/media/files/resources/electronicmaterials/ferro-electronic-materials-a6m-e-ltcc-tape-system.pdf
- [16] ESL Electro-Science CO-FIRE CERAMIC TAPE 41010: Co-Fire Ceramic Tape For Multilayer and Microwave Applications Requiring Dielectric Constant ~ 7. 2004. Available at: http://electroscience.com/sites/default/files/datasheets/41010.pdf
- [17] SEBASTIAN, M. T. Dielectric materials for wireless communication. Boston: Elsevier, 2008. ISBN 978-0-08-045330-9.
- [18] HAGEN, G.; REBENKLAU, L. Fabrication of Smallest Vias in LTCC Tape. 2006 1st Electronic Systemintegration Technology Conference. IEEE, 2006, 2006, , 642-647. DOI: 10.1109/ESTC.2006.280072. ISBN 1-4244-0552-1.
- [19] ZHU, J.; YUNG, W. K. C. Studies on laser ablation of low temperature co-fired ceramics (LTCC). The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2009, 42(7-8), 696-702. DOI: 10.1007/s00170-008-1647-6. ISSN 0268-3768.
- [20] JIANG, B.; HABER, J.; RENKEN, A.; MURALT, P.; KIWI-MINSKER, L.; MAEDER, T. 2015. Fine structuration of low-temperature co-fired ceramic (LTCC) microreactors. Lab on a Chip . 15(2), 563-574.
- [21] GUTZEIT, N.; SCHULZ, A.; WELKER, T.; WAGNER, C.; SCHAFER, E.; MULLER, J. High-precision picosecond laser structuring on LTCC for silicon chip assembly with high electrical contact density. IEEE, 2017, 2017, 1-4. DOI: 10.23919/EMPC.2017.8346866. ISBN 978-0-9568086-4-6.
- [22] KRUEGER, D.; PETERSON, K.; EULER, L. Electromagnetic Isolation Solutions in Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC). International Symposium on Microelectronics. 2011, 2011(1), 000760-000767. DOI: 10.4071/isom-2011-WP3-Paper5. ISSN 2380-4505.
- [23] MARKOWSKI, P. Photoimageable details on LTCC ceramic. Proceedings of the 2011 34th International Spring Seminar on Electronics Technology (ISSE). IEEE, 2011, 2011, , 135-140. DOI: 10.1109/ISSE.2011.6053566. ISBN 978-1-4577-2111-3.
- [24] BIROL, H. Fabrication of low temperature co-fired ceramic (LTCC)-based sensor and micro-fluidic structures. Lausanne, 2007 Dostupné z: https://infoscience.epfl.ch/record/91137?ln=en.
- [25] FOURNIER, Y. 3D Structuration Techniques of LTCC for Microsystems Applications. Lausanne, 2010. Dostupné z: https://infoscience.epfl.ch/record/149165?ln=en. EPFL.
- [26] SHAFIQUE, F. M.; LAISTER, A.; CLARK, M.; MILES, R. E.; ROBERTSON, I. D. Fabrication of embedded microfluidic channels in low temperature co-fired ceramic technology using laser machining and progressive lamination. Journal of the European Ceramic Society. 2011, 31(13), 2199-2204. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2011.05.039. ISSN 09552219.

- [27] FOURNIER, Y.; MAEDER, T.; BOUTINARD-ROUELLE, G.; BARRAS, A.; CRAQUELIN, N.; RYSER, P. Integrated LTCC Pressure/Flow/Temperature Multisensor for Compressed Air Diagnostics[†]. Sensors. 2010, 10(12), 11156-11173. DOI: 10.3390/s101211156. ISSN 1424-8220.
- [28] FOURNIER, Y., TRIVERIO, O.; MAEDER, T.; RYSER, P. LTCC Free-standing Structures with Mineral Sacrificial Paste. In Proceedings, Int'l Conference on Ceramic Interconnect and Ceramic Microsystems Technologies. Munich Germany, 2008, , 11-18.
- [29] MALECHA, K, MAEDER, T.; JACQ, C.; RYSER, P. Structuration of the low temperature co-fired ceramics (LTCC) using novel sacrificial graphite paste with PVA-propylene glycol-glycerol-water vehicle. Microelectronics Reliability. 2011, 51(4), 805-811. DOI: 10.1016/j.microrel.2010.11.009. ISSN 00262714.
- [30] MALECHA, K. Fabrication of cavities in low loss LTCC materials for microwave applications. Journal of Micromechanics and Microengineering. 2012, 22(12). DOI: 10.1088/0960-1317/22/12/125004. ISSN 0960-1317
- [31] JURKÓW, D.; GOLONKA, L. Novel cold chemical lamination bonding technique—A simple LTCC thermistor-based flow sensor. Journal of the European Ceramic Society. 2009, 29(10), 1971-1976. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.12.008. ISSN 09552219.
- [32] JURKÓW, D.; GOLONKA, L. (2008). Novel bonding method of Low Temperature Cofired Ceramic Tapes. Materialy Elektroniczne. 36. 139 148.
- [33] JURKOW, D.; ROGUSZCZAK, H.; GOLONKA, L. Cold chemical lamination of ceramic green tapes. Journal of the European Ceramic Society. 2009, 29(4), 703-709. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.035. ISSN 09552219.
- [34] PETERSON, K.; ROHDE, S. B.; PFEIFER, K. B.; TURNER, T. S. (2003). Novel LTCC fabrication techniques applied to a rolled micro ion mobility spectrometer. Proceedings -Electrochemical Society. 27. 156-171.
- [35] HORVÁTH, E.; HARSÁNYI, G. Optimization of fluidic microchannel manufacturing processes in low temperature co-fired ceramic substrates. Periodica Polytechnica Electrical Engineering. 2010, 54(1-2). DOI: 10.3311/pp.ee.2010-1-2.08. ISSN 0031-532X.
- [36] BIROL, H.; MAEDER, T.; RYSER, P. Processing of graphite-based sacrificial layer for microfabrication of low temperature co-fired ceramics (LTCC). Sensors and Actuators A: Physical. 2006, 130-131, 560-567. DOI: 10.1016/j.sna.2005.12.009. ISSN 09244247.
- [37] WANG, X. S.; BALLUCH, B.; SMETANA, W.; STANGL, G. Optimization of cavity fabrication for micro-fluidic systems. 2008 31st International Spring Seminar on Electronics Technology. IEEE, 2008, 2008, 414-419. DOI: 10.1109/ISSE.2008.5276640. ISBN 978-1-4244-3973-7.
- [38] GOLONKA, L.. "Technology and applications of Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) based sensors and microsystems." (2006).
- [39] MALECHA, K.; GOLONKA, L. Microchannel fabrication process in LTCC ceramics. Microelectronics Reliability. 2008, 48(6), 866-871. DOI: 10.1016/j.microrel.2008.03.013.

ISSN 00262714.

- [40] GUO, Y. X.; ONG, L. C.; LUO, B.; CHIA, M. Y. W.; KARPPINEN, C.; KAUTIO, K.; MAKINEN, J. T.; OLLILA, J. An LTCC optical transceiver for radio-over-fiber. 2005 European Microwave Conference. IEEE, 2005, 2005, , 3 pp.-. DOI: 10.1109/EUMC.2005.1608808. ISBN 2-9600551-2-8.
- [41] IHLE, M.; ZIESCHE, S.; BECKERT, E.; HORNAFF, M. LTCC packaging of a laser optical system for harsh environments. 2016 Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS (DTIP). IEEE, 2016, 2016, , 1-4. DOI: 10.1109/DTIP.2016.7514854. ISBN 978-1-5090-1457-6.
- [42] COBAS GOMEZ, H.; MANSINI CARDOSO, R.; DE NOVAIS SCHIANTI, J.; MARIM DE OLIVEIRA, A; GONGORA-RUBIO, M. Fab on a Package: LTCC Microfluidic Devices Applied to Chemical Process Miniaturization. Micromachines. 2018, 9(6). DOI: 10.3390/mi9060285. ISSN 2072-666X.
- [43] MALECHA, K.; ZAWADA, T.; GOLONKA, L. LTCC based microfluidic optical detector. 28th International Spring Seminar on Electronics Technology: Meeting the Challenges of Electronics Technology Progress, 2005. IEEE, 2005, 361-365. DOI: 10.1109/ISSE.2005.1491055. ISBN 0-7803-9325-2.
- [44] SMETANA, W.; BALLUCH, B.; STANGL, G.; GAUBITZER, E.; EDETSBERGER, M.; KÖHLER, G. A multi-sensor biological monitoring module built up in LTCC-technology. Microelectronic Engineering. 2007, 84(5-8), 1240-1243. DOI: 10.1016/j.mee.2007.01.155. ISSN 01679317.
- [45] JACQ, C.; MAEDER, T.; RYSER, P. Sensors and packages based on LTCC and thick-film technology for severe conditions. Sadhana. 2009, 34(4), 677-687. DOI: 10.1007/s12046-009-0031-z. ISSN 0256-2499.
- [46] MAEDER, T.; BAMDAD, A.; FOURNIER, Y.; NIKLAUS, J.; RYSER, P. (2007). LTCC ultra high isostatic pressure sensors. 16th European Microelectronics and Packaging Conference and Exhibition 2007, EMPC 2007.
- [47] ZARNIK, M. S.; BELAVIC, D.; MACEK, S. FE analyses and prototype testing of a piezoresistive LTCC-based low-pressure sensor. 2009 15th International Symposium for Design and Technology of Electronics Packages (SIITME). IEEE, 2009, 2009, , 205-210. DOI: 10.1109/SIITME.2009.5407371. ISBN 978-1-4244-5132-6.
- [48] BELAVIC, D.; ZARNIK, M. S.; MARGHESCU, C. Design of a Capacitive LTCC-based Pressure Sensor. 2009 15th International Symposium for Design and Technology of Electronics Packages (SIITME). IEEE, 2009, 2009, , 31-36. DOI: 10.1109/SIITME.2009.5407406. ISBN 978-1-4244-5132-6.
- [49] QIN, L.; SHEN, D.; WEI, T.; TAN, Q.; LUO, T.; ZHOU, Z.; XIONG, J. A Wireless Passive LC Resonant Sensor Based on LTCC under High-Temperature/Pressure Environments. Sensors. 2015, 15(7), 16729-16739. DOI: 10.3390/s150716729. ISSN 1424-8220.
- [50] NEUBERT, H.; PARTSCH, U.; FLEISCHER, D.; GRUCHOW, M.; KAMUSELLA, A.;

PHAM, T. Q. Thick Film Accelerometers in LTCC Technology—Design Optimization, Fabrication, and Characterization. Journal of Microelectronics and Electronic Packaging. 2008, 5(4), 150-155. DOI: 10.4071/1551-4897-5.4.150. ISSN 1551-4897.

- [51] LIU, H, FANG, R.; MIAO, M.; ZHANG, Y.; YAN, Y.; TANG, X.; LU, H.; JIN, Y. Design, Fabrication, and Performance Characterization of LTCC-Based Capacitive Accelerometers. Micromachines. 2018, 9(3). DOI: 10.3390/mi9030120. ISSN 2072-666X.
- [52] NANDANWAR, A.; VENUGOPAL NAIDU, M.; PANDEY, C. N. A study on the effect of loading methods (central and two-point) on the bending properties of panel products. Journal of the Indian Academy of Wood Science. 2011, 8(1), 1-5. ISSN 0972-172X. DOI:10.1007/s13196-011-0015-6
- [53] BIROL, H., MAEDER, T.; JACQ, C.; STRAESSLER, S.; RYSER, P. Fabrication of Low-Temperature Co-Fired Ceramics Micro-Fluidic Devices Using Sacrificial Carbon Layers. International Journal of Applied Ceramic Technology. 2005, 2(5), 364-373. DOI: 10.1111/j.1744-7402.2005.02036.x. ISSN 1546-542X.
- [54] LUKACS, P.; PIETRIKOVA, A.; LIVOVSKY, L. Analysis of mechanical properties of LTCC substrates. Proceedings of the 2014 37th International Spring Seminar on Electronics Technology. IEEE, 2014, 2014, 39-43. DOI: 10.1109/ISSE.2014.6887558. ISBN 978-1-4799-4455-2.
- [55] STM International. C1161-13 Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2013. doi: https://doi.org/10.1520/C1161-13
- [56] ASTM International. D790-03 Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2003. doi: https://doi.org/10.1520/D0790-03
- [57] KLÍMA, M.; HOLIK, M.; SVATOS, V.; HUBÁLEK, J.; SZENDIUCH, I.; URBAN, F. Photo-Reflective Layer on Low Temperature Co-Fired Ceramic for Optical Applications. Key Engineering Materials [online]. 2013, 592-593, 457-460. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.592-593.457. ISSN 1662-9795.
- [58] BIROL, H., T. MAEDER, C. JACQ, S. STRAESSLER a P. RYSER. Fabrication of Low-Temperature Co-Fired Ceramics Micro-Fluidic Devices Using Sacrificial Carbon Layers. International Journal of Applied Ceramic Technology [online]. 2005, 2(5), 364-373. DOI: 10.1111/j.1744-7402.2005.02036.x. ISSN 1546-542X.
- [59] TLILI, M.; SINOU, M.; KARNFELT, C.; BOURREAU, D.; PEDEN, A. Micro Heat Pipe Design and Fabrication on LTCC. 2018 7th Electronic System-Integration Technology Conference (ESTC). IEEE, 2018, 2018, 1-3. DOI: 10.1109/ESTC.2018.8546402. ISBN 978-1-5386-6814-6.
- [60] ASTM C373-18, Standard Test Methods for Determination of Water Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018

- [61] RICHARDSON, R. Hermetic Cover Seal Process Technology MIL-STD-883 TM 1014 Seal, MicroCircuit Laboratories LLC, 2017.
- [62] KLIMA, M.; SOMER, J.; BLAHOVA, L.; PROCHAZKA, M.; SZENDIUCH, I. Usage of low-temperature co-fired ceramic in hermetic packaging. Proceedings of the 2014 37th International Spring Seminar on Electronics Technology. IEEE, 2014, 2014, , 99-103. ISBN 978-1-4799-4455-2.
- [63] https://www.tjgreenllc.com/2016/09/21/hermetic-vs-near-hermetic-packaging-a-technicalreview/
- [64] KLÍMA, M. Nekonvenční aplikace keramiky s nízkou teplotou výpalu. Brno, 2015. Dizertační práce. VUT v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Ivan Szendiuch, CSc.
- [65] Test Method for Determination of Thermal Shock Resistance for Advanced Ceramics by Water Quenching [online]. B.m.: ASTM International. Dostupné z: doi:10.1520/c1525-04
- [66] GUTHRIE, W. F. 2020. NIST/SEMATECH e-Handbook of Statistical Methods (NIST Handbook 151) [online]. 2020. B.m.: National Institute of Standards and Technology. Dostupné z: doi:10.18434/M32189
- [67] WEILGUNI, M.; SMETANA, W.; NICOLICS, J.; KAUSEL, W.; GOEBL. W. Influence of lamination parameters on mechanical properties of low temperature co-fired ceramic tapes. Microelectronics Reliability. 2011, 51(7), 1253-1256. ISSN 00262714.
- [68] JURKÓW, D. Investigation of Co-firing Process Conditions of Low Temperature Co-fired Ceramics Using Design of Experiment. International Journal of Applied Ceramic Technology [online]. 2014, 11(3), 480-495 [cit. 2021-8-8]. ISSN 1546542X. Dostupné z: doi:10.1111/jjac.12207
- [69] FOURNIER, Y.; BIERI, L. S.; MAEDER, T.; RYSER, P. Influence of lamination parameters on LTCC shrinkage under unconstrained sintering. 4th European Microelectronics and Packaging Symposium. 2006, 6, 165-170.
- [70] MACIOSZCZYK, J.; MALECHA, K.; STAFINIAK, A.; GOLONKA, L. Impact of processing parameters on the LTCC channels geometry. Materials Science-Poland. 2015, 33(4), 816-825. ISSN 2083-134X. Dostupné z: doi:10.1515/msp-2015-0104
- [71] JURKÓW, D.; GOLONKA, L. Application of Design of the Experiment in Preliminary Investigations on the end Milling of Low Temperature Co-fired Ceramics. International Journal of Applied Ceramic Technology. 2013, 10(4), 671-681. ISSN 1546542X.
- [72] MIELLER, B.; RABE, T.; RANGELOV, V. In situ shrinkage measurement during pressure-assisted sintering of low temperature co-fired ceramic panels. International Journal of Applied Ceramic Technology. 2017, 14(2), 245-251. ISSN 1546542X.
- [73] MOHANRAM, A.; LEE, S. H.; MESSING, G. L.; GREEN, D. J. Constrained Sintering of Low-Temperature Co-Fired Ceramics. Journal of the American Ceramic Society. 2006, 89(6), 1923-1929. ISSN 0002-7820.
- [74] SIEGMAN, A. E. Lasers. University Science Books, 1986. ISBN 0-935702-11-3.

- [75] KIM, S. H.; SOHN, I. B.; JEONG, S. Ablation characteristics of aluminum oxide and nitride ceramics during femtosecond laser micromachining. Applied Surface Science. 2009, 255(24), 9717-9720. ISSN 01694332.
- [76] BEN-YAKAR, A.; BYER, R. L. Femtosecond laser ablation properties of borosilicate glass. Journal of Applied Physics. 2004, 96(9), 5316-5323. ISSN 0021-8979.
- [77] CHIMIER, B.; UTÉZA, O.; SANNER, N. Damage and ablation thresholds of fused-silica in femtosecond regime. Physical Review B. 2011, 84(9). ISSN 1098-0121.
- [78] ELGUL, R.; MATIOLLI, L.; VIEIRA JUNIOR, N. D.; DE, W. Ultrashort Laser Pulses Machining. Laser Pulses - Theory, Technology, and Applications. InTech, 2012, 2012-10-17. ISBN 978-953-51-0796-5.
- [79] NOWAK, K. M.; BAKER, H. J.; HALL, D. R. Cold processing of green state LTCC with a CO2 laser. Applied Physics A. 2006, 84(3), 267-270. ISSN 0947-8396.
- [80] GRAHAM, N.; KALLI, K.; SUGDE, K. Advances in Femtosecond Micromachining and Inscription of Micro and Nano Photonic Devices. Frontiers in Guided Wave Optics and Optoelectronics. InTech, 2010, 2010-02-01. ISBN 978-953-7619-82-4.
- [81] MACHADO, L. M.; SAMAD, R. E.; DE ROSSI, W.; VIERA JUNIOR, N. D. D-Scan measurement of ablation threshold incubation effects for ultrashort laser pulses. Optics Expres. 2012, 20(4). ISSN 1094-4087.
- [82] BORN, M.; WOLF, E. Principles of optics: Electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light. 7. Cambridge: Cambridge university press, 2013. ISBN 978-0-521-64222-4.
- [83] HODGSON, N.; WEBER, H. Optical Resonators: Fundamentals, Advanced Conncepts and Applications. Springer, 1997. ISBN 3-540-76137-3.
- [84] SCHOMBURG, W. K. Introduction to Microsystem Design. New York: Springer Heidelberg Dordrecht, 2011. ISBN 978-3-642-19489-4.
- [85] KASHYAP, R. Fiber Bragg gratings. 2nd ed. Burlington, MA: Academic Press, c2010. ISBN 01-237-2579-8.
- [86] HISHAM, H. K. Fiber Bragg Grating Sensors: Development and Applications. CRC Press, 2019. ISBN 978-0367224851.
- [87] MITSURU, K. Optical Performance Analysis of Single-Mode Fiber Connections, Optical Fiber Communications and Devices. 2012. ISBN 978-953-307-954-7.

Seznam publikací autora

Hlavní autor

- 1) SOMER, J.; URBAN, F.; SZENDIUCH, I.; URBAN, F. Optical pressure sensors for harsh environment. In *Microelectronics and Packaging Conference (EMPC) & Exhibition, 2017 21st European.* 2018. s. 1-5. ISBN: 978-0-9568086-4-6.
- 2) SOMER, J. Optical pressure sensors in LTCC technology. In *Proceedings of the 23rd Conference STUDENT EEICT 2017.* 2017. s. 552-556. ISBN: 978-80-214-5496- 5.
- 3) SOMER, J.; KLÍMA, M.; MACHÁČ, P.; SZENDIUCH, I. Joining LTCC, Al2O3 and SiC substrates for higher operating temperature applications. In *Materials Structure & Micromechanics of Fracture (MSMF8). Solid State Phenomena.* 2016. s. 631-634. ISBN: 978-80-214-5357-9. ISSN: 1662-9779.
- SOMER, J.; URBAN, F.; ČUČKA, M.; URBAN, F.; SZENDIUCH, I. Sensors based on longitudinal fiber Bragg gratings. In *39th International Spring Seminar on Electronics Technology (ISSE). IEEE Conference proceedings.* 2016. s. 472-475. ISBN: 978-1-5090-1389-0. ISSN: 2161-2064.
- 5) SOMER, J.; URBAN, F.; URBAN, F.; SZENDIUCH, I. *Optical pressure sensors in LTCC technology.* Abstracts Proceedings, International flash conference IMAPS Czech and Slovak chapter. 2015. s. 41-42. ISBN: 978-80-214-5270- 1.
- 6) SOMER, J.; ŠTEKOVIČ, M.; URBAN, F.; SZENDIUCH, I. Development of Optical Inclinometer in LTCC Technology. In *Novel Trends in Electronics Manufacturing - Book of Abtracts 38th International Spring Seminar on Electronics Technology.* Hungary: Budapest University of Technology and Economics, 2015. s. 482-486. ISBN: 978-963-313-177-0.
- 7) SOMER, J.; ŠTEKOVIČ, M.; URBAN, F.; ŠANDERA, J.; SZENDIUCH, I. Bonding of zero-shrink LTCC with alumina ceramics. SOLDERING & SURFACE MOUNT TECHNOLOGY, 2015, roč. 27, č. 4, s. 157-163. ISSN: 0954-0911.
- 8) SOMER, J.; ŠTEKOVIČ, M.; ŠANDERA, J.; SZENDIUCH, I. Bonding of LTCC with Alumina ceramics. In *Electronic Devices and Systems, IMAPS CS International Conference 2014.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2014. s. 60-64. ISBN: 978-80-214-4985- 5.

Další autor

 ČUČKA, M.; HELÁN, R.; URBAN, F.; SOMER, J.; MÜNSTER, P. Návrh konektorového spoje pro inteligentní textilie. In *LA59.* 1. Ústav přístrojové techniky AV ČR, v.v.i Královopolská 147, 612 64 Brno: Ústav přístrojové techniky AV ČR, v.v.i Královopolská 147, 612 64 Brno, 2019. s. 9-10. ISBN: 978-80-87441-26-8.

- OTÁHAL, A.; SOMER, J.; SZENDIUCH, I. Influence of heating direction on BGA solder balls structure. In *Microelectronics and Packaging Conference (EMPC) & Exhibition, 2017 21st European.* 2018. s. 1-4. ISBN: 978-0-9568086-4-6.
- 3) GABLECH, I.; SOMER, J.; FOHLEROVÁ, Z.; SVATOŠ, V.; PEKÁREK, J.; KURDÍK, S.; FENG, J.; FECKO, P.; PODEŠVA, P.; HUBÁLEK, J.; NEUŽIL, P. Fabrication of buried microfluidic channels with observation windows using femtosecond laser photoablation and parylene-C coating. *Microfluidics and Nanofluidics*, 2018, roč. 22, č. 9, s. NA (NA s.)ISSN: 1613-4990.
- 4) CHMELA, O.; SADÍLEK, J.; SAMÀ, DOMÈNECH-GIL, G.; J.; SOMER, J.; MOHAN, R.; ROMANO-RODRIGUEZ, A.; HUBÁLEK, J.; VALLEJOS VARGAS, S. Selectively arranged single-wire based nanosensor array systems for gas monitoring. *Nanoscale*, 2018, roč. 10, č. 19, s. 9087-9096. ISSN: 2040-3372.
- CHMELA, O.; SADÍLEK, J.; SOMER, J.; HUBÁLEK, J.; VALLEJOS VARGAS, S. Gas Sensing Characterization of Single-Nanowire Sensor Array Systems Based on Non-Functionalized and Pt-Functionalized Tungsten Oxide. In *Proceedings of Eurosensors 2017. Proceedings.* 1. MDPI AG, 2017. s. 1-4. ISSN: 2504-3900.
- 6) SZENDIUCH, I.; SOMER, J.; VALA, R.; ADÁMEK, M.; BURŠÍK, M.; HEJÁTKOVÁ, E.; OTÁHAL, A.; PSOTA, B.; ŘEZNÍČEK, M.; ŘIHÁK, P.; SKÁCEL, J. *Moderní mikroelektronické technologie - základ elektronického hardware.* 1. 1. Brno: Vysoké učení technické v Brně, FEKT, 2015. 188 s. ISBN: 978-80-214-5293- 0.
- KLÍMA, M.; SOMER, J.; BLAHOVÁ, L.; PROCHÁZKA, M.; SZENDIUCH, I. Usage of Low-Temperature Co- Fired Ceramic In Hermetic Packaging. Advances in Electronic System Integration - Book of Abtracts 37th International Spring Seminar on Electronics Technology. 2014. s. 99-103. ISBN: 978-3-934142-49-7.
- 8) KLÍMA, M.; SZENDIUCH, I.; SOMER, J.; PROCHÁZKA, M. Hermetic Properties Of Low-Temperature Co- Fired Ceramic Applications. In *Sborník příspěvků Mezinárodní Masarykovy konference pro doktorandy a mladé vědecké pracovníky 2013.* Hradec Králové: MAGNANIMITAS, 2013. s. 1-8. ISBN: 978-80-87952-00- 9.

Curriculum Vitae

Osobní údaje:

Jméno a příjmení:	Jakub Somer
Email:	xsomer00(at)vutbr.cz, jakub.somer(at)gmail.com

Vzdělání:

2013 – současnost	Doktorské studium, VUT v Brně
2011 - 2013	Magisterské studium, VUT v Brně (titul Ing.)
2008 - 2011	Bakalářské studium, VUT v Brně (titul Bc.)

Praxe

NETWORK GROUP, s.r.o/ PROFIcomms s.r.o (sesterská
společnost) Výzkumně-vývojová činnost v oblasti vláknové
optiky, jemné mechaniky a pokročilých výrobních procesů.
Zaměření VaV na oblast optických senzorických systémů.
Návrh konceptů vyvíjených zařízení. Hlavní zaměření na
návrh konstrukci a předprodukční výrobu optovláknových
senzorů pro snímání fyzikálních veličin. Návrh a realizace
optických a optoelektronických systémů založených na
aktivních i pasivních prvcích.

- 2013 současnost Vysoké učení technické v Brně, FEKT, ÚMEL, Výuka předmětů bakalářských a magisterských studijních programů, účast na výzkumných a vědeckých projektech VUT, prezentace dosažených výsledků na odborných konferencích a v časopisech. Pracoviště: Laboratoř tlustovrstvé technologie a pájení.
- 2019 2020 Vysoké učení technické v Brně, CEITEC, Technický specializovaný pracovník v oblasti laserového obrábění. Účast na výzkumných projektech a na komerčních zakázkách.
- 2017 2018 Vysoké učení technické v Brně, CEITEC, Technický

specializovaný pracovník v oblasti micro a nano fabrication. Účast na výzkumných projektech a na komerčních zakázkách.

Řešené výzkumné projekty

- TA03010835 Optické vláknové senzory pro průmyslové aplikace. (2013– 2016, TA0/TA)
- 2) 01.1.02/0.0/0.0/15_002/0000862 FEMLAB: výzkumné pracoviště s femtosekundovým laserem NETWORK GROUP, s.r.o. (2014-2020)
- EG15_019/0004506 Kalibrace optických senzorových systémů a speciální senzory pro jaderné elektrárny (2015-2020, MPO/EG)
- 4) VI20172020067 Inteligentní technické textilie pro zvýšení bezpečnosti kritických infrastruktu (2017–2020, MV0/VI).
- 5) TG01010054-13 Přímo vyhřívaná šablona pro znovuvytvoření kulových pájkových vývodů u elektronických pouzder BGA (2018-2019)
- 6) FW01010379 Nelineární difrakční vláknové prvky pro senzorické systémy (2020-2023, TA0/FW)
- 7) FW03010171 Optovláknové rezonanční struktury pro senzorické systémy (2021-2024, TA0/FW)