

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Ochrana prvků tištěné a flexibilní elektroniky na bázi
Parylenu**

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta elektrotechnická
Akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Ota DRUDÍK**
Osobní číslo: **E14N0002P**
Studijní program: **N2612 Elektrotechnika a informatika**
Studijní obor: **Komerční elektrotechnika**
Název tématu: **Ochrana prvků flexibilní a tištěné elektroniky na bázi Parylenu.**
Zadávací katedra: **Katedra technologií a měření**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se s metodami a výrobními postupy v oblasti depozice vrstev pro ochranu elektronických prvků.
2. Kriticky zhodnoťte nalezené metody a porovnejte je s metodou depozice Parylenu.
3. Navrhněte a realizujte testovací vzorky pro depozici ochranných vrstev Parylenu.
4. Na vybraných vzorcích prakticky ověřte parametry vrstev a zhodnoťte jejich aplikovatelnost pro prvky flexibilní a tištěné elektroniky.

Rozsah grafických prací: podle doporučení vedoucího

Rozsah kvalifikační práce: 40 - 60 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

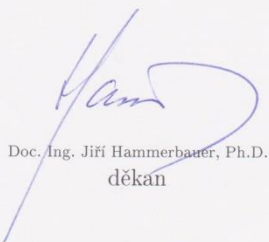
Seznam odborné literatury:

1. James J. Licari: Coating Materials for Electronic Applications: Polymers, Processing, Reliability, Testing, ISBN: 978-0-8155-1492-3, 2003
2. Tsai-Ning Chen: Improvements of Permeation Barrier Coatings Using Encapsulated Parylene Interlayers for Flexible Electronic Applications, Plasma Processes and Polymers, Volume 4, Issue 2, pages 180?185, 2007
3. Elektronické informační zdroje, firemní literatura, normy

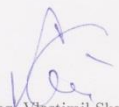
Vedoucí diplomové práce: Ing. Jan Řeboun, Ph.D.
Katedra technologií a měření

Datum zadání diplomové práce: 15. října 2015

Termín odevzdání diplomové práce: 16. května 2016


Doc. Ing. Jiří Hammerbauer, Ph.D.
děkan




Doc. Ing. Vlastimil Skočil, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. října 2015

Abstrakt

Předkládaná diplomová práce je rozdělena do dvou částí. První část, rešeršní, je věnována základním vlastnostem konformních povlaků se zaměřením na Parylen a jejich porovnání pro variace aplikací, ať už se jedná o jednovrstvé organické konformní povlaky, nebo o vícevrstvé anorganické vrstvy. Druhá část, experimentální, je věnována výběru a přípravě vzorků a následným měřením vlastností Parylenu. Hodnoty deklarované výrobcem jsou porovnány s hodnotami změřenými v této práci. Výstupem je určení vhodnosti testování vlastností na strukturách, které byly pro tuto práci navrženy a porovnání hodnot s udávanými hodnotami výrobce *Specialty Coating Systems*.

Klíčová slova

Parylen, konformní povlak, bariérová vrstva, dielektrická konstanta, dielektrická pevnost, propustnost vlhkosti, solný roztok, rezistivita, migrace, IDE.

Abstract

The master theses id divided into two parts. The first part is focused on the basic properties of barrier films, especially on Parylene. Barrier films will be compare in variations of applications with using single-layer organic or multilayer inorganic barriere films. The second part, experimental, is focused on preparation and selections of samples which are suitable for measuring and testing properties. Measured properties will be compared with properties which are presented by company *Specialty Coating Systems*. Second output is a determination of the appropriatness of structures witch were created for properties measuring.

Key words

Parylene, barriere films, bariérová dielectric constant, dielectric strenght, moisture permeability, saline acid, resistivity, migration, IDE.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software, použitý při řešení této diplomové práce, je legální.

.....

podpis

V Plzni dne 16.5.2016

Bc. Ota Drudík

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Janu Řebounovi, Ph.D. za cenné profesionální rady, připomínky a metodické vedení práce.

Dále bych rád poděkoval Ing. Františku Machovi, Ph.D. za podněty k práci a svým blízkým, kteří mě podporovali v průběhu celého studia.

V neposlední řadě děkuji také firmě SCS za pokrytí potřebných vzorků, poskytnutí potřebných informací a komentovanou prohlídku české pobočky.

Obsah

OBSAH	8
SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK	1
ÚVOD.....	2
1 MATERIÁLY PRO BARIÉROVÉ A OCHRANNÉ VRSTVY.....	4
1.1 JEDNOVRSTVÉ BARIÉROVÉ VRSTVY	4
1.2 VÍCEVRSTVÉ BARIÉROVÉ VRSTVY	5
1.3 POUŽÍVANÉ MATERIÁLY PRO BARIÉROVÉ VRSTVY	5
2 POROVNÁNÍ BARIÉROVÝCH MATERIÁLŮ.....	7
2.1 TERMICKÉ VLASTNOSTI	7
2.2 ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI.....	8
2.3 FYZIKÁLNÍ A MECHANICKÉ VLASTNOSTI	11
3 TECHNOLOGIE NANÁŠENÍ BARIÉROVÝCH VRSTEV.....	12
3.1 VODIVOSTNÍ A DIFÚZNÍ PROCESY	12
3.2 CHEMICKÉ PROCESY	13
3.2.1 <i>Nejpoužívanější CVD.....</i>	<i>13</i>
3.3 PROCESY NA BÁZI SMÁČENÍ.....	14
3.4 NÁSTRÍKOVÉ PROCESY	15
3.5 FYZIKÁLNÍ DEPOZICE.....	17
4 HISTORIE PARYLENU.....	19
5 EVOLUCE PARYLENU	20
5.1 POKROK S ELEKTRONIKOU.....	20
5.2 POKROK V APLIKACÍCH PRO LETECKÝ PRŮMYSL A KOSMONAUTIKU.....	20
5.3 POKROK V AUTOMOBILOVÉM PRŮMYSLU	20
5.4 LÉKAŘSKÝ PRŮMYSL	21
5.5 VYUŽITÍ V MEMS	21
5.6 DALŠÍ MOŽNOSTI VYUŽITÍ PARYLENU	21
6 DRUHY PARYLENU	22
6.1 PARYLEN N	22
6.2 PARYLEN C.....	22
6.3 PARYLEN D	23
6.4 PARYLEN HT®	23
6.5 PARYLEN C-UVF®	23
6.6 MICRORESIST® ANTIMIKROBIÁLNÍ TECHNOLOGIE PARYLENU	24
7 VLASTNOSTI A DEPOZICE PARYLENU.....	25
7.1 DEPOZICE PARYLENU	25

7.2	VLASTNOSTI PARYLENU	26
7.2.1	<i>Elektrické vlastnosti</i>	27
7.2.2	<i>Bariérové vlastnosti a chemická odolnost</i>	27
7.2.3	<i>Termální, kryogenní, vakuové a sterilizační vlastnosti</i>	28
7.2.4	<i>Optické vlastnosti a odolnost proti radiaci</i>	29
7.2.5	<i>Biokontabilita a biostabilita</i>	29
7.3	PROBLEMATIKA PARYLENŮ	30
7.3.1	<i>Adheze</i>	31
7.3.2	<i>Cena</i>	32
8	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	34
8.1	NÁVRH MOTIVŮ	34
8.1.1	<i>Struktura IDE</i>	34
8.1.2	<i>Struktura vodivých drah</i>	35
8.1.3	<i>Měděný rovinný povrch - MRP</i>	35
8.1.4	<i>Použitý materiál pro tisk</i>	35
8.1.5	<i>Celková testovací plocha</i>	36
8.1.6	<i>Návrh motivů pro AJP</i>	37
8.1.7	<i>Návrh motivů pro sítotisk</i>	37
8.2	ZHOTOVENÍ VZORKŮ	38
8.2.1	<i>Ftalocyanin</i>	39
8.3	MĚŘENÍ, VÝSLEDKY A DISKUSE	40
8.3.1	<i>Kapacita vzorků</i>	40
8.3.2	<i>Měření dielektrické konstanty</i>	42
8.3.3	<i>Měření impedance v solném roztoku</i>	45
8.3.4	<i>Dielektrická pevnost</i>	49
8.3.5	<i>Rezistivita</i>	52
8.3.6	<i>Propustnost vlhkosti a migrace</i>	55
	ZÁVĚR	60
	SEZNAM LITERATURY A INFORMAČNÍCH ZDROJŮ	63
	PŘÍLOHY	1

Seznam symbolů a zkratek

SCS	Specialty Coatings Systems
OTR	Oxygen transmission rate (propustnost kyslíku)
PVC.....	Polyvinyl-chlorid
EVA.....	Ethyl Vinyl Acetát
C.....	Kapacita [F]
Q.....	Elektrický náboj [C]
φ	Elektrický potenciál [V]
ϵ_0	Permitivita vakua [F/m]
ϵ_r	Relativní permitivita [-]
E.....	Elektrická intenzita [V/mm]
SiO ₂	Oxid křemičitý
Al ₂ O ₃	Oxid hlinitý
ZrO ₂	Oxid zirkončitý
SiN _x	Silikonový nitrid
H ₂ O	dihydridoxygen
AJP.....	Aero Jet Printing
f.....	Frekvence [Hz]
PVD	Physical Vapor Deposition
LED.....	Light Emiting Diode
MEMS.....	Mikro-elektro-mechanické systémy
WVTR.....	Rychlost průniku vodních par
IDE.....	Interdigitální elektrody (Interdigital Elextrode)
FR4.....	Frekvence [Hz]
MRP.....	Měděný rovinný povrch
VD.....	Vodivé dráhy

Úvod

Ochranné vrstvy jsou dnes nezbytnou součástí pro elektroniku vystavovanou chemickým, mechanickým a mnoha dalším vlivům, kterým musí odolávat. Tato práce je zaměřena na Poly(para-xylylen), známý pod pojmem Parylen. Jedná se o polymer, který patří do jedinečné chemické skupiny a je úspěšně využíván pro konformní ochranné povlaky. Používán je například jako ochranný povlak lékařských nástrojů, elastomerů, elektroniky, ve vojenském a automobilovém průmyslu i v jiných průmyslových odvětvích. Povlak Parylenu je průhledný a je dobrou ochranou proti vlhkosti, nečistotám, korozi a také rozpouštědlům. Díky dobré dielektrické konstantě se stává výborným izolantem při nižších tloušťkách, než je běžné u ostatních konformních povlaků. Díky této a spoustě dalším vlastnostem si Parylen nachází stále širší uplatnění nejen ve světě elektroniky. [6, 8, 10, 11]

Cílem první části práce, rešeršní, je seznámení s materiály používanými pro bariérové ochranné vrstvy a jejich vzájemné kritické porovnání z hlediska elektrických, mechanických, fyzikálních i chemických vlastností a seznámení s technologiemi nanášení. Srovnány budou výhody i nevýhody jednovrstvých ochranných vrstev (ve většině aplikací Parylenů) oproti vícevrstevným ochranným vrstvám. Další část rešerše se komplexněji zabývá využitím Parylenu. Zmíněna bude historie související s objevem Parylenu a jeho komerčním uvedením na trh, na kterou naváže vývoj a evoluce polymeru v jednotlivých oborech, jako je elektronika, letecký průmysl, kosmonautika, automobilový a lékařský průmysl a mikroelektronika. Část textu bude věnována budoucímu využití Parylenu a jeho dalšímu směřování s rozvojem stávajících vlastností. Popsány budou používané druhy Parylenu firmou SCS včetně jejich elektrických, bariérových, kryogenních, termálních, vakuových, sterilizačních, optických, chemických a dalších vlastností. Závěr rešeršní části bude věnován popisu depozice Parylenu a jeho výhodám.

Druhá část práce, experimentální, je zaměřena na praktické ověření vlastností Parylenu, kde na vytvořených vzorcích budou měřeny hodnoty, které se následně porovnájí s hodnotami uvedenými výrobcem Parylenu. Experimentální část je rozdělena do tří hlavních částí. První částí popisuje návrh a zhotovení použitých vzorků pro testování ochranné vrstvy, které byly vybrány v rámci rešeršních znalostí. Druhá část se zabývá plánováním experimentu a popisem měřených vlastností, které se stanou výstupem práce. Třetí a zároveň poslední část obsahuje

měření a výstup hodnot, které jsou srovnány s hodnotami výrobce včetně grafického vyobrazení. Druhým výstupem práce bude porovnání vlastností vzorků bez a s obsaženou vrstvou Parylenu, na kterém bude demonstrována nutnost použití bariérových vrstev při vystavení vzorků zhoršeným podmínkám, kterým musí dnes materiály čelit v široké škále aplikací. V závěru bude určena vhodnost použití vybraných struktur pro měření vybraných vlastností s určením přesnosti a vhodnými doporučeními. Výsledky výzkumu budou interpretovány také v anglickém jazyce pro zpřístupnění údajů firmě SCS.

1 Materiály pro bariérové a ochranné vrstvy

Většina typů polymerů se může použít jako ochranná vrstva. Pro mikroelektronické aplikace jsou nejvíce využívány Akryláty, Epoxidy, Polyuretany, Silikony, Solixany, Polyamidy, Fluorované uhlovodíky, Benzocyklobuteny a Polyparaxylelany. Při výběru ochranné vrstvy musíme zohlednit nejen požadované vlastnosti ochranného materiálu, ale i skutečnost, jaké komponenty budou chráněny. Bariérové filmy jsou z hlediska náročnosti aplikace děleny do dvou základních skupin, mezi které patří jednovrstvé a vícevrstvé bariérové vrstvy. [1, 2]

1.1 Jednovrstvé bariérové vrstvy

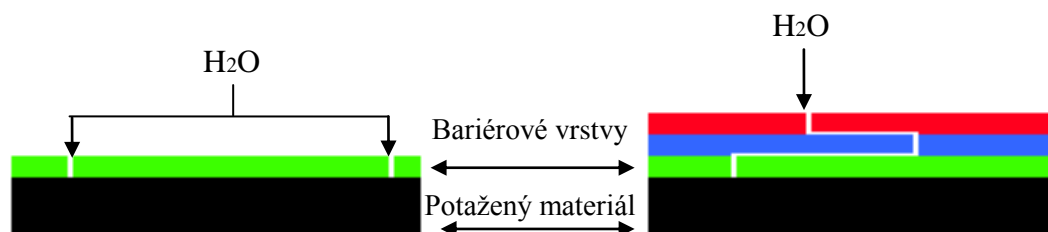
Vzhledem k jednoduchosti výrobních procesů jsou jednovrstvé bariérové filmy atraktivní možností. Jejich největší výhodou je produkční cena, která je díky nízké náročnosti na výrobu též nízká. Další výhodou je často dostačující nižší tloušťka bariérového filmu. Oproti vícevrstvým bariérovým filmům však dosahují jednovrstvé filmy nižší kvality. Nedostatečně kvalitní vrstvy mají za následek vznik vad. Vlivem vnějšího prostředí může docházet k rychlejší degradaci materiálu nanesené ochrany a ke ztrátě bariérových vlastností. Dobrých výsledků při jednovrstvém filmu dosahují organické materiály, které se dnes hojně využívají. Pro srovnání jsou v *Tab. 1* uvedeny parametry OTR (Oxygen transmission rate – propustnost kyslíku) pro jednovrstvé a vícevrstvé filmy. Tento parametr byl vybrán právě pro svou rozdílnost u jednotlivých filmů [1, 2, 9, 12, 13]

Tab. 1 Porovnání bariérových vrstev z hlediska OTR

Materiál	Druh enkapsulace	OTR (cm ³ * m ⁻² * bar ⁻¹ * den ⁻¹)
SiOx/PET	Vícevrstvá anorganická	0,007 - 0,03
Al ₂ O ₃ /ZrO ₂	Vícevrstvá anorganická	0,0001
SiOx/SiNx/Parylen	Vícevrstvá organicko - anorganická	1*10 ⁻⁶
SiNx/Parylen	Vícevrstvá organicko - anorganická	0,01 - 0,1
Polyimid	Jednovrstvá organická	0,07 - 17
Polypropylen	Jednovrstvá organická	93 - 300
Polyethylen	Jednovrstvá organická	54 - 80
Parylen N	Jednovrstvá organická	30
Parylen C	Jednovrstvá organická	7,1
Parylen D	Jednovrstvá organická	32

1.2 Vícevrstvé bariérové vrstvy

U těchto filmů probíhá nanášení v multivrstvách, což znamená nanášení ochranné vrstvy ve více krocích. Obvykle se vícevrstvé bariérové filmy nanášejí střídáním organických a anorganických materiálů, čímž je zamezeno vytváření vad a mikrokryalických zrn, jež bývají častým problémem u jednovrstvých bariérových filmů. Na *Obr. 1* je zobrazena diference délky drah jednovrstvých a vícevrstvých filmů, kterými mohou procházet molekuly vody nebo kyslíku. Při vzniku trhliny u jednovrstvého filmu je délka dráhy dána pouze tloušťkou filmu. U vícevrstvých filmů se dráha značně prodlužuje vlivem cest mezi filmy. To je jedním z důvodů, proč jsou vícevrstvé filmy schopny dosahovat lepších bariérových vlastností, než filmy jednovrstvé. [1, 9, 12, 13]



Obr. 1 Porovnání jedno a vícevrstvých konformních povlaků

1.3 Používané materiály pro bariérové vrstvy

Klíčovými ukazateli při výběru bariérové vrstvy jsou cena, pokrývaný materiál a v neposlední řadě vlastnosti, které bariérové vrstvy poskytují. Dle druhu aplikace by měly splňovat nároky na vlastnosti izolační, optické, stejně jako vysokou odolnost vůči vnějším vlivům. Níže se nachází výčet jen několika mála z nich. [1, 12, 13]

Polyestery

Polyestery dělíme na alkydové a nenasycené polyestery. Využívané jsou převážně alkydové, které lze snadno modifikovat na požadované vlastnosti pomocí pryskyřice, styrenů, nebo silikonů. Oceňovány jsou zejména pro svou odolnost vůči oděru a působení světla spolu se schopností odvádět vlhkost. [1,3, 12, 13]

Epoxidy

Epoxidy jsou žádané díky snadné dostupnosti, ceně, nízké náročnosti na zpracování a jejich tepelným a mechanickým vlastnostem. Polymerační reakce nastává smícháním pryskyřičné složky s alkalickými sloučeninami nebo s jinými sloučeninami obsahujícími nestabilní vazbu s atomy vodíku. Pro vysokou teplotní odolnost, odolnost proti kyselinám, zásadám, průmyslovým chemikáliím, organickým rozpouštědlům, vlhkosti a solné mlze jsou využívány k aplikaci v elektronice. Jedním z dalších důvodů je vysoká adheze k široké škále substrátů. Naopak nevýhodou epoxidů je malá flexibilita a smršťování během vytvrzování, které následně způsobuje pnutí ve vrstvách. [3, 13]

Polyvinyl

Polyvinyl patří mezi nejstarší typy polymerů, které mají velký počet variant. Mezi výhody patří příznivá cena. Naproti ní však stojí nízká tepelná stabilita a špatné izolační vlastnosti. Pro elektronické aplikace se tak využívají jen zřídka. Nejvyužívanějším typem polyvinylu je PVC (polyvinyl-chlorid), který se používá jako izolace vodičů. Mimo elektroniku nachází PVC široké využití. Další používané polyvinyl jsou polyvinyl-fluorid, polyvinyl-formal, polyvinyl-alkohol, polyvinyl-acetat a polyvinyl-aldehyd. Mezi dobré vlastnosti polyvinylů patří vysoká odolnost vůči vnikání vlhkosti a vodních par. [1]

Další využívané materiály

Dialyftaláty a ostatní alelické pomyly, Polyuretany, křemíkové sloučeniny, Polyimidy, Poly-xylelyny, Polysulfony, Ethyl Vinyl Acetát (EVA), Benzocyklobutany a Cykloteny, Ethylen Methyl Akrylát, Ormocer, Ormosil a mnoho dalších. [1, 2, 3, 12, 13]

2 Porovnání bariérových materiálů

V níže uvedených tabulkách je přehled vlastností Parylenů a Polymerů využívaných pro ochranné povlaky. Konkrétně byly vybrány následující polymery: Epoxidy, Silikony, Uretany a Akryláty. Vlastnosti jsou níže rozděleny do několika základních skupin. [26]

2.1 Termické vlastnosti

Termika, řadící se mezi fyzické vlastnosti, se zabývá vlastnostmi látek a jejich změnami vlivem působících změn teploty. Tepelné vlastnosti mají vliv zejména na vlastnosti elektrické, chemické i mechanické.

Paryleny typu N, C a D vynikají svou dlouhodobou stabilitou ve vakuu nebo v prostředí bez kyslíku do teploty 200 °C. Za běžných podmínek je stabilita Parylenu omezena teplotou vzduchu, kdy do 115 °C zachovává svou stabilitu, ale v rozmezí 115 – 125 °C už podléhá oxidační degradaci. Každý z typů Parylenů začíná oxidovat při rozdílné teplotě. Z těchto parametrů vychází dlouhodobá a krátkodobá provozní teplota. Dlouhodobá provozní teplota odpovídá teplotě, při které dojde k oxidaci za deset let. Krátkodobá provozní teplota odpovídá teplotě, při které dojde k oxidaci po jednom roce. Pokud Parylen dlouhodobě vystavíme vyšší teplotě a zoxiduje, pevnost v tahu klesne přibližně na polovinu, zkřehne, změní barvu a začne se rozkládat. Tato oxidační nestabilita se však dá snadno minimalizovat nebo eliminovat aplikací tenké vrstvy anorganického povlaku (oxid křemičitý, oxid hlinitý nebo nitrid křemíku).

Tab. 2 Termické vlastnosti Parylenu

Vlastnost	Parylen N	Parylen C	Parylen D	Parylen HT
Teplota tání [°C]	420	290	380	> 500
Dlouhodobá provozní teplota [°C]	60	80	100	350
Krátkodobá provozní teplota [°C]	80	100	120	450
Lineární koeficient roztažnosti, 25 °C [ppm]	69	35	38	36
Tepelná vodivost, 25°C [W/(m.K)]	0,126	0,084	-	0,096
Specifická tepelná kapacita, 20°C [J/g.K]	0,837	0,712	-	1,07

Tab. 3 Termické vlastnosti konkurenčních porovnávaných materiálů

Vlastnost	Akryláty	Epoxidy	Silikony	Uretany
Teplota tání [°C]	85 - 105	vytvrzení	vytvrzení	~ 170
Dlouhodobá provozní teplota [°C]	82	177	260	121
Krátkodobá provozní teplota [°C]	-	-	-	-
Lineární koeficient roztažnosti, 25 °C [ppm]	55 - 205	4,5 - 6,5	25 - 30	10 - 20
Tepelná vodivost, 25°C [W/(m.K)]	-	4,5	3,5 - 7,5	5
Specifická tepelná kapacita, 20°C [J/g.K]	1,04	1,05	1,46	1,76

Z hodnot v Tab. 2 a Tab. 3 vyplývá, že Parylen N, C a D nikterak nepřevyšuje svými hodnotami dlouhodobou provozní teplotu oproti ostatním ochranným filmům. Silikony dokonce snesou až 3x vyšší teplotu, než uvedené typy Parylenu. Pro vysoké provozní teploty byl vyvinut Parylen HT, který může být dlouhodobě vystaven teplotám o výši až 350 °C. Tato hodnota značně převyšuje i dlouhodobou provozní teplotu silikonů 260 °C. Všechny Paryleny mají vyšší hodnotu tání, nežli jiné ochranné filmy.

2.2 Elektrické vlastnosti

Ve většině aplikací Parylenu jsou elektrické vlastnosti klíčové. Dielektrická pevnost vyjadřuje odolnost ochranné vrstvy vůči elektrickému poli. V případě přiložených elektrod k izolantu se jedná o hodnotu napětí, při němž nastane průraz a izolant se tak stane vodivým. Měření dielektrické pevnosti je destruktivní proces. Objemový odpor vyjadřuje odpor materiálu umístěného mezi dvěma elektrodami, kde první elektroda je umístěna pod vzorkem a druhá leží na jeho povrchu. Naopak povrchový odpor je odpor materiálu, který se měří mezi dvěma elektrodami umístěnými na povrchu. Disipační faktor je ztrátový činitel vypovídající o nevratné změně energie na teplo. Dielektrická konstanta, dnes častěji nazývána permitivita, popisuje vztah mezi vektory elektrické indukce a elektrického pole v materiálu. Permitivitu lze dopočítat ze změřené kapacity při známé intenzitě elektrického pole a ploše elektrod, viz následující vzorec:

$$C = \frac{Q}{\varphi} = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot E \cdot S}{\varphi} \Rightarrow \varepsilon_r = \frac{C \cdot \varphi}{\varepsilon_0 \cdot E \cdot S}$$

kde C je kapacita [F],

Q je elektrický náboj [C],

φ je elektrický potenciál [V],

ϵ_0 je konstanta permitivity vakua [F/m],

ϵ_r je relativní permitivita,

E je intenzita elektrického pole [V/mm] a

S je plocha [m²].

Tab. 4 Elektrické vlastnosti Parylenů

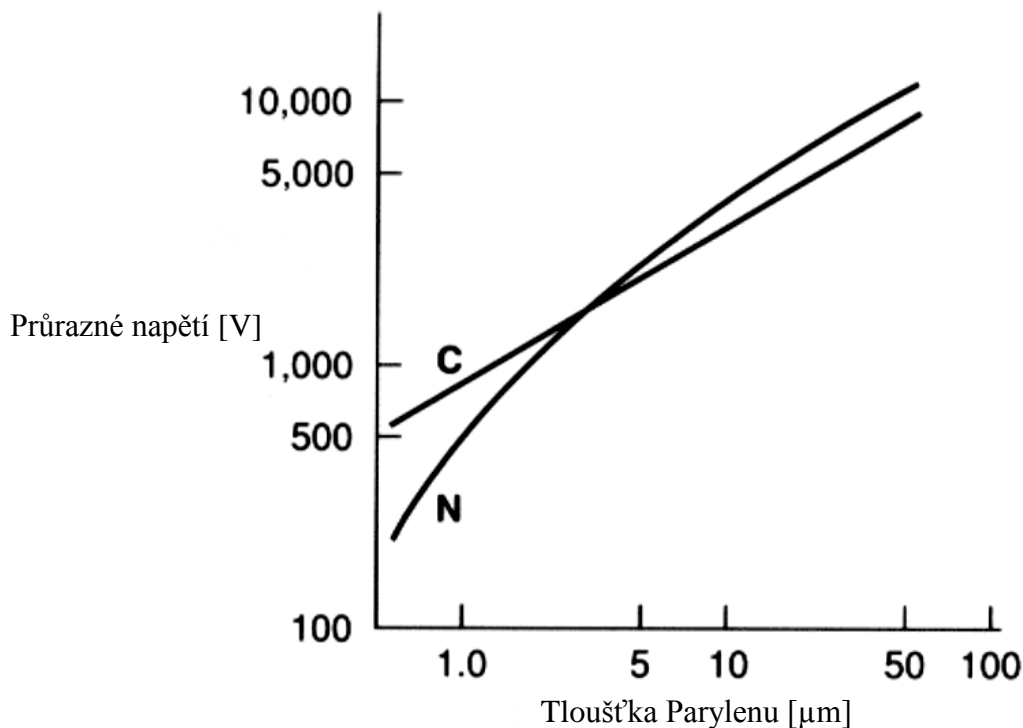
Vlastnosti	Parylen N	Parylen C	Parylen D	Parylen HT
Dielektrická pevnost dc [V/mm délky]	$2,76 \cdot 10^5$	$2,20 \cdot 10^5$	$2,17 \cdot 10^5$	$2,13 \cdot 10^5$
Objemový odpor [$\Omega \cdot \text{cm}$], 23 °C	$1,4 \cdot 10^{17}$	$8,8 \cdot 10^{13}$	$1,2 \cdot 10^{17}$	$2,0 \cdot 10^{17}$
Povrchový odpor [Ω]	$1 \cdot 10^{13}$	$1 \cdot 10^{14}$	$1 \cdot 10^{16}$	$5,0 \cdot 10^{15}$
Dielektrická konstanta				
60 Hz	2,65	3,15	2,84	2,21
1 kHz	2,65	3,1	2,82	2,2
1 MHz	2,65	2,95	2,8	2,17
Disipační faktor				
60 Hz	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$< 2 \cdot 10^{-4}$
1kHz	$2 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$
1MHz	$6 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$

Tab. 5 Elektrické vlastnosti porovnávaných materiálů

Vlastnosti	Akryláty	Epoxidy	Silikony	Uretany
Dielektrická pevnost dc [V/mm] délky	$8,66 \cdot 10^4$	$7,87 \cdot 10^4$	$1,38 \cdot 10^5$	$1,38 \cdot 10^5$
Objemový odpor [$\Omega \cdot \text{cm}$], 23 °C	$1,4 \cdot 10^{12} - 1 \cdot 10^{17}$	$1 \cdot 10^{15}$	$1,4 \cdot 10^{11} - 1 \cdot 10^{15}$	$1 \cdot 10^{15}$
Povrchový odpor [Ω]	$1 \cdot 10^{13}$	$1 \cdot 10^{13}$	$1 \cdot 10^{14}$	$1 \cdot 10^{14}$
Dielektrická konstanta				
60 Hz	3,5 - 5,0	2,7 - 3,1	5,3 - 7,8	-
1 kHz	3,5 - 4,5	2,6 - 2,7	5,4 - 7,6	-
1 MHz	3,3 - 4,0	2,6 - 2,7	4,2 - 5,2	2,7 - 3,2
Disipační faktor				
60 Hz	$2 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3} - 7 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$	0,04 - 0,06
1kHz	$2 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3} - 5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-2} - 6 \cdot 10^{-2}$	-
1MHz	$3 \cdot 10^{-2} - 5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2} - 7 \cdot 10^{-2}$	0,02 - 0,03

Z Tab. 4 a Tab. 5 lze vyčíst, že všechny čtyři uvedené druhy Parylenů mají 2x vyšší hodnotu dielektrické pevnosti, než akryláty, epoxidy, silikony i uretany. Nejvhodnější elektrické vlastnosti má pro aplikaci v elektronice Parylen C a HT. Využívanější je Parylen C zejména z důvodu vyšší ceny Parylenu HT. Typické pro Paryleny jsou také nižší hodnoty dielektrických konstant pro široký rozsah frekvencí oproti akrylátům nebo silikonům. Nejnižší dielektrickou konstantu, ztrátový činitel a dielektrickou pevnost, umožňující přenos signálu s minimálními ztrátami, má Parylen HT.

Vliv nanesené tloušťky ochranné vrstvy Parylenu N a C na průrazné napětí ve vzájemné interakci lze vidět na *Grafu 1*. Lze také vidět největší přednost Parylenů, kterou je vysoká hodnota průrazného napětí už po nánosu minimální tloušťky ochranné vrstvy. Do hodnoty čtyř mikrometrů se jako lepší jeví Parylen typu C, který při jednom mikrometru zamezí průrazu do hodnoty přibližně 900 V. Oproti němu Parylen typu N při stejné tloušťce vrstvy snese průrazné napětí o hodnotě přibližně 500 V. Od tloušťky čtyř mikrometrů vykazuje lepší parametry pro průrazné napětí Parylen N. Parylen vyniká i v jiných elektrických vlastnostech. Díky vysoké homogenitě nanesené vrstvy Parylenu dosahuje vysoké dielektrické pevnosti již při malých tloušťkách. Minimální propustností vlhkosti Parylen zamezuje vzniku dendrit, které mají tendenci vytvářet se mezi vodivými strukturami za přítomnosti vlhka a to zejména u stříbra.



Graf 1 Závislost průrazného napětí na tloušťce vrstvy Parylenu

2.3 Fyzikální a mechanické vlastnosti

V následujících tabulkách *Tab. 6* a *Tab. 7* jsou uvedeny fyzikální a mechanické vlastnosti ochranných vrstev. Další typickou vlastností Parylenů je vysoká molekulová hmotnost dosahující přibližně 500 g/mol. Tato vlastnost spolu s vysokou teplotou tání znemožňují zpracování technologickými procesy lisováním nebo vytlačováním. Zároveň se vyznačují nízkou rozpustností v organických nebo jiných rozpouštědlech. Vyloučena je tím i technologie lití.

Tab. 6 Mechanické vlastnosti Parylenů

Vlastnosti	Parylen N	Parylen C	Parylen D	Parylen HT
Youngův model pružnosti [Gpa]	2,413	2,758	2,62	2,551
Pevnost v tahu [Mpa]	48,2	68,9	75,8	51,7
Mez kluzu [Mpa]	42,1	55,2	62,1	34,4
Poměrné prodloužení [%]	> 250	> 200	> 200	> 200
Hustota [g.cm ⁻³]	1,2 - 1,12	1,289	1,418	1,32
Index lomu [n _D ²³]	1,661	1,639	1,669	1,559
Absorpce vody [% za 24 hod]	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,01
Tvrdost podle Rockwella	R85	R80	R80	R122
Koeficient tření statický	0,25	0,29	0,33	0,15
Koeficient tření dynamický	0,25	0,29	0,31	0,13

Tab. 7 Mechanické vlastnosti porovnávaných materiálů

Vlastnosti	Akryláty	Epoxidy	Silikony	Uretany
Youngův model pružnosti [Gpa]	0,7	2,413	6,205.10 ⁻³	0,689
Pevnost v tahu [Mpa]	68,9	85,6	5,5	35,1
Mez kluzu [Mpa]	-	-	-	-
Poměrné prodloužení [%]	2 - 5,5	3 - 6,0	100	100 - 1000
Hustota [g.cm ⁻³]	1,19	1,11 - 1,4	1,05 - 1,23	1,1 - 2,5
Index lomu [n _D ²³]	1,48	1,55 - 1,61	1,43	1,5 - 1,6
Absorpce vody [% za 24 hod]	0,3	0,08 - 0,15	0,12 (7 dní)	0,02 - 1,5
Tvrdost podle Rockwella	M68 - M105	M80 - M110	40 - 45 (Shore A)	10A - 25D (Shore)

Paryleny dosahují vyšší hodnoty v Youngovo modelu pružnosti, který definuje napětí v tahu a jím vyvolané deformace. Vyšší hodnotu mají materiály, které k dosažení stejné deformace potřebují dosáhnout vyšší hodnoty napětí v tahu. Paryleny také oproti srovnávaným materiálům vynikají svou nízkou hodnotou absorpce vody.

3 Technologie nanášení bariérových vrstev

Při výběru technologie nanášení bariérových vrstev je třeba dbát na požadovanou tloušťku materiálu, druh materiálu, požadované vlastnosti a v neposlední řadě na finanční možnosti spolu s dalšími aspekty. Technologie by se daly rozdělit do několika základních skupin – fyzikální, chemické, fyzikálně-chemické či mechanické.

3.1 Vodivostní a difúzní procesy

Jedná se o v současné době jen zřídka využívané technologie pouze pro specifické procesy. Podstatou metody je nanášení elektrochemicky vodivých materiálů na elektricky vodivé substráty, případně nanášení bariérových vrstev na substráty.

Elektrostatická depozice

Při tomto procesu je roztok nanášen v kapalné formě složené z rozpouštědla a nanášeného materiálu a následně vytvrzen. Princip spočívá ve vytvoření elektrostatického pole, kde elektricky nabitě částice jsou usazovány na elektrodách opačných polarit.

Anodizace

Proces určený pouze pro speciální kovy. Jedná se o reakci negativních iontů obsažených v elektrolytu s anodou. Ionty následně oxidují a vytváří tak na povrchu tenkou ochrannou vrstvu. Vytvářeny jsou převážně vrstvy kovů, nejčastěji hliníku. Uplatnění lze nalézt také v aplikaci jednovrstvých bariérových filmů nebo při aplikaci první anorganické vrstvy u vícevrstvých bariérových filmů. Při správné aplikaci jsou vrstvy pravidelné a na povrchu rovnoměrné.

Plazmová oxidace

Jedná se o elektrochemický proces tvořící oxidové povlaky na kovech. Proces je podobný anodizaci, rozdílný je však použitý potenciál, který je u plazmové oxidace vyšší. Výsledná plazma modifikuje na struktury vrstvy oxidu. Metoda je vhodná k vytváření silných vrstev v jednotkách desítek až stovek mikrometrů. Tyto krystalické vrstvy oxidu na kovech se vyznačují velkou tvrdostí a homogenní vrstvou. Nabízí tak kvalitní ochranu proti opotřebení, korozi, vysokým teplotám a jsou vhodnou elektrickou izolací. Typicky se tímto způsobem nanáší oxid křemičitý (SiO_2). Metoda je využívána i pro první vrstvu u vícevrstvých filmů kvůli dobré adhezi k potahovaným kovům.

3.2 Chemické procesy

Označovány zkratkou CVD (Chemical Vapor Deposition) jsou metody, které využívají chemické reakce plynů. Nanášený materiál se zahřeje na vysokou teplotu a je vystaven účinkům těkavých prekurzorů, které spolu s reakčními plyny tvoří heterogenní reakcí tenké vrstvy na povrchu substrátu. Nanesené vrstvy se vyskytují ve formách monokrystalických, polykrystalických, amorfních a epitaxních. Typické materiály pro CVD procesy jsou oxid křemičitý, germanium, karbid, nitrid, oxynitrid, uhlík, fluorované uhlovodíky, wolfram, nebo nitrid titanu. Eliminací potřeby rozpustit makromolekuly CVD umožňuje nános vrstvy nerozpuštěného polymeru, a tím zamezí negativním vlivům rozpouštědel. Tato metoda je schopna vytvářet velmi tenké vrstvy nanesených konformních povlaků.

3.2.1 Nejpoužívanější CVD

Iontové cementování

- Nízkotlaké chemické napařování
- Atmosférické chemické napařování
- Ultra vysoké vakuově chemické napařování
- Chemické napařování za pomoci žhavého vlákna
- Laserem indukované chemické napařování
- Depozice atomových vrstev

Pomocí chemické reakce plynů a elektrického výboje v plazmatu

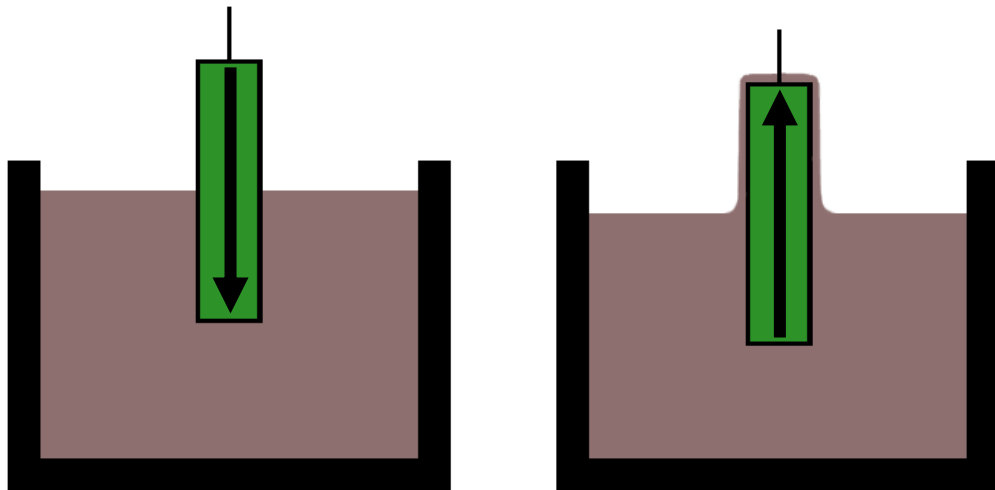
- Plasco-chemická depozice z plynné fáze
- Depozice z plynné fáze za pomoci plasmového výboje
- Plasco-chemická depozice z plynné fáze s využitím VF generátoru
- Plasco-chemická depozice z plynné fáze s využitím NG generátoru
- Plazmo-chemická depozice z plynné fáze s využitím mikrovlnného generátoru
- Plazmová polymerace

3.3 Procesy na bázi smáčení

Na potahovaný objekt je nanesen povlak materiálu v kapalně formě a následně převeden do pevného stavu pomocí odpaření rozpouštědla. Změna skupenství může být dosažena vytvrzením, vypálením nebo ochlazením.

Nanášení ponorem

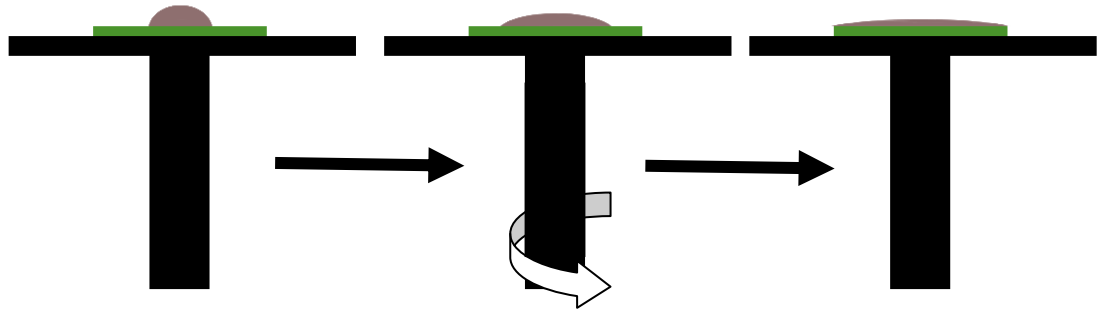
Deponovaná komponenta je ponořena přímo do kapaliny s rozpouštědlem a požadovaným ochranným materiálem. Tloušťka nanesené vrstvy je ovlivněna rychlostí vytahování a počtem ponorů. Princip je znázorněn na *Obr. 2* [34, 35]



Obr. 2 Depozice ponorem

Rotační nanášení

Rotační nanášení je jednou z nejpoužívanějších metod nanášení tenkých vrstev. Princip spočívá v nánosu většího množství roztoku polymeru na vhodné místo, přičemž substrát je umístěn na rotační podložce. Podložka se substrátem se roztočí a odstředivá síla působí na roztok polymeru. Roztok se tak rozprostře po celém povrchu substrátu. Tloušťka nanesené vrstvy je ovlivňována rychlostí otáček, množstvím roztoku polymeru a umístěním substrátu na rotační podložce. Problémem u této metody bývá rovnoměrnost nánosu a s tím související omezení použití rotačního nanášení pouze pro rovinné předměty. Metodu nelze aplikovat v případě, je-li ovrstvený předmět nerovný s obsahem vyvýšenin, štěrbin nebo otvorů. Metoda je znázorněna na *Obr. 3*. [34, 35]



Obr. 3 Spin coating

Metoda Langmuir-Blodgett

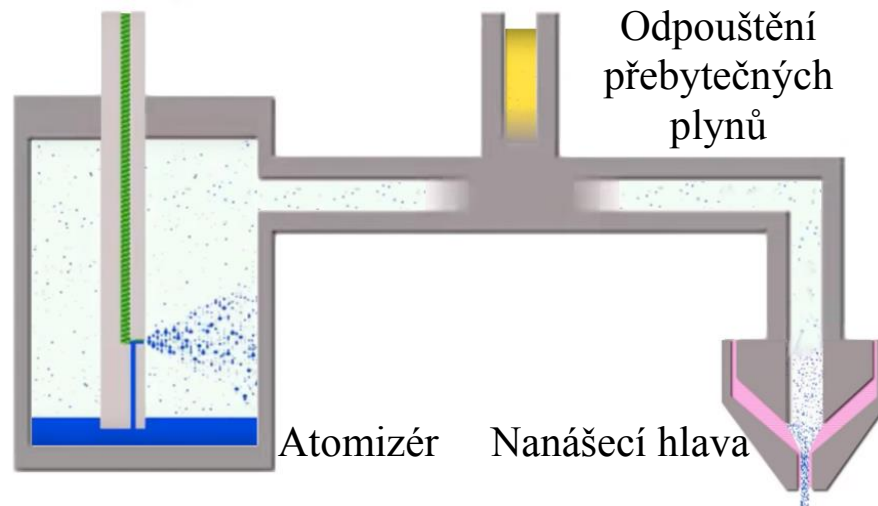
Tato metoda slouží k vytváření ultratenkých a vysoce uspořádaných organických vrstev. Princip spočívá v rozprostření mono-molekulové vrstvy na rozhraní vody a vzduchu. Substrát se pomalu vsouvá a vysouvá zpět do kapaliny a tím se vytváří jednotlivé vrstvy. Tloušťka nanesené vrstvy je tedy ovlivňována počtem ponorů. Stejná metoda je dnes například využívána i v lakýrnictví, patří však mezi nejdražší. [34, 35]

3.4 Nástřikové procesy

Princip spočívá ve fokusaci materiálu z kapalného skupenství a následném nánosu na substrát. Nevýhodou těchto procesů bývá špatná homogenita nanesených vrstev.

Aerosol Jet Printing (Aerosol inkoustový tisk)

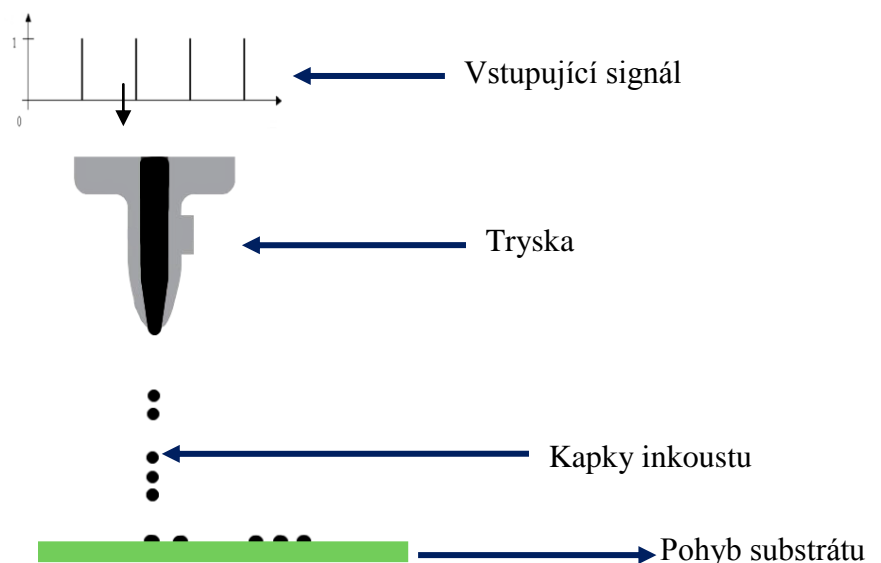
Aplikací této metody se zabývá výhradně firma OPTOMEK. Technologie AJP má široké uplatnění v celé škále elektrotechnických aplikací. AJP je bezkontaktní technologií, při které lze nanášet materiál i na zakřivené povrchy. Tištěné motivy mohou mít šířku již od 8 μm . Tenké vrstvy se dají nanášet dokonce již od 100 nm. Materiály pro tisk jsou vybírány s nízkou viskozitou mezi 1 – 2500 cP. Mezi tyto materiály patří nanočástice kovových suspenzí, polymery nebo lepidla. Nanášený materiál musí být kompatibilní se substrátem, aby byla zajištěna adheze. Naopak nevýhodou metody je obtížné pokrytí velkých ploch, neboť plochy se vyplňují postupným vykreslováním jednotlivých čar s mírným přesahem. Metoda je tak zdoluhavá a vrstva není zcela jednolitá. Zjednodušený princip je znázorněn na *Obr. 4*, kde v atomizéru vznikají nanočástice, které jsou následně nanášené nanášecí hlavou. Mezi atomizérem a nanášecí hlavou je ventil pro odpouštění přebytečných plynů. [34, 35]



Obr. 4 Princip metody AJP

Inkoustový tisk

Princip inkoustového tisku (Obr. 5) spočívá v nánosu malých kapek funkčního inkoustu na připravený očištěný povrch. Kapky o průměru 15 – 200 μm jsou deponovány na povrch s frekvencí v rozmezí jednotek Hz až do 1 MHz. Inkoustový tisk má dvě základní metody – Continuous inkjet a Drop on demand. Opět zde nastávají potíže pro pokrývání velkých ploch. Nános má podobu jednotlivých kapek nanesených vedle sebe s mírným přesahem. S jednolitou vrstvou pro velké plochy zde nelze počítat. Na Obr. 5 je zobrazena metoda inkoustového tisku, kde do trysky vstupuje signál řídicí frekvenci dávkování inkoustu na pohybující se substrát o dané rychlosti. Metod inkoustových tisků je samozřejmě více, zde se jedná konkrétně o Continuous Inkjet. [34, 35]



Obr. 5 Inkoustový tisk

Další využívané nástřikové metody

- Makroskopická rozprašovací technologie
- Mikroskopická rozprašovací technologie
- Vysokotlaké bezvzduché rozprašování
- Detonační nanášení
- Plasmový obloukový nástřik
- Elektrický obloukový nástřik
- Vakuová polymerní depozice

3.5 Fyzikální depozice

PVD (Physical Vapor Deposition) je metoda, kde je nanášen materiál z pevného či kapalného stavu, následně odpařen a tím převeden do plynného skupenství. Následně je plyn deponován ve formě atomů a molekul na substrát. Metody vyžadují extrémní vakuum (v hodnotách od 100 Pa do 10⁻⁸ Pa), nebo provést depozici pomocí plazmy. Oproti CVD zde není potřeba extrémně vysokých teplot. Postačí zde teploty v rozmezí od 150 °C do 500 °C. Šířky nanesených filmů dosahují hodnot od desítek nanometrů až po jednotky mikrometrů. Využívá se přístupů napařování, napařování, obloukové nanášení a iontové plátování. [34, 35]

Vakuové napařování

Metoda spočívá v odpaření nanášeného materiálu nejčastěji pomocí tepelného zdroje a v jeho následné kondenzaci na substrátu. Proces probíhá ve vakuu, čímž je sníženo riziko znečištění substrátu nebo ochranné vrstvy na minimum. Tlak je volen dle požadavku na již zmíněnou čistotu vrstvy. Jako nejčastější tepelné zdroje se volí například wolframová, molybdenová, tantalová nebo uhlíková vlákna či napařovací lodičky. Metoda využívající tepelného zdroje se nazývá Thermal evaporation. Přesnější metodou je Electron beam physical vapor deposition (fyzické napařování pomocí elektronového paprsku), kdy je zdrojem odpařování elektronový paprsek. Jako další zdroje tepelné energie pro odpaření materiálu mohou působit například radiofrekvenční vlny. Obecně pro tyto metody platí, že substrát se umísťuje do dostatečné vzdálenosti, aby teplota od zdroje nepoškodila komponenty umístěné na substrátu, nebo dokonce substrát samotný. [34, 35]

Naprašování

Výhodou metody naprašování je, že deponovaný materiál není tepelně zahříván. Značně se tím zkracuje vzdálenost mezi deponovaným materiálem a substrátem. Princip spočívá v “bombardování“ materiálu urychlenými energetickými iontovými částicemi pomocí plazmy nebo iontového děla. Dopad iontu způsobuje rozprášení materiálu na substrát. [34, 35]

Typy rozprašování

- Reaktivní rozprašování
- Vysoce výkonné pulzní magnetronové naprašování
- Duálně magnetované
- Katodové naprašování pomocí stejnosměrného proudu
- Radiofrekvenční naprašování
- Naprašování pomocí střídavého proudu
- Iontové a plazmové paprskové naprašování

4 Historie Parylenu

Dnes jsou odborné znalosti o Parylenu v mnoha ohledech tak dokonalé, jako technologie sama. Objevitelem Parylenu byl Michael Mojzesz Szwarc koncem čtyřicátých let. Szwarc byl polským chemikem, který zahájil akademickou kariéru na fyzikálně-chemické univerzitě v Manchesteru. Postupem času získal dva tituly Ph.D. a ocenění za vědecké práce. V roce 1952 se Szwarc přestěhoval do Spojených států, kde působil jako profesor fyzikální chemie. Zde vytvořil svůj výzkumný tým s názvem SUNY, kde se zabýval rozvojem polymerace. V letech 1956 poprvé použil termín živé polymerace v časopisu Nature. Oceňován byl nejen pro své objevy Parylenu, který je předmětem této práce, ale i zkoumáním jiných polymerů, kde dokázal zlepšit jejich vlastnosti nebo nalézt nové formy. Během svého života napsal také několik knih zabývajících se právě zmíněnou polymerací. Bez jeho objevu bychom nebyli schopni dosáhnout současných aplikačních řešení vrstev Parylenu. [5, 6]

Parylen byl označen jako komerčně dostupný až roku 1965, kdy nastal obrat v oznámení o dostupnosti nového polymerního nátěrového systému. “Parylen” byl novým názvem rodiny polymerů a s ním související nové vakuové metody pro jejich uplatňování. Union Carbide vyvinula více než 20 druhů Parylenů. Z mnoha důvodů však byly za komerčně životaschopné považovány jen druhy čtyři, případně doplněné o aditiva přinášející požadované vlastnosti a o adheziva, která zvyšují přilnavost Parylenu k potahovaným materiálům. Dodnes vznikají nové, pro dané použití vhodnější, druhy Parylenu a s tím související širší možnosti aplikací pro různá průmyslová odvětví. [5, 6]

S cílem dosáhnout lepších vlastností Parylenů vznikaly nové formy dimerů Parylenu a měnili se vlastnosti nanášení, zejména teplota a tlak. Objevem nových dimerů Parylen dnes zaujímá přední pozice z hlediska kvality vrstvy, kdy již při tenkých vrstvách, které jsou díky nanášení z plynné fáze homogenní, lze dosáhnout výborných vlastností a konkurovat může pouze malé množství materiálů.

5 Evoluce Parylenu

Pro své vlastnosti se o Parylen s postupem času zajímalo velké množství průmyslových odvětví, kde nacházel využití. Níže jsou uvedena odvětví, kde Parylen postupně nacházel využití.

5.1 Pokrok s elektronikou

Poté, co byl Parylen komerčně odhalen, začal být využíván jako konformní povlak malých feritových kroužků v pamětech. Technologie postupovala a Parylen se stal chránícím prvkem desek plošných spojů v elektronickém průmyslu. S novými inovacemi nacházel Parylen stále větší uplatnění. Využíván je například v aplikacích LED diod, kde odolává teplu i nepříznivým účinkům vystaveného prostředí. [4, 2, 5, 6, 14, 31]

5.2 Pokrok v aplikacích pro letecký průmysl a kosmonautiku

Kolem let 1970 projevil o Parylen zájem letecký průmysl hlavně díky jeho vlastnostem ve vysoké nadmořské výšce. Více než jeho bariérové vlastnosti, byla pro vzdušný prostor cennější technologie, jakou se tato skupina polymerů nanáší. Parylen je nanášen ve vakuu technologií VDP (vacuum deposition proces). Technologie VDP zajistí nulový průnik vzduchu do bariérové vrstvy, což hraje velice důležitou roli v nadmořské výšce při nízkém tlaku. Zde je vzduch potenciální hrozbou pro bariérovou vrstvu, kde při nízkém tlaku expanduje a způsobí popraskání povlaku. Parylen má také vyšší teplotní odolnost v nepřítomnosti kyslíku – vakuu kosmického prostoru. V neposlední řadě je výhodou nízká hmotnost těchto velmi tenkých povlaků. [5, 27]

5.3 Pokrok v automobilovém průmyslu

Automobilový průmysl a armáda poptávaly nové vlastnosti, které by přidaly na spolehlivosti povlékaným subjektům. Kladly se nároky na teplotní stabilitu a na odolnost v UV prostředí. Výsledkem jsou nové druhy Parylenu, například Parylen HT® od firmy SCS Coatings. Během posledních deseti let se tato nová generace Parylenu rozšířila pro aplikace v automobilovém průmyslu a pro armádní účely. [5, 30]

5.4 Lékařský průmysl

Firma SCS kombinuje vlastnosti Parylenu se svými dlouholetými zkušenostmi a nejnovějšími technologiemi k pokrývání zdravotnických nástrojů po celém světě. Pro lékařský průmysl nabízí mimo vlastností jako jsou tenkost a homogenita vrstvy i vhodné vlastnosti pro lékařský průmysl, kterými jsou: Biostabilita a biokompatibilita, chemickou i elektrickou odolnost, mazivost zajišťující potřebnou kluzkost a další.

5.5 Využití v MEMS

Jedna z nejnovějších aplikací, kde je využíván Parylen, jsou mikro-elektro-mechanické systémy (MEMS). Mikro a nano rozměry vyžadují nanosení velice tenké vrstvy s dobrými vlastnostmi a jednotným pokrytím. Pro tyto technologie se nehodí povlaky ponorem, sprejem ani jiné. Napařování Parylenu se pro technologii MEMS ukázalo jako perfektní. [2, 5, 29, 32]

5.6 Další možnosti využití Parylenu

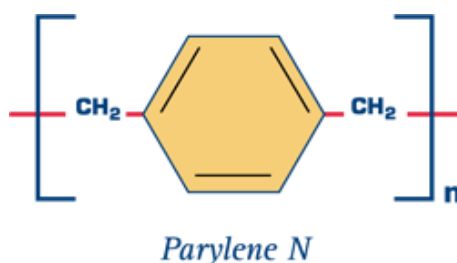
Zatímco konformní povlaky Parylenu pokračují v expanzi do mnoha průmyslových odvětví, vývoj pokračuje dál. Mnozí výzkumníci nyní pracují na užití Parylenu jako 3D struktury. Slibují novou vlnu komercializace Parylenu. Díky své transparentnosti se začíná uplatňovat i při archivaci vzácných děl v muzeích. Novinkou jsou také Paryleny obohaceny o fluoreskující látky, které umožňují snazší vizuální kontrolu vrstvy. V jiných případech je Parylen vrstvou transparentní. [5, 32]

6 Druhy Parylenu

Za historii Parylenů bylo objeveno více než dvacet druhů. Komerčně se pro své vlastnosti ujaly pouze některé z nich. Mezi čtyři hlavní představitele patří Parylen N, Parylen C, Parylen D a Parylen HT. [5, 33]

6.1 Parylen N

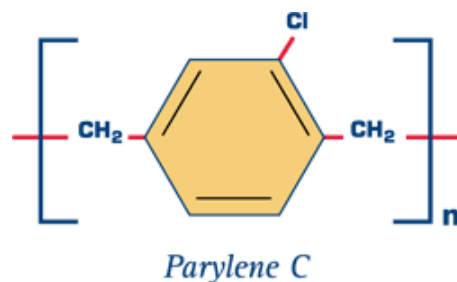
Základní člen řady, Parylen N (poly-para-xylylen) je zcela lineární, vysoce krystalický materiál. Primárně slouží jako dielektrikum, vykazuje velmi nízký ztrátový činitel, vysokou elektrickou pevnost a nízkou dielektrickou konstantu neměnnou s frekvencí. Parylen N je významný tím, že byl objeven a aplikován jako první. [5]



Obr. 6 Parylen N [5]

6.2 Parylen C

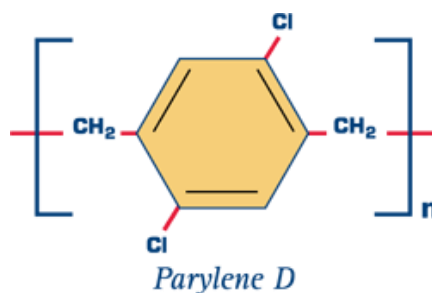
Parylen C je druhým komerčně dostupným členem řady Parylen. Vyrábí se ze stejného dimeru jako Parylen N, modifikovaný pouze o substituci atomu chloru pro jeden z aromatických prvků vodíku. Parylen C má užitečnou kombinaci elektrických a fyzikálních vlastností a navíc má velmi nízkou propustnost vlhkosti a korozivních plynů. Volbou pro zákazníky je také díky své dostupné ceně. [5]



Obr. 7 Parylen C [5]

6.3 Parylen D

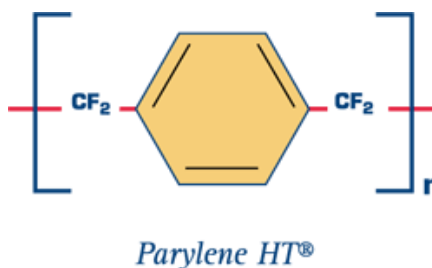
Třetím členem série je Parylen D, který je taktéž vyroben ze stejného dimeru, jako Parylen N i C. Modifikovaný je pouze o substituci atomu chloru pro dva aromatické prvky vodíku. Svými vlastnostmi se podobá Parylenu C s tím rozdílem, že odolává mírně vyšším teplotám. [5]



Obr. 8 Parylen D [5]

6.4 Parylen HT®

Nejnovější komerčně dostupná varianta Parylenu, která nahrazuje atom vodíku N dimeru za fluor. Tato varianta je užitečná v aplikacích s vysokými teplotami (krátkodobě až 450 °C) a tam, kde se vyžaduje dlouhodobá UV stabilita. Parylen HT® má také nejnižší koeficient tření a dielektrickou konstantu. [5]



Obr. 9 Parylen HT [5]

6.5 Parylen C-UVF®

Vzhledem k tomu, že povlaky Parylenu jsou transparentní, je obtížné určit, zda byla komponenta potažena bariérovou vrstvou. V lékařském, vojenském ani leteckém průmyslu, kde není selhání přípustné, je nutné zaručit, že je povlak Parylenu skutečně nanesen. Parylen C-UVF je zvláštní sloučenina obsahující Parylen C a fluoreskující látku. Výsledkem je povlak, který fluoreskuje pod černým světlem. Černé světlo je měkké záření v rozmezí vlnových délek 300 – 400 nm. Toto záření poskytuje například vysokotlaká rtuťová výbojka

se speciální buňkou z uviolové skloviny. Sklovina filtruje UV záření a propouští jen vlnové délky v uvedeném intervalu. Tím lze ověřit, zdali je komponenta kompletně potažena a připravena k použití. Povlak si zachovává stejné elektrické, mechanické a fyzikální vlastnosti jako Parylen C. [5]

6.6 microRESIST® Antimikrobiální Technologie Parylenu

microRESIST® technologie je výrazným průlomem v lékařském odvětví, kde Parylen kombinuje výhody biokompatibility s antimikrobiálními vlastnostmi. Patogeny, které způsobují infekce, představují trvalý a rostoucí problém pro nemocnice a mají za následek vysoké číslo úmrtnosti. Parylen microRESIST® dokáže eliminovat tyto škodlivé mikroorganismy a tak se dokonale hodí k pokrytí zdravotnických prostředků. [5]

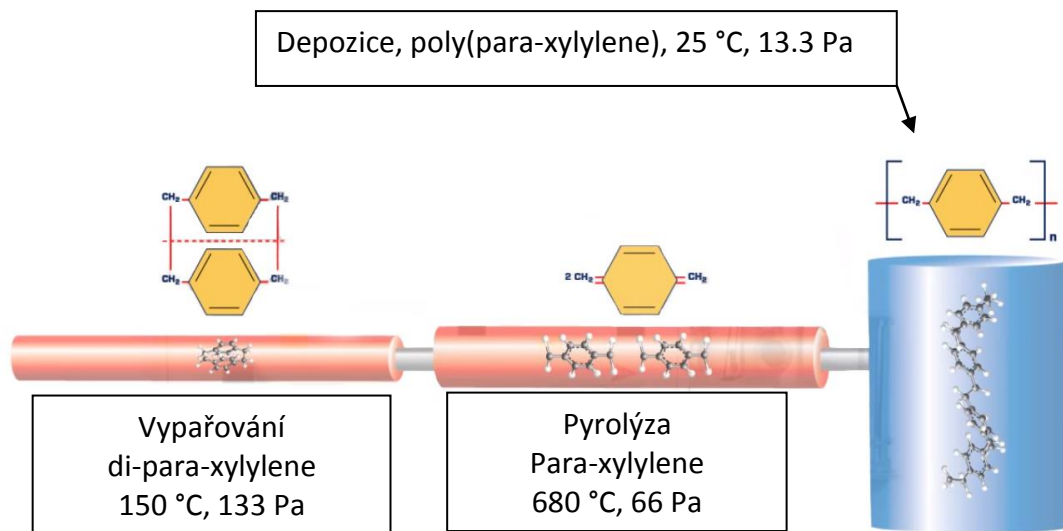
7 Vlastnosti a depozice Parylenu

Jak vyplývá z předchozí kapitoly, Parylen nenachází uplatnění pouze ve světě elektroniky, ale i v mnoha dalších oborech. Směrodatné pro tento polymer proto nejsou jen elektrické vlastnosti, ale i chemické, fyzikální, termální, optické, mechanické a další. Vlastnosti Parylenů jsou ovlivněny jeho depozicí, kde je nutné vhodně určit teploty a tlak v jednotlivých krocích a určit délku deponování konformního povlaku. Vliv nejen na mechanické vlastnosti má čistota pokrývaného objektu a vybrané adhezivum. [1, 18]

7.1 Depozice Parylenu

Povlaky Parylenu se aplikují při pokojové teplotě pomocí speciálního zařízení pro vakuovou depozici. Depozice Parylenu probíhá na molekulární úrovni.

Proces nanášení Parylenu se podobá principu pokovování ve vakuu. Rozdílný je tlak, při kterém je Parylen aplikován. Zatímco pro vakuové pokovování má tlak hodnoty 6,65-13,33 mbar nebo méně, Parylen vyžaduje nízký tlak, řádově kolem 0,133 mbar. [5, 26]



Obr. 10 Depozice Parylenu [26]

Depozice Parylenu obsahuje tři různé kroky, které jsou znázorněny na Obr. 10. Prvním krokem je odpařování pevného dimeru (pevný, práškový, zrnitý materiál) ve vakuu při teplotě

přibližně 150 °C. Stává se tak dimerním plynem. Druhým krokem je kvantitativní štěpení (taktéž nazýváno jako pyrolýza) dimeru plynu na dvě methylen-methylenové vazby při teplotě 680 °C ve vakuu. Pyrolýzou je získán stabilní monomerní diradikál para-xylylen. Ve třetím a zároveň posledním kroku monomerní páry vstupují do depoziční jednotky, kde spontánně polymerují na objekt při pokojové teplotě. Teplota objektu se zvyšuje zpravidla jen o několik jednotek stupňů Celsia oproti teplotě okolí. [26]

Vzhledem k tomu, že se Parylen aplikuje jako plyn a nikdy nedosahuje kapalného skupenství, povlak snadno proniká do štěrbin, malých otvorů, záhybů a jiných těsných oblastí. Při kapalném skupenství nám vstupuje do depozice mnoho problémů, jako je přemostění, meniskus nebo stranový efekt, kdy je bariérová vrstva nerovnoměrně a nekvalitně nanášena. Tyto rozdíly mezi pokrýváním z kapalného stavu a ze stavu plynného lze vidět na *Obr. 11*. Další výhodou je absence rozpouštědel, katalyzátorů nebo plastifikátorů, které mají nepříznivý vliv na nanášené povlaky. Parylen tak poskytuje úplné a jednotné zapouzdření. Optimální tloušťka polymerního povlaku je stanovena na základě použití a požadovaných vlastností. Tloušťka povlaků se může pohybovat v rozsahu stovek nanometrů až do několika desetin milimetrů. Typická tloušťka je v rozsahu mikrometrů. [6, 26]



Obr. 11 Rozdíl mezi nanášením z kapalně a plynné fáze [6]

7.2 Vlastnosti Parylenu

Odstavce níže jsou věnovány elektrickým, bariérovým, mechanickým, tepelným, optickým, biokompatibilním a dalším vlastnostem Parylenu N, C, D a Parylenu HT. Jednotlivé vlastnosti budou porovnány jinými používanými konformními nátěrovými materiály, jako jsou akryláty, epoxidové pryskyřice, polyurethany a silikony. [7, 8, 23]

7.2.1 Elektrické vlastnosti

Dielektrické vlastnosti

Jednou z předních výhod Parylenu je, že může být nanesen ve velmi tenkých vrstvách. Paryleny, a to i ve velmi tenké vrstvě, mají nízkou dielektrickou konstantu. Bylo také prokázáno, že průrazné napětí na jednotku tloušťky se zvyšuje s klesající tloušťkou filmu. Vysoké hodnoty průrazného napětí dosahuje již při tenké vrstvě v řádu deseti mikrometrů. [5, 7, 8, 23]

Izolační odpor

Test Parylenové ochrany je prováděn dle standardu MIL-I-46058C, kde je daná kombinace struktury podrobena měření izolačního odporu během změn teplot a vlhkosti (dle standardů MIL-STD-202, metody 106 a 302). Stručně řečeno se tento test skládá z deseti cyklů. Každý cyklus trvá jeden den a skládá se ze sedmi kroků. Kroky jsou v rozmezí od nízké teploty a nízké vlhkosti vzduchu (25 °C, 50 % RH) po vysoké teploty s vysokou vlhkostí na obtížnější podmínky (65 °C, 90 % RH), které namáhají Parylen více. Hodnoty jsou odečítány pro každý ze sedmi kroků z každého z deseti dnů. [5, 7, 8, 23]

7.2.2 Bariérové vlastnosti a chemická odolnost

Bariérové vlastnosti

Rychlost přenosu vodní páry (WVTR) pro Parylen je porovnána s WVTR pro jiné ochranné materiály. Parylen C je kvalitnější, než nejběžnější polymerní materiály. Paryleny HT i C vykazovaly podobné výsledky při testování v laboratořích, kde byly vystaveny solné mlze. Potažené desky nevykazovaly korozi ani obsah soli po sto čtyřiceti čtyřech hodinách expozice v souladu se standardem ASTM B117-(03). [5, 8, 23]

Chemická odolnost

Parylen úspěšně odolává chemickým látkám při pokojové teplotě a je nerozpustný ve všech organických rozpouštědlech až do 150 °C. Parylen C může být rozpuštěn v chlor-naftalenu při 175 °C a Parylen N měkne v rozpouštědlech (toulen, xylen, etylalkohol, aceton, terpentýn) při bodu varu 265 °C. Oba polymery jsou odolné proti permeaci (propustnost) ve většině rozpouštědel. Parylen HT je pro svou chemickou odolnost často využíván v automobilovém průmyslu, kde nemění mechanické vlastnosti pokrytého materiálu a zároveň chrání proti chemikáliím a jiným tekutinám. [5, 7, 8, 23]

7.2.3 Termální, kryogenní, vakuové a sterilizační vlastnosti

Termální

Od Parylenu C se očekává, že odolá vystavení teplotě vzduchu 80 °C po dobu deseti let (100 000 h). V atmosféře s kyslíkem nebo ve vakuu se od Parylenu očekávají neměnné vlastnosti i při 220 °C. Teplotně odolnější Parylen HT může být dlouhodobě vystaven teplotě až 350 °C. Ve všech případech vyšší teplota zkracuje životnost Parylenu. [5, 7, 15]

Kryogenní

Vrstva filmu Parylenu C o tloušťce 50,8 um může být ohýbána o 180° kolem dvoumilimetrové osy až šestkrát při teplotě -200 °C, aniž by došlo k jejímu poškození. Srovnatelné filmy polyetyleny, polyethylentereftalátu a polytetrafluorethylenu se poškozují nejpozději po třech ohnutích o 180°. Parylen N zachovává svou strukturu a elektrické vlastnosti od pokojové teploty do -269 °C. [5, 7, 15]

Vakuová stabilita

Testy z Jet Propulsion Laboratory (laboratoř zabývající se vývojem pohonných jednotek pro sondy a letouny Národního úřadu pro letectví a vesmír) ukazují, že Parylen ztrácí hmotnost ve vakuu změnou tlaku a teploty. Například při teplotě 49,4 °C a tlaku 8-13,33 mbar byl pokles hmotnosti pro Parylen C maximálně o 0,12 % a pro Parylen N maximálně o 0,30 %. Ostatní vlastnosti jsou zachovány. [5, 7, 16]

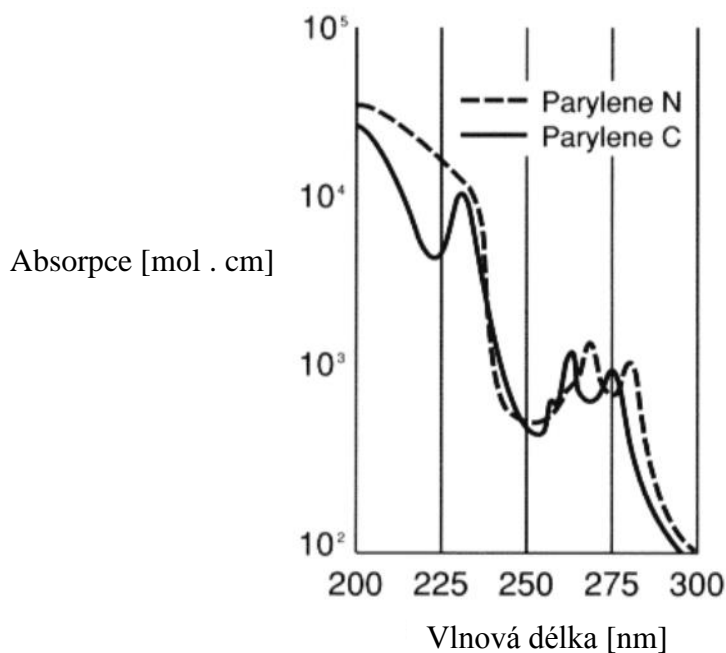
Fyzikální a chemické vlastnosti

Z důvodu vysoké relativní molekulové hmotnosti (~500 000) (poměr klidové hmotnosti molekuly a atomové hmotnostní konstanty), vysoké teploty tání a krystalizace nemůže být Parylen tvarován pomocí konvenčních metod (lisování, tvarování formami). Jeho rozpustnost v organických nebo jiných médiích (do teploty 175 °C) je nízká k tomu, aby mohl být Parylen tvarován litím. Odolnost proti nárazu je dle testu Garnerovy padající koule hodnocena jako vysoká. [5, 7, 17]

7.2.4 Optické vlastnosti a odolnost proti radiaci

Optické vlastnosti

Pro viditelnou oblast záření vykazuje Parylen velmi malou absorpci. Proto je transparentní a bezbarvý. Pokud vlnová délka záření klesne pod 280 nm, absorpce se silně zvyšuje. Graf absorpce znázorňuje *Graf 2*. [5, 7, 24]



Graf 2 Závislost absorpce na vlnové délce

Parylenu N, C, D a HT vykazují vysoký stupeň odolnosti vůči degradaci v prostředí gama záření ve vakuu. Pevnost a elektrické vlastnosti zůstaly nezměněny po hodnotách 1000 kGy (při dávkování 16 kGy/h). Křehkost Parylenu však značně roste při stejných podmínkách s přítomností kyslíku. Ačkoli Parylen vykazuje stabilní vlastnosti, není vhodný pro dlouhodobé vystavení slunci s UV zářením. Pro své vlastnosti a cenu se zde uplatňují jiné ochranné vrstvy, zejména vícevrstvé filmy. [5, 7]

7.2.5 Biokontabilita a biostabilita

SCS Parylenu byly testovány pro biologické požadavky dle normy ISO 10993. Využití Parylenu lze dnes vidět v celé řadě medicínských nástrojů, kam Parylen expandoval ve vysoké míře za poslední desetiletí. Tento tenký, průhledný film, odolávající působení vlhkosti, organických i anorganických chemických látek, organických rozpouštědel, kyselin, činidel, biologických kapalin a olejů je ceněn v medicíně právě pro tyto vlastnosti. Povlaky

využívané v medicíně musí splňovat nejvyšší nároky na stabilitu za přítomnosti tělních tekutin. Dle konkrétní aplikace v medicíně (svalové tkáně, cévy, kosti, kůže) jsou kladeny nároky zejména na systémovou toxicitu, cytotoxicitu, hemokompatibilitu, senzibilizaci a mnoho dalších. V neposlední řadě je výhodou Parylenu nízký koeficient tření, který poskytuje užitečnou kluzkost v aplikacích pro potahování lékařského zařízení. Tenkost vrstvy zajišťuje nízkou hmotnost naneseného konformního povlaku. [4, 5, 28]

Sterilita je nezbytnou součástí lékařských nástrojů. Ochranné povlaky musí být schopné snášet podmínky sterilizace. Vlivy sterilizace se proto testují a zahrnují sterilizaci v parním autoklávu, záření elektronovým svazkem, gama záření, sterilizace v plazmatu s přítomností peroxidu vodíku a sterilizace etylenoxidem. Změny vlastností Parylenu N a C byly sledovány a porovnány se vzorky, které sterilizací neprošly. Sterilizační proces neměl měřitelný dopad na pevnost v tahu, určitý dopad však měl například na frikční koeficient. Výpis negativního ovlivňování vlastností při sterilizačních procesech na uvedených dvou typech Parylenů je znázorněn v *Tab. 8*. [4, 28]

Tab. 8 Sterilizační metody a jejich dopad na Parylen N a C

Sterilizační metoda	Parylen N	Parylen C
Elektronový svazek	Bez defektu	Bez defektu
Gama záření	Bez defektu	Bez defektu
Parní autokláv	Působí negativně na modul pružnosti v tahu, koeficient tření a bariérové vlastnosti vůči vodě	Působí negativně na modul pružnosti v tahu, mez pevnosti v tahu a bariérové vlastnosti vůči vodě
EtO sterilizace	Působí negativně na koeficient tření a bariérové vlastnosti vůči vodě	Působí negativně na bariérové vlastnosti vůči vodě
H2O2 plasma	Působí negativně na koeficient tření	Působí negativně na dielektrickou pevnost a koeficient tření

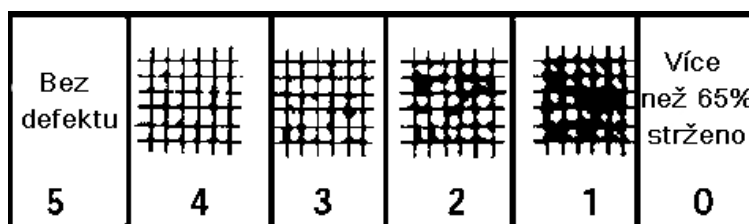
7.3 Problematika Parylenů

V posledních dílech časopisu Global Covarage se začala firma SCS zabývat dvěma největšími diskutovanými nedostatky Parylenů. První problematikou, o které se ve spojitosti s Parylenem mluví je adheze, která pro samotný Parylen nedosahuje optimálních hodnot a zákazníci od volby tohoto polymeru s obavou ustupují. Druhou problematikou je vysoká cena, která doprovází proces nanášení a samotnou výrobu dimeru Parylenu. [19, 22, 29]

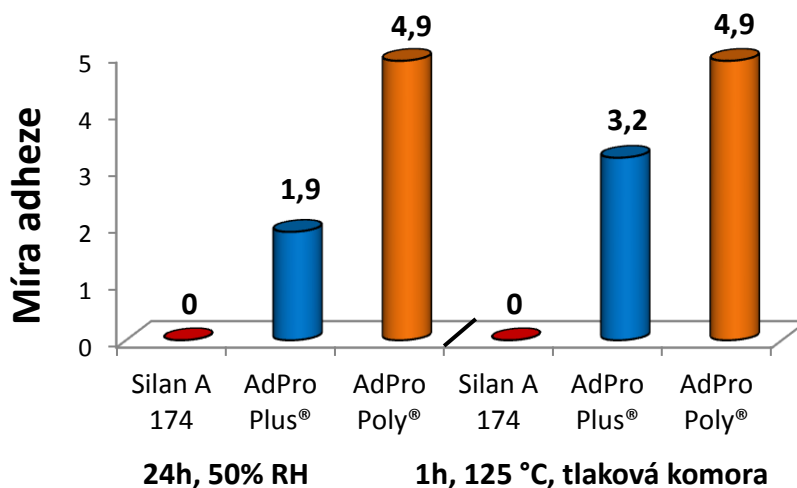
7.3.1 Adheze

Jedním ze základních kvalitativních faktorů konformních povlaků je přilnavost k pokrývaným komponentům, nazývána též adheze. Problematická je zejména přilnavost povlaků na různé kovové a polymerní substráty. Dobrá adheze zvyšuje účinnost povlaků a přispívá k celkové spolehlivosti. [15, 19, 22, 29]

Při aplikaci Parylenu se pro lepší adhezi začaly testovat příměsi zvyšující přilnavost. K podpoře přilnavosti byl jako jediný po dlouhou dobu využíván pouze Methacryloxypropyl trimethoxysilane označovaný jako Silan A 174. Silan A 174 je u Parylenů široce využíván a poskytuje přijatelnou úroveň adheze na mnoha substrátech, nikoli však na obtížných kovových a polymerních substrátech, jako je například nerezová ocel nebo titan. Průlom přišel se představením AdPro Plus®, který zvyšuje přilnavost oproti Silanu A147. AdPro Plus poskytuje vynikající adhezi Parylenu na leštěné nerezové oceli a na dalších kovových podkladech. Nicméně přilnavost k materiálům s nízkou povrchovou energií, jako je polyamid, zůstávala nadále problematická. Firma SCS v roce 2011 představila AdPro Poly, který zvyšuje přilnavost Parylenu k polyamidu a k jiným polymerním substrátům na vyšší úroveň. Zároveň také prokazuje lepší stabilitu při zvýšených teplotách a je biokompatibilní. Využití je proto vhodné i pro aplikace na lékařské zařízení. Na *Graf 3* je zobrazena rozdílná adheze pro A 174 Silan, AdPro Plus® a AdPro Poly® při nánosu Parylenu na Kapton®. Míra adheze se udává normou ASTM D3359/2. Norma spočívá ve vytvoření mřížky skládající se z 11ti horizontálních a 11ti vertikálních řezů vzájemně se překrývajících a dlouhých 20 mm. Řez musí být proveden po celé šířce testovaného povlaku. Na vytvořenou mřížku je následně nalepena páska s normovanou přilnavostí. Po 30ti vteřinách je páska sundána. Vizuální metodou pomocí mikroskopu a osvětlení je vyhodnocena míra adheze dle *Obr. 12*. První tři sloupce znázorňují adhezi po jednodenním umístění vzorků ve vlhkostní komoře při 50 % RH. Druhá trojice sloupců znázorňuje adhezi po jedné hodině v tlakové komoře při 125 °C. [19, 22, 29]



Obr. 12 Test adheze



Graf 3 Míra adheze pro tři druhy adheziv

7.3.2 Cena

Ve všech odvětvích, kde se Parylen využívá, je považován za drahý. Jiné typy konformních povlaků jsou méně nákladné a prvotní investice jsou nižší. Z dlouhodobého hlediska však může být efektivnější využití Parylenu. Cestou ke snížení ceny nanášení Parylenu může být například změna návrhu pokrývaného produktu. Neexistuje žádný ceník, kde by byly vyčísleny ceny pro konkrétní pokrytí produktů. Produkty každého zákazníka vyžadují různé druhy zpracování a pokovení, tudíž i individuální ceny. Nevýhodou tedy může být počáteční nevědomost konečné ceny pokrytí. Cena pokrytí se odvíjí dle čtyř hlavních parametrů: [19, 22, 29]

Typ Parylenu

Každá varianta surového materiálu, nazývaného dimer, má svůj vlastní výrobní proces a každý výrobní proces je jinak nákladný. Neplatí však, že nejdražší dimer je roven nejlepšímu. Pro každou aplikaci může být optimální nebo dostačující jiný typ Parylenu. [29]

Tloušťka Parylenu

Zde se cena odvíjí od potřebného množství dimeru k vytvoření požadované tloušťky vrstvy, která bude splňovat potřebné parametry. Ve firmě SCS se tomuto odvětví věnují odborníci snažící se dosáhnout požadovaných výsledků s tenčí vrstvou. Zároveň vyšší tloušťka Parylenu zahrnuje delší proces pokrývání, který se také promítne do výsledné ceny. [29]

Pokryvání komponent

Různé komponenty na substrátu, nejčastěji konektory, musí zůstat bez povlaku. Před nanesením vrstvy je tedy potřeba komponenty pokrýt a tím je odizolovat od nánosu vrstvy Parylenu. Často se pro tyto účely využívá silikon a těsnící návleky. Po procesu nanesení Parylenu je třeba opět materiál využitý k pokrytí odstranit. Tyto kroky také ovlivňují finální cenu nánosu. [29]

Velikost komory

Firma SCS disponuje několika velikostmi depozičních komor. Malé jsou vhodné pro malosériové zakázky nebo naopak velké komory pro hromadné pokrývání vyššího objemu dílů. Maximální množství dílů, které se vejde do depoziční komory, snižuje náklady na jeden díl. [29]

Často se typ konformního povlaku, který je aplikován na produkt, mění až v důsledku poruch zjištěných během fáze testování nebo vývoje výrobku. Nejúčinnějším způsobem jak předejít této zbytečné investici je prozkoumání řešení již během fáze návrhu. Další možností je při určování povlaku přemýšlet o nákladech při selhání. Volba robustnějšího povlaku může zajistit vyšší spolehlivost a tím ušetřit další zbytečné investice za prostoje ve výrobě, opravy nebo výměny celého produktu. V případě poruchy se nepoškodí jen produkt, ale i samotná značka firmy a s tím související vztah se zákazníkem. Firmy zabývající se konformními povlaky proto mají specialisty zabývající se problematikou volby správného typu i tloušťky Parylenu. Výsledkem je doporučení povlaku, který zaručí požadovanou kvalitu s minimálními náklady. [29]

8 Experimentální část

Cílem experimentální části je ověřit vlastnosti udávané výrobcem. S ohledem na přístrojové vybavení v laboratořích a cenové náročnosti tvorby vzorků společně s jejich pokrytím Parylenem jsou testovány pouze vybrané parametry, zejména elektrické. Těmto parametrům byly také přizpůsobeny vzorky. Samotný experiment je rozdělen do čtyř hlavních částí. První částí je plán experimentu, během kterého byly vybrány vlastnosti pro testování. Druhou částí je návrh motivů a zhotovení vzorků. Předposlední, třetí část se skládá z měření vlastností a část poslední se zabývá vyhodnocením změřených hodnot a případným grafickým zobrazením vlastností.

8.1 Návrh motivů

Prvním krokem experimentální části je návrh testovacích motivů, které umožní měření elektrických, termických (změny vlastností látek vlivem působící teploty) a mechanických vlastností bariérové vrstvy Parylenu. Při návrhu bylo nutné vybrat vhodný materiál, který se bude nanést a stejně tak i nosný materiál, kterým se stal PET a Kapton. Rozměry byly upraveny dle velikosti nosného substrátu a minimální šířky čar odpovídaly laboratorním podmínkám depozice (rozlišitelnost tisku metodami Aerosol Jet a sítotisk). Pro návrh motivů byla na základě znalostí získaných rešeršní činností zvolena struktura IDE a struktura dvou vodivých drah. Tato struktura umožňuje sledovat a měřit potřebné výstupy práce. Blíže specifikované informace o přínosu dané struktury jsou popsány níže.

8.1.1 Struktura IDE

Struktura IDE dnes nachází využití zejména jako elektrolytický vodivostní senzor. Zájem je dán technologickými možnostmi miniaturních prolínajících se elektrod (také nazývaných prstů), které jsou schopny citlivě reagovat na vyskytující se Analyt. Neustále pokračující miniaturizace elektrod vedla ke zvýšení teoretické a technologické pozornosti na hodnoty mezifázové impedance a odporu elektrod. [13, 20, 21, 33]

Pro účely této práce byly vytvořeny senzory IDE celkem tří velikostí. Nejmenší šířka čar je zobrazena na *Obr. 13 Struktura IDE* vlevo, kde šířka prstů elektrod je 200 μm , uprostřed pak 300 μm a nakonec vpravo 500 μm . Stejných rozměrů jsou i mezery mezi prsty elektrod.

Vzorky tedy mají jinou impedanci a chování Parylenu se může pro každý z nich lišit, jelikož například průrazné napětí neroste lineárně se zvyšující se tloušťkou nanesené vrstvy.



Obr. 13 Struktura IDE

8.1.2 Struktura vodivých drah (VD)

Účelem struktury vodivých drah v této práci je zejména měření migrace iontů a měření v solném roztoku. Stejně tak jeho výhodou je v jeho rozměrech, které umožňují ponořit měřenou část struktury do kapaliny a zároveň mít umístěné vývody mimo kapalinu.



Obr. 14 Struktura vodivých drah

8.1.3 Měděný rovinný povrch - MRP

Měření bylo prováděno také na měděných rovinných substrátech. Jedná se o FR4 oboustranně pokovenou mědí. Měď na jedné straně je izolovaná od mědi na straně druhé. Dále v textu bude uváděna pouze zkratka MRP. Pro měření kapacity měl MRP rozměry čtverce o straně 5 cm. Pro měření objemové rezistivity měl MRP opět rozměry čtverce, tentokrát o straně 9 cm.

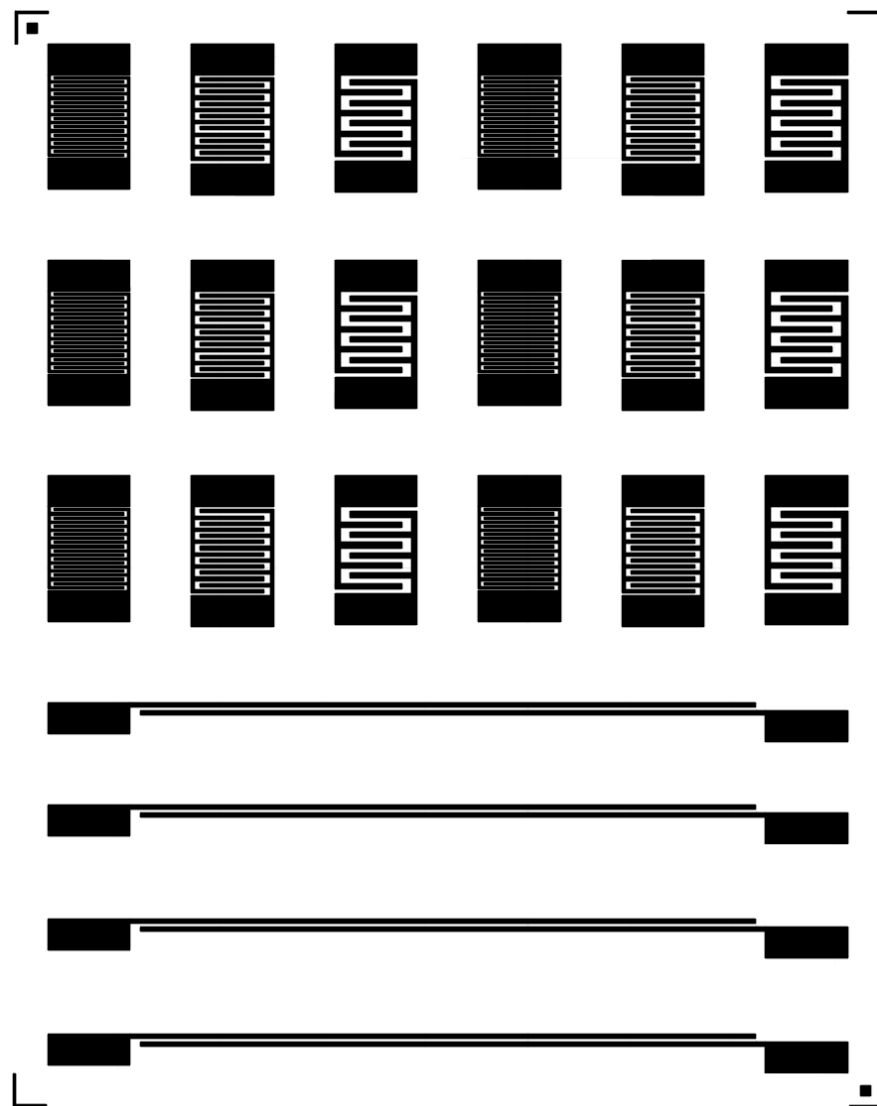
8.1.4 Použitý materiál pro tisk

Použitý materiál pro tisk je přiložený v elektronické příloze. Jedná se o čisté stříbro s aditivem, které byly po tisku vypařeny. U AJP depozice navíc dochází k sintrování nanočástic stříbra při zvýšené teplotě, při kterém práškové částice vzájemně splývají. Stříbro vyniká svou nízkou rezistivitou a je lepším vodičem, než například často používaná měď nebo dříve

využívaný hliník. Druhým důvodem výběru stříbra je sledování migrace, ke které je právě stříbro náchylné při výskytu stejnosměrného napájení, vlhkosti a vysoké teploty.

8.1.5 Celková testovací plocha

Testovací motivy byly pomocí programu Autocad od společnosti AutoDesk navrženy na plochu o rozměrech 84,4 mm * 104,35 mm. Na této ploše byly obsaženy motivy IDE 6x pro každou z šířky čar a motivy vodivých drah 4x pro šířky čar 200 um. Testovací motivy byly navrženy pro AJP (Aerosol Jet Printing) i pro sítotisk rozdílně. Výsledkem tedy byly dva návrhy testovacích motivů v programu AutoCad. Celková plocha navržená pro tisk je vyobrazena na *Obr. 15*.



Obr. 15 Návrh vzorků pro tisk

8.1.6 Návrh motivů pro AJP

Pro AJP byly jednotlivé čáry motivů kresleny s parametrem dané šířky a v optimálním pořadí tak, aby při tisku byla cesta trysky co nejkratší. Zamezení vlivu těchto přesahů bylo dosaženo pomocí kreslení čáry ve směru od začátku čáry směrem k T-spoji jednotlivých prstů.

Kontaktní plocha není v návrhu vodivou vrstvou vyplněna celoplošně, ale je při tisku pouze vyšrafována v diagonálním směru. Vodivá vrstva tedy obsahuje mezery. Důvodem je pozdější aplikace vodivého lepidla, které vyniká lepší adhezí k materiálu substrátu (PET nebo Kapton) oproti vodivé vrstvě – stříbrnému inkoustu. Vodivé lepidlo tedy bude při jeho aplikaci na kontaktní plochu fixováno nejen vodivou stříbrnou vrstvou, ale také na nosném substrátu. Vzor výsledného návrhu je zobrazen na *Obr. 16*.



Obr. 16 Návrh motivu pro AJP

8.1.7 Návrh motivů pro síťotisk

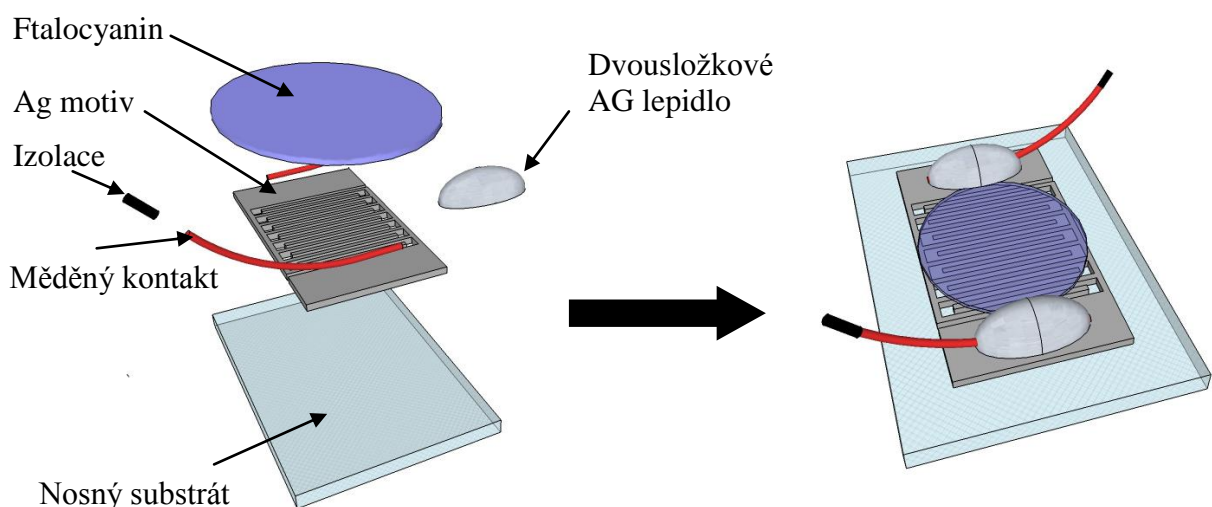
V případě síťotisku byly čáry nakreslené bez parametru šířky a sloužily k ohraničení plochy, která byla následně vyplněna. Zde pořadí čar, na rozdíl od AJP, nemá vliv na výslednou trasu trysky. Příklad je uveden opět na struktuře IDE a znázorněn na *Obr. 17*.



Obr. 17 Návrh motivu pro Síťotisk

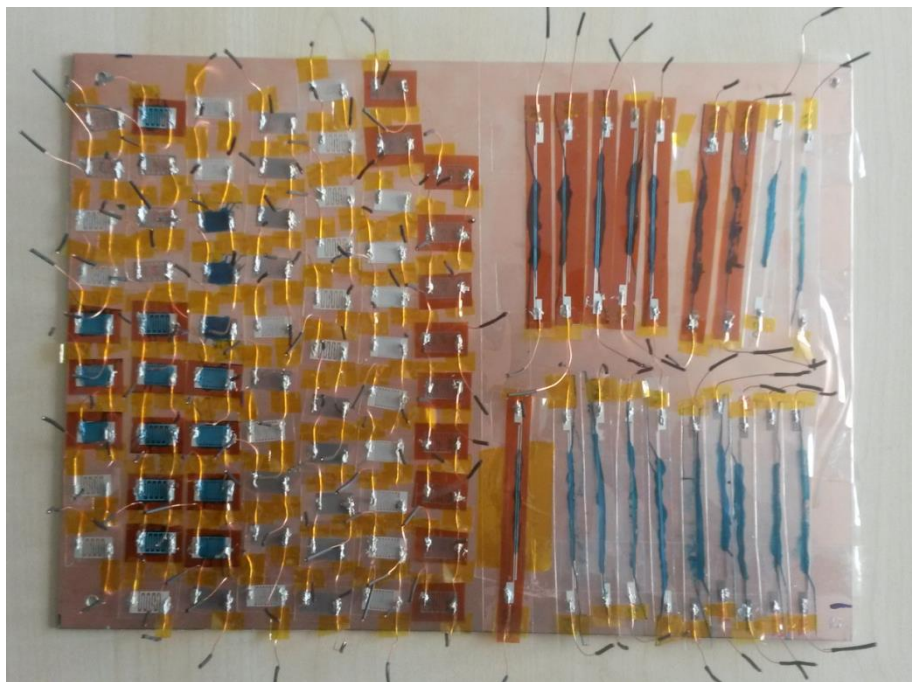
8.2 Zhotovení vzorků

Po zhotovení vzorků v softwaru AutoCad byl realizován tisk navržených vzorků. Zvoleny byly dvě metody tisku. První metodou byl sítotisk, během kterého byly zhotoveny motivy IDE a vodivých drah vodivým inkoustem PE-AG-530. V případě AJP byl pro tisk zvolen vodivý inkoust PG 007. Oba vybrané inkousty obsahují po vyschnutí pouze stříbro. Parametry inkoustů jsou přiloženy v elektronické příloze na CD. Po tisku motivů na KAPTON a PET folie byly jednotlivé motivy označeny a proměřeny. Odpor byl měřen dvoubodově mezi elektrodami IDE a vodivých drah k vyřazení vyzkratovaných vzorků vlivem nepřesnosti sítotisku nebo AJP. Dále byl čtyřbodově měřen odpor dlouhých vodivých drah, který může mít vliv při následném měření vlastností. Následně se vzorky rozdělily na jednotlivé kusy. Ke kontaktním ploškám elektrod IDE a vodivých drah byly pomocí kaptonové lepicí pásky přilepeny holé měděné drátky. Kontakt mezi koncem měděného drátku a kontaktní ploškou elektrod byl tvořen dvousložkovým vodivým lepidlem. Vodivé lepidlo bylo vybráno od firmy MG Chemicals, které bylo vhodné díky své čtyřhodinové aplikovatelnosti po smíchání obou složek. Po nánosu lepidla bylo nutné nechat lepidlo vytvrdit 72 hodin při teplotě 25 °C nebo hodinu při teplotě 80 °C. Pro lepší měřitelnost změn elektrických vlastností byla na některé vzorky nanášena vrstva Ftalocyaninu, který je vlhkocitlivý a dokáže svůj elektrický odpor za přítomnosti vlhkosti měnit až o tři řády. Posledním krokem přípravy vzorků bylo zaizolování konce vodičů, které je třeba nechat odizolované k přiložení kontaktů měřících přístrojů. Pro izolaci byla vybrána smršťovací bužírka. Vlastnosti použitých materiálů pro přípravu vzorků jsou níže popsány.



Obr. 18 Kompletace vzorků s IDE strukturou

Rozkreslené kroky přípravy vzorku před pokrytím Parylenem zobrazuje *Obr. 18*, na kterém lze vidět spodní vrstvu substrátu, tisknutý motiv IDE, vodivé měděné drátky včetně izolace a vodivého lepidla použitého k jejich přilepení a poslední vrstvu superabsorbentu, konkrétně Ftalocyaninu. Zkompletované vzorky připravené k pokrytí Parylenem jsou zobrazeny na *Obr. 19*. Experiment probíhal na více než 180ti vzorcích.



Obr. 19 Vzorky připravené k pokrytí Parylenem

8.2.1 Ftalocyanin

Jedním ze zkoumaných parametrů Parylenu je vliv vlhkosti. Dle rešeršní činnosti a snadné dostupnosti byl vybrán Ftalocyanin, který se užívá jako vlhkostní senzor a bylo proto vhodné nanést ho na elektrody před enkapsulací Parylenem. Uplatnění nachází i jako průmyslové barvivo nebo pro fotovoltaické články. Vlastností Ftalocyaninu je vysoká termální i chemická stabilita, která je potřebná při následném pokrývání Parylenem ve vakuu. Ftalocyaniny se dělí dle typu centrálního kovu a různého počtu sulfonamidických a sulfonovaných skupin.

Pro účely této práce byl vybrán konkrétně Ftalocyanin $\text{NiPc}(\text{SO}_3\text{Na})_4$, který je vhodný díky své citlivé změně impedance se změnou vlhkosti, které by měl právě testovaný Parylen zabránit. Jedná se o sulfonovanou skupinu, u které hodnota RH silně ovlivňuje elektrické hodnoty. Citlivost Ftalocyaninu na vlhkost je způsobena sulfoskupinami chemicky

navázanými na molekulu Ftalocyaninu. Zároveň je tato skupina rozpustná ve vodě. V práci byl použit 12% roztok $\text{NiPc}(\text{SO}_3\text{Na})_4$ s vodou. Po rozmíchání roztoku pomocí vibračního míchání byla potřeba nanést tuto vlhkocitlivou vrstvu na vzorky. Nános byl proveden pomocí metody spin coating při otáčkách 2 000 ot/min a je zobrazen na *Obr. 20* včetně vzorku s naneseným Ftalocyaninem.



Obr. 20 Metoda spin coating a vzorek s vrstvou Ftalocyaninu

8.3 Měření, výsledky a diskuse

Posledním bodem práce je měření vybraných vlastností, které budou následně porovnány se vzorky bez vrstvy Parylenu a zároveň s hodnotami, které uvádí výrobce. Výstupem bude i určení vhodnosti navržených motivů pro měření jednotlivých vlastností.

8.3.1 Kapacita vzorků

První ze změřených hodnot je stanovení změny kapacit vzorků před potažením Parylenem s hodnotami po potažení. Předpokladem je navýšení kapacity vlivem změny materiálu, kde namísto vzduchu bude působit povlak Parylenu. Ty mají rozdílnou dielektrickou konstantu, neboli permitivitu, která přímo ovlivňuje elektrický náboj umístěný

v čitateli vzorce pro kapacitu. Vyjádřeno zjednodušeným výpočtem, kdy uvažujeme nekonečně tenký kondenzátor bez okrajových jevů, ve vzorci:

$$C = \frac{Q}{U} = \frac{D * S}{U} = \frac{\epsilon * E * S}{U}$$

kde C je kapacita [F],

Q je elektrický náboj [C],

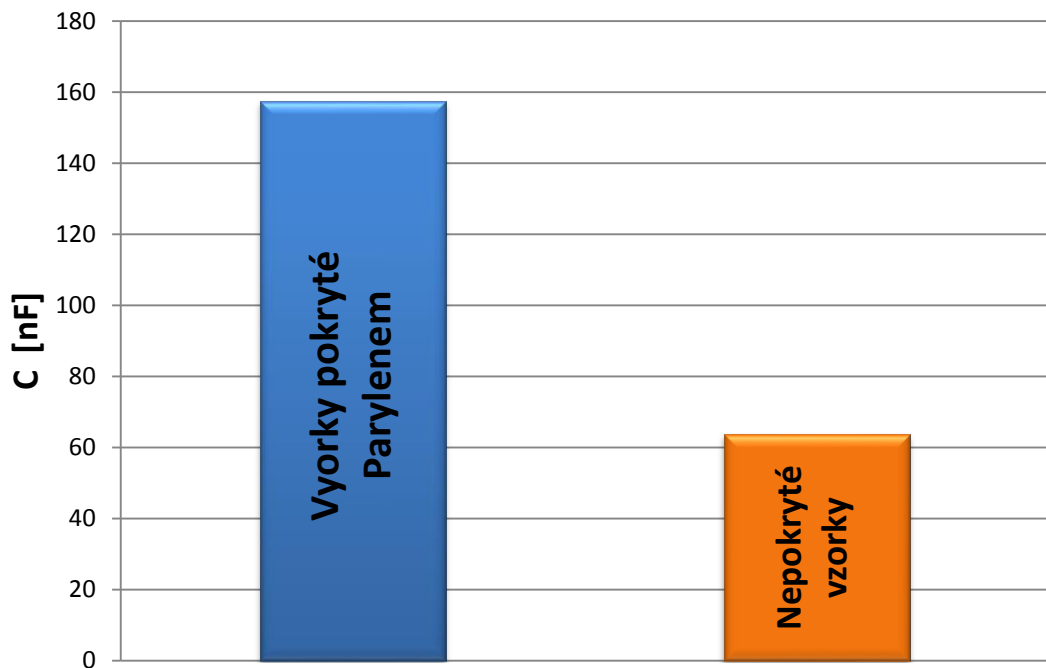
U je elektrické napětí [V],

ϵ je permitivity vakua [F/m],

E je intenzita elektrického pole [V/mm] a

S je plocha [mm²].

Změřené hodnoty jsou znázorněny pomocí *Graf 4*, kde je vidět nárůst kapacity po enkapsulaci Parylenem. Zvýšení kapacity je zobrazeno z průměru změřených hodnot a činí 2,4 násobek původní hodnoty. Hodnota je dána permitivitou Parylenu $\epsilon_r = 2,95$, permitivitou vzduchu $\epsilon_r = 1$ a permitivitou nosného substrátu, která je pro Kapton $\epsilon_r = 3,5$ a pro PET $\epsilon_r = 3,4$.



Graf 4 Kapacita před a po pokrytí Parylenem

8.3.2 Měření dielektrické konstanty

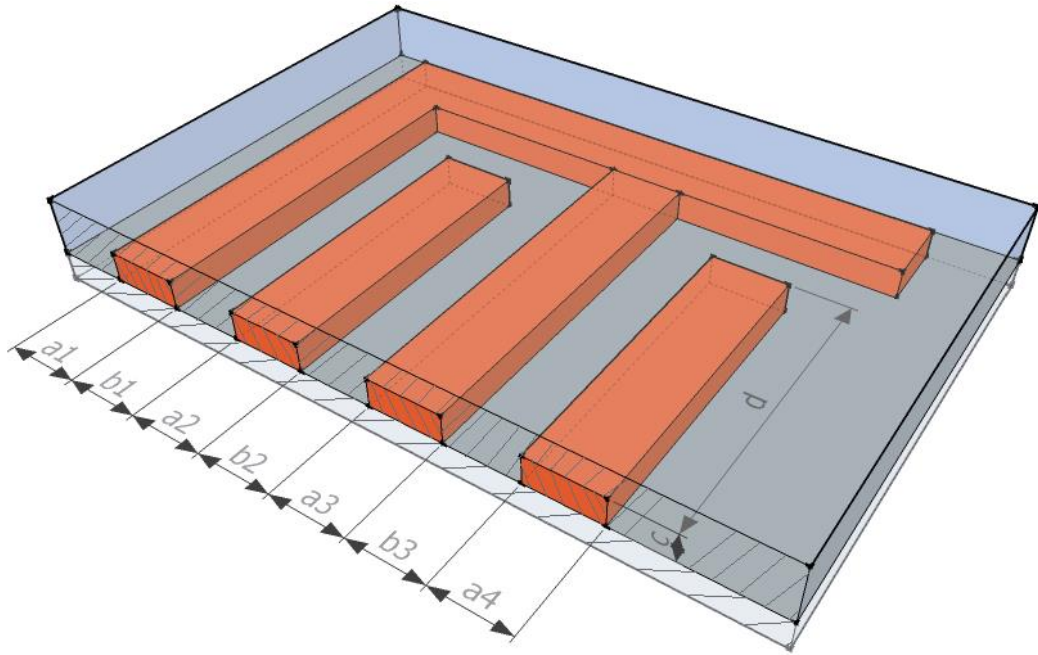
Dielektrická konstanta, nebo také relativní permitivita je konstanta materiálu vyjadřující, kolikrát se zmenší elektrická síla v případě umístění těles s elektrickým nábojem do látkového prostředí namísto vakua. Stejně tak kolikrát se zvětší kapacita kondenzátoru, je-li mezi elektrody umístěno dielektrikum. Dielektrická konstanta v tomto případě byla měřena nepřímo. Změřena byla kapacita a dle kapacity následně dopočítána dielektrická konstanta. Početní postup je znázorněn pod tabulkou naměřených hodnot kapacity (Tab. 9). [19]

Kapacita byla měřena pro měděné rovinné plochy o rozměrech 5 x 5 cm (měděné rovinné plochy budou dále v textu označovány zkratkou MRP) a poté na struktuře IDE všech rozměrů (200, 300 a 500 μm). Princip měření kapacity na MRP je znázorněn v kapitole 8.3.4 *Dielektrická pevnost* na Obr. 24. Měření probíhalo při napětí $U = 1\text{V}$ a třech různých frekvencích $f = 100\text{ Hz}$, 10 kHz a 1 MHz . Všechny měřené vzorky byly tisknuty pomocí metody AJP. Výsledky naměřených hodnot kapacity jsou uvedeny v příloze. V Tab. 9 je uveden pouze průměr ze změřených hodnot.

Tab. 9 Průměry pro hodnoty kapacity

Frekvence	f = 10 kHz		f = 1 MHz		f = 2 MHz	
	Vzorek	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ	Cp [pF]
Průměr pro MRP 5 x 5 cm	157750	0,010722	153311,1	0,006222	150550	0,000822
Průměr pro strukturu IDE _{PET500}	151,98	1,82	151,68	0,0308	151,08	0,0194
Průměr pro strukturu IDE _{KAP500}	162,84	1,798	162,54	0,0194	161,94	0,005
Průměr pro strukturu IDE _{PET300}	186,36	1,814	185,76	0,0342	185,36	0,024
Průměr pro strukturu IDE _{KAP300}	176,1	1,6575	175,5	0,023	175,1	0,01475
Průměr pro strukturu IDE _{PET200}	173,1	1,815	172,6	0,05	172,3	0,0425
Průměr pro strukturu IDE _{KAP200}	179	1,8	178,5	0,002333	178,2	0,011

Po změření hodnot kapacity byla dle následujícího výpočetního postupu vypočtena dielektrická konstanta. Na Obr. 21 jsou zobrazeny veličiny pro výpočet obsahu a šířky dielektrika pomocí řezu IDE struktury pro následné výpočty. Obrázek je zakreslen v řezu, přičemž řez je v místě konce prstů jedné z elektrod. Znamená to tedy, že rozměr d je rozměrem zahrnujícím celou délku prstu uvažovanou při výpočtech.



Obr. 21 Řez strukturou IDE

$$\oint_S D * dS = Q = D * S = \varepsilon * E * S = \varepsilon_0 * \varepsilon_r * E * S$$

$$\int E dl = U = E * d \Rightarrow E = \frac{U}{d}$$

$$d = \sum_{i=0}^n b_i * d$$

$$S = \sum_{i=0}^n a_i * d$$

$$C = \frac{Q}{U} = \frac{\varepsilon_0 * \varepsilon_r * U * S}{U * d} = \frac{\varepsilon_0 * \varepsilon_r * S}{d} \Rightarrow \varepsilon_r = \frac{C * d}{\varepsilon_0 * S} = \frac{C * \sum_{i=0}^n b_i * d}{\varepsilon_0 * \sum_{i=0}^n a_i * d}$$

kde C je kapacita elektrod,

b_i je šířka prstů elektrod,

d je délka prstů elektrod,

ε_0 je permitivita vakua a

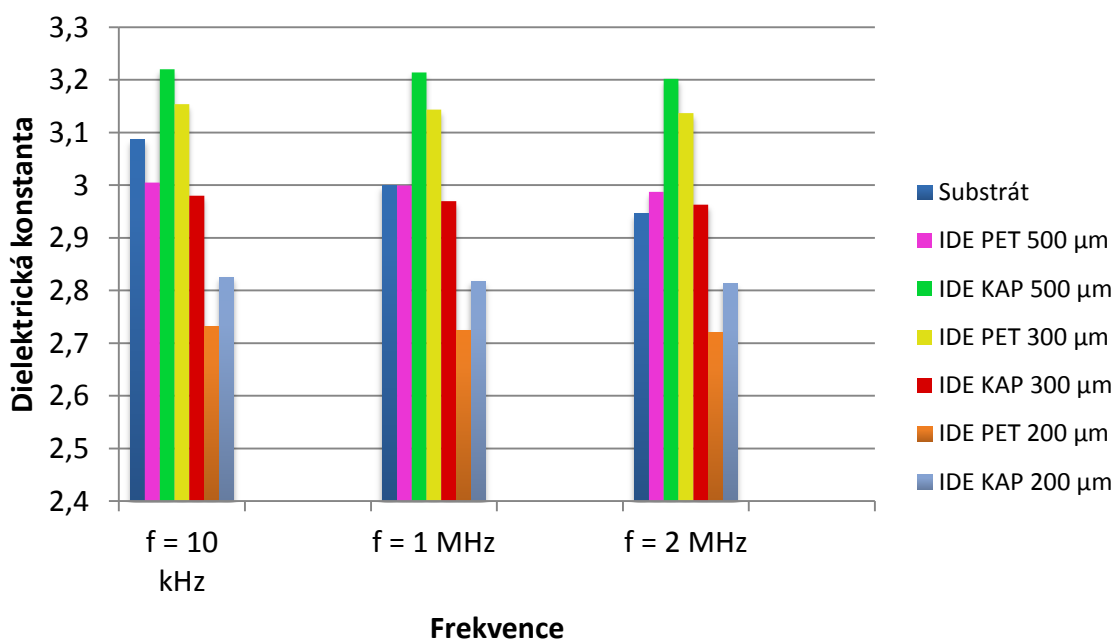
a_i je šířka mezer mezi elektrodami.

Z dopočetých hodnot dielektrické konstanty, jinak nazývané permitivity, byla sestrojena tabulka (Tab. 10) a Graf 5 přehledně znázorňující výsledné hodnoty a rozdíly mezi nimi.

Tab. 10 Průměry pro hodnoty relativní permitivity

Frekvence	f = 10 kHz	f = 1 MHz	f = 2 MHz
Vzorek	ϵ_r	ϵ_r	ϵ_r
Průměr pro MRP 5 x 5 cm	3,08665388	2,999799277	2,945773323
Průměr pro strukturu IDE _{PET500}	3,005254237	2,999322034	2,987457627
Průměr pro strukturu IDE _{KAP500}	3,22	3,214067797	3,20220339
Průměr pro strukturu IDE _{PET300}	3,15379208	3,14363821	3,136868963
Průměr pro strukturu IDE _{KAP300}	2,9801609	2,97000703	2,963237783
Průměr pro strukturu IDE _{PET200}	2,732552343	2,724659355	2,719923563
Průměr pro strukturu IDE _{KAP200}	2,825689598	2,81779661	2,813060818

Měření dielektrické konstanty



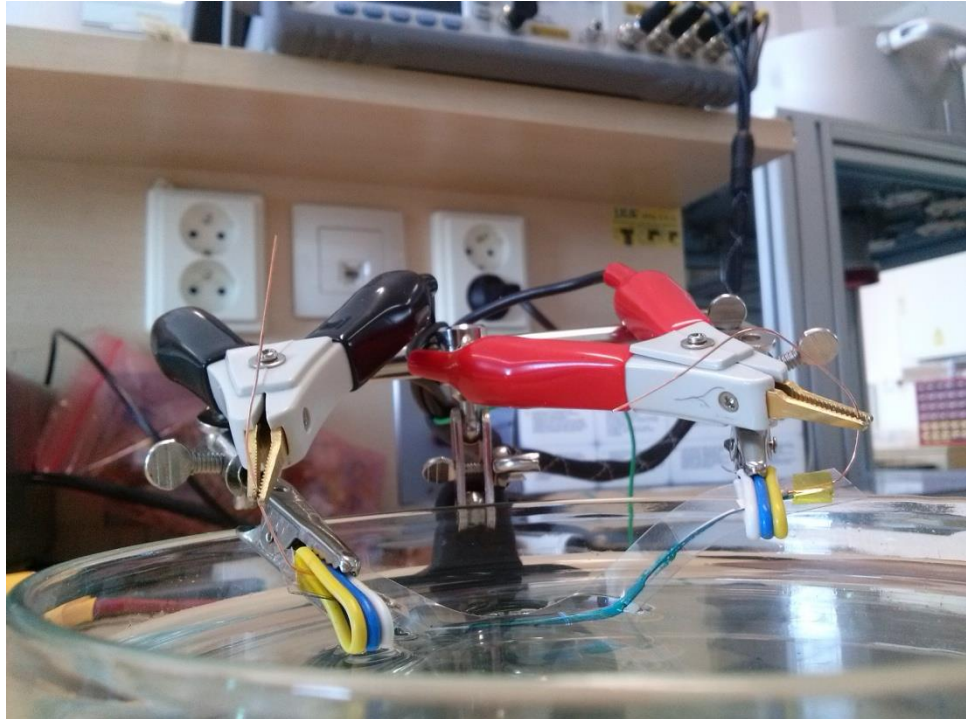
Graf 5 Závislost dielektrické konstanty na frekvenci

Hodnota relativní permitivity je mírně frekvenčně závislá a v rozsahu frekvencí 10 kHz – 2 MHz se mění o jednotky desetin. Výrobce použitého Parylenu C udává hodnotu dielektrické konstanty $\epsilon_r = 2,95$ pro frekvenci $f = 1$ MHz. Této hodnotě se nejvíce přiblížily vzorky IDE s motivy o šířce čar 300 µm na Kaptonové fólii. Za nejpřesnější měření by však mělo být považováno měření na MRP, kde byl vzorek položen mezi elektrody o průměru 5 cm. Nevýhodou měření je jeho cena, kdy je nutné pokrýt velkou plochu, na které je měření

prováděno. Naproti tomu u struktury IDE je pokrývána plocha přibližně 25x menší. Tento fakt se u dražších konformních povlaků, mezi které patří i Parylen, promítne na konečné ceně ve značné míře. U tohoto měření na MRP změřená hodnota převyšuje hodnotu výrobce o 0,05. I přes poměrně přesné výsledky průměrů struktur IDE, které jsou uvedeny v tabulkách, měly změřené hodnoty kapacity na vzorcích poměrně velký rozptyl okolo středové hodnoty. Vhodnější volbou mohla být struktura kondenzátoru se vzdáleností elektrod minimálně 1 mm. Došlo by tak k eliminaci nepřesností tisku (sítotisku a AJP), které při takto malých rozměrech, které byly zvoleny pro tuto práci, hrají vysokou roli. Dalším faktorem ovlivňující přesnost může být adheze Parylenu. Před pokrytím se doporučuje vzorky očistit (například plasmatickým čištěním) k zajištění dobré přilnavosti Parylenu. V případě použitých vzorků potisknutých stříbrem na PET a Kaptonu by vlivem čištění došlo k mechanickému narušení stříbrných cest a proto provedeno nebylo. Výrobce upozorňoval na možný vliv obsažených nečistot na vzorcích. Zvoleno pro vzorky bylo adhezivum AdPro Poly®, které v současnosti patří mezi nejlepší aditiva zvyšující adhezi Parylenu. Při měření kapacity byly vzorky s hodnotami kapacity, které se značně odchylovaly od běžných hodnot, vyřazeny a do průměru nepočítány. Při testování hodnot dielektrické konstanty lze využít i měření na struktuře IDE a ušetřit tak finanční náklady. Je však nutné počítat s nepřesností. U struktury IDE s šířkou čar 200 μm bylo dosaženo přesnosti $\pm 9,6\%$. Struktura IDE šířky čar 300 a 500 μm dosáhla přesnosti $\pm 4,5\%$. Přesností jsou vyjádřeny odchylky od měření na MRP.

8.3.3 Měření impedance v solném roztoku

Dále byl měřen vliv působení solného roztoku na impedanci vzorků. Solný roztok je agresivním prostředím, ve kterém dochází k degradaci vlastností a narušení vrstvy konformních povlaků. Solný roztok byl složen z vody a chloridu sodného při koncentraci 50 g/l, jak udává norma ČSN EN ISO 9227. Měření bylo prováděno převážně na struktuře vodivých drah, jako je zobrazeno na *Obr. 22*. Vzorek bych prohnutý a ponořena do solného roztoku byla pouze jeho část. Kontakty a k nim přiložené elektrody měřícího přístroje byly umístěné mimo solný roztok.



Obr. 22 Ponor vzorku v solném roztoku

Nepokryté vzorky

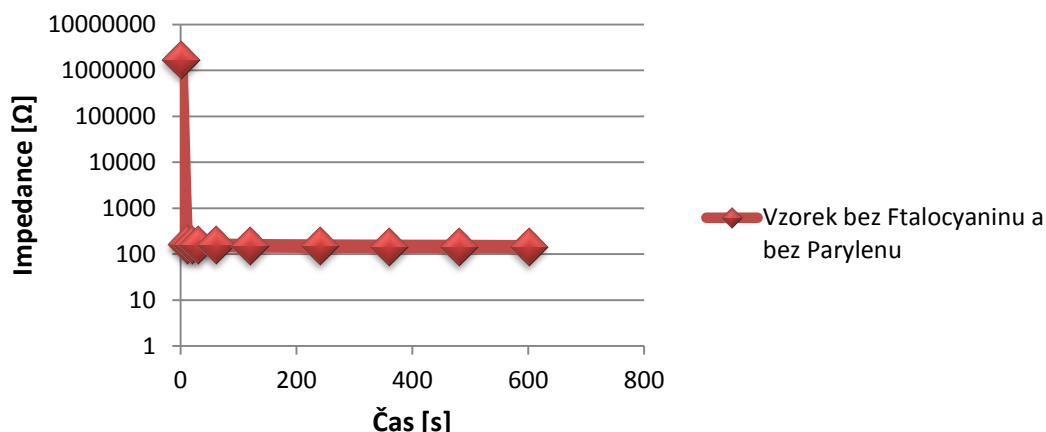
Na struktuře vodivých drah byly nejprve měřeny čisté vzorky, poté vzorky pokryté Ftalocyaninem a na závěr vzorky pokryté Ftalocyaninem i Parylenem. Naměřené hodnoty pro ničem nepokryté vzorky zobrazuje Tab. 11.

Tab. 11 Nepokryté vzorky struktury vodivých drah v solném roztoku

t [s]	0	10	20	30	60	120	240	360	480	600
Z [MΩ] VD1	1700000	163	160	159	157	152	149	147	146	144
Z [MΩ] VD2	88000000	159	155	153	147	141	132	129	125	123
Z [MΩ] VD3	31000000	95	93	89	83	79	77	75	72	71
Z [MΩ] průměr	40233333	139	136	133,6667	129	124	119,3333	117	114,3333	112,6667

Z průměrných hodnot impedance z uvedené Tab. 11 byl sestrojen Graf 6, na kterém lze vidět okamžitý pokles impedance mezi elektrodami vlivem změny prostředí se značně vyšší hodnotou vodivosti. Obdobně vypadají i výsledky pro vzorky s vrstvou Ftalocyaninu bez Parylenu.

Impedance v solném roztoku



Graf 6 Vliv solného roztoku na pokles impedance

Vzorky pokryté Ftalocyaninem a Parylenem

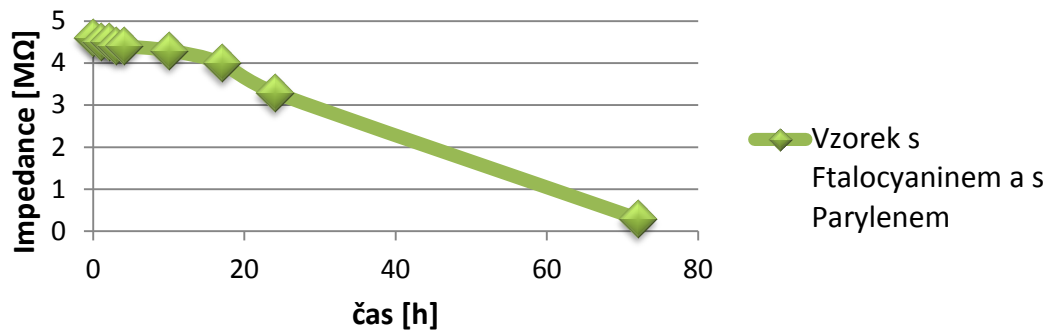
Úkolem konformních povlaků je zamezit poklesu impedance a to v ideálním případě po celou dobu působení. Tab. 12 uvádí naměřené hodnoty při použití Parylenu a Ftylocyaninu v solném roztoku. Ftalocyanin v tomto případě zajišťuje citlivější reakci na vlhkost pronikající skrz vrstvu Parylenu a poskytuje data již při malém množství proniklé vlhkosti.

Tab. 12 Naměřené hodnoty pro vzorky pokryté Parylenem s vrstvou Ftalocyaninu

t [h]	0	1	2	3	4	10	17	24	72
Z [MΩ] VD1	4,6	4,5	4,5	4,4	4,4	4,3	4	2,8	0,3
Z [MΩ] VD2	4,6	4,5	4,5	4,4	4,4	4,3	4	2,8	0,3
Z [MΩ] VD3	4,6	4,5	4,5	4,4	4,4	4,3	4	2,8	0,3
Z [MΩ] průměr	4,6	4,5	4,5	4,4	4,4	4,3	4	2,8	0,3

Na první pohled je nutné si povšimnout, že jednotka časové osy se oproti čistým vzorkům změnila ze sekund na hodiny. K poklesu impedance začalo docházet přibližně po 20ti hodinách umístění vzorků v solném roztoku. Impedance klesala pomalu vlivem postupného pronikání kapaliny skrz vrstvu Parylenu, která následně ovlivnila vlastnosti Parylenu, konkrétně jeho impedanci.

Impedance v solném roztoku



Graf 7 Vliv solného roztoku na pokles impedance

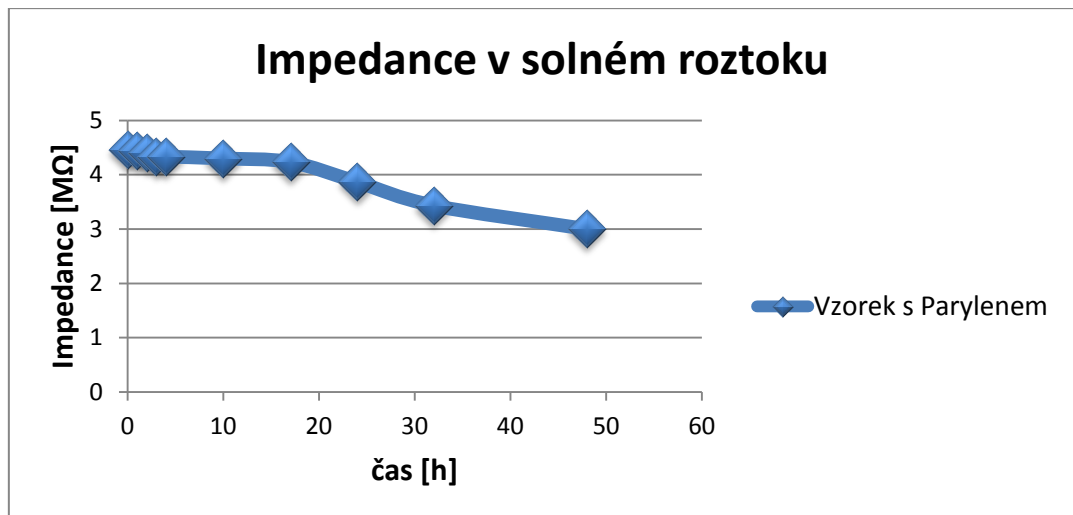
Vzorky pokryté Parylenem

Obdobně jako u předchozích vzorků, kde byl použit Parylen i Ftalocyanin, je očekáván pokles impedance vlivem průniku tekutiny. Pokles by však měl být pomalejší vlivem vodivostních vlastností usazené tekutiny mezi elektrodami vzorků. Naměřené hodnoty zobrazuje Tab. 13.

Tab. 13 Naměřené hodnoty pro vzorky pokryté Parylenem

t [s]	0	1	2	3	4	10	17	24	32	48
Z [MΩ] VD1	5,1	5	5	4,9	4,9	4,9	4,8	4,5	3,5	3
Z [MΩ] VD2	3,7	3,7	3,7	3,6	3,6	3,5	3,5	3	2,4	2,1
Z [MΩ] VD3	4,6	4,6	4,5	4,5	4,5	4,5	4,4	4,1	4,4	3,9
Z [MΩ] průměr	4,5	4,4	4,4	4,3	4,3	4,3	4,2	3,9	3,4	3

Z průměrných hodnot impedance uvedených v Tab. 13 byl sestrojen Graf 8, na kterém v porovnání se vzorky, kde byl k Parylenu použit i Ftalocyanin, je vidět pomalejší pokles. Pokles je způsobený degradací Parylenu v solném roztoku a tím vznikajících trhlinek v povlaku, které umožňují průnik tekutiny k elektrodám.



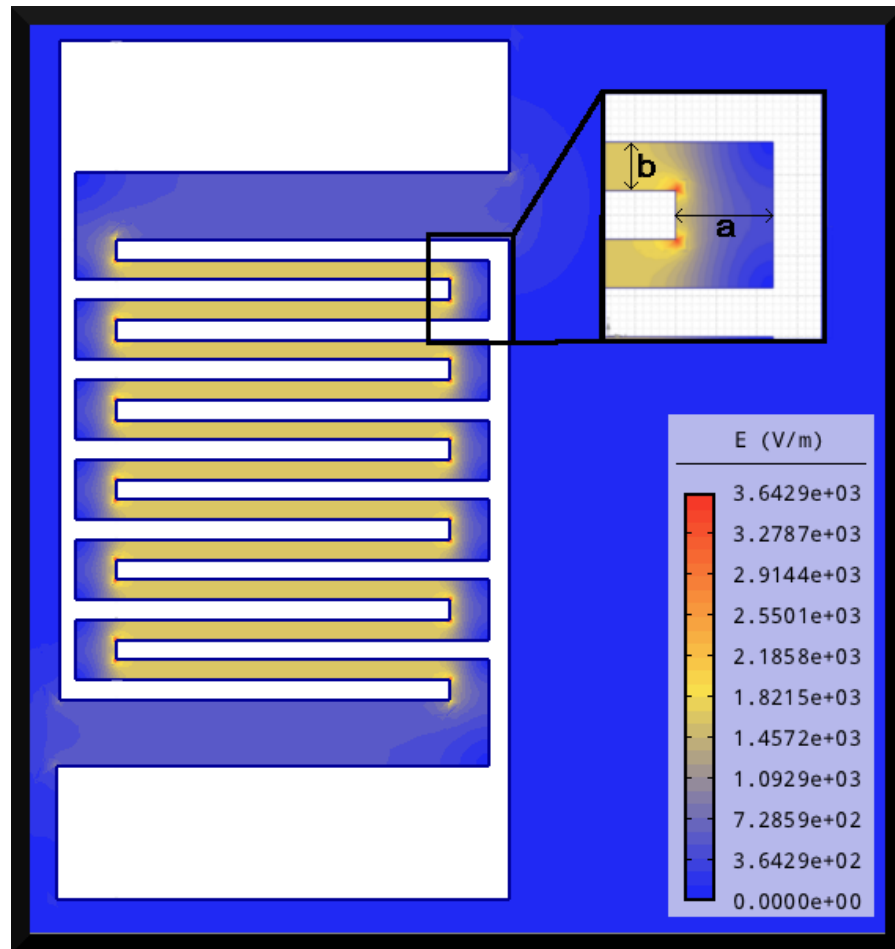
Graf 8 Vliv solného roztoku na pokles impedance

8.3.4 Dielektrická pevnost

Dielektrická pevnost je charakteristickou vlastností, která není závislá na uspořádání ani materiálu elektrod, ale na materiálu a ploše dielektrika mezi elektrodami. Působením elektrického pole vytvářeného zdrojem se při průrazu uvolňují vázané elektrony. Je-li přiložené pole dostatečně vysoké, jsou elektrony urychleny natolik, že srážky těchto elektronů s neutrálními atomy či molekulami uvolňují další elektrony. Tomuto jevu se říká lavinový průraz. Při průrazu vzniká vodivá dráha skrz dielektrika. Pro pevné dielektrikum bývá tento jev destruktivní, zejména degradují jeho izolační schopnosti.

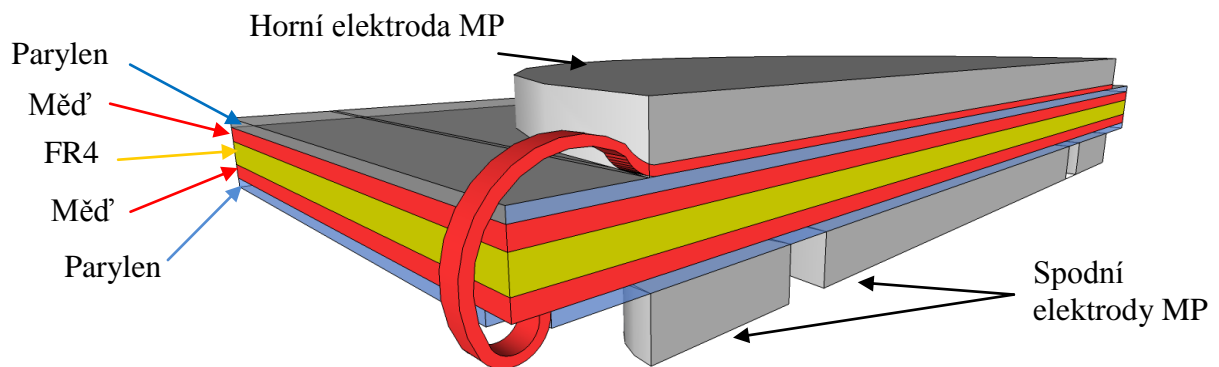
Pro určení rozložení intenzity elektrického pole byla namodelována IDE struktura v programu Agros2D s využitím elektrostatického pole. Materiál mezi elektrodami byl zvolen Parylen C, který je testován a zadaný parametr jeho dielektrické konstanty byl určen na základě předchozího měření. Napětí mezi elektrodami bylo zvoleno $U = 500 \text{ V}$.

Popsaný model je na Obr. 23, kde lze vidět rovnoměrně rozloženou intenzitu elektrického pole po délce prstů. Vpravo nahoře, kde je znázorněna zvětšená část konce jednoho z prstů lze vidět, že intenzita elektrického pole se hromadí v rozích. Z těchto důvodů byla při návrhu určena vzdálenost strany prstu od protější elektrody (rozměr a) dvakrát vyšší, než vzájemná vzdálenost prstů od sebe (rozměr b). Zvýšená vzdálenost by měla zabránit průrazu v rozích a nastat mezi prsty elektrod.



Obr. 23 Simulace intenzity elektrického pole struktury IDE

Měření nejprve probíhalo na MRP pomocí tříelektrodevého systému, který byl součástí měřicího přístroje Keithley 8009. Princip měření je znázorněn na Obr. 24. Mezi elektrody je vložena deska FR4 oboustranně pokovená mědí, na které je nanesen Parylen. Měřenou hodnotou je průrazné napětí vrstvy Parylenu. Bylo proto nutné vodivě spojit měděnou vrstvu na jedné straně vrstvy Parylenu s horní elektrodou a na straně druhé téže vrstvy Parylenu přiložit spodní zdrojovou elektrodu. Po tomto zapojení se hodnota odporu rovnala odporu tloušťce vrstvy Parylenu. Poté byl spuštěn napěťový zdroj přivádějící napětí mezi spodní a horní elektrodu. Na výslednou hodnotu průrazného napětí má vliv teplota, při které je měřeno, vlhkost a také doba, po kterou je testovaná vrstva vystavena napětí. Testovaná hodnota napětí byla vždy přivedena po dobu 10 s, s laboratorní vlhkostí 45 % RH a při pokojové teplotě 23°C. Pokud během této doby nedošlo k průrazu, zdroj byl odpojen, napětí zvýšeno a opět připojen. Tento postup se opakoval, dokud během těchto deseti sekund nedošlo k průrazu dielektrika.



Obr. 24 Princip měření průrazného napětí i kapacity

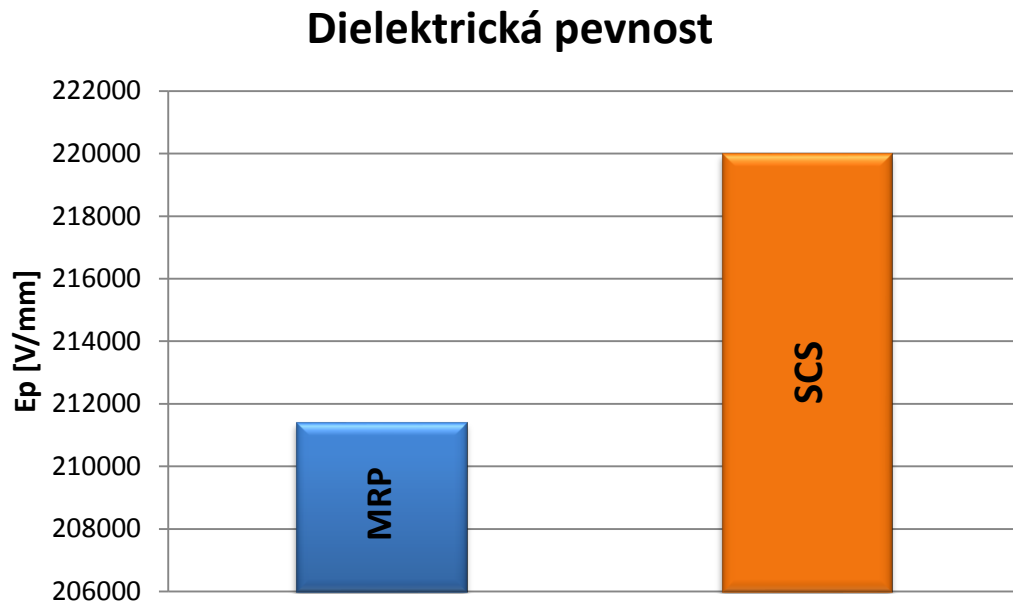
Měřeny byly i vzorky struktury IDE následujícím způsobem. Vzorek IDE byl umístěn do stíněné komory, kde bylo na kontakty vzorku přivedeno napětí. Napětí bylo zvyšováno obdobně, jako u předchozího měření průrazného napětí na MRP. Při tomto měření bylo však zjištěno, že šířka Parylenu mezi elektrodami má v případě nejmenšího návrhu rozměry 200 μm . V Tab. 14 jsou zobrazeny naměřené hodnoty průrazného napětí z MRP.

Tab. 14 Naměřené hodnoty průrazného napětí na MRP

Vzorek	Up [V]
1A	2750
1B	3000
2A	2500
2B	2750
3A	2750
3B	3000
4A	3250
4B	3000
Průměr	2875
Ep [V/mm]	211397,1

Firma SCS uvádí pro svůj Parylen C, který byl použit v této práci, hodnoty dielektrické pevnosti $2,2 \cdot 10^5$. Této hodnotě se přiblížilo měření na MRP s výslednou průměrnou hodnotou $2,11 \cdot 10^5$. Přesnějšího výsledku by mohlo být dosaženo měřením po nižších rozdílech napětí. Graf 10 zobrazuje rozdíl mezi naměřenými hodnotami elektrostatického

pole při průrazu na MRP a hodnotě udávané výrobcem. Naměřená hodnota je o 9 kV/mm nižší, než udává výrobce. Nižší hodnota může být následkem nečistot způsobující nedokonalou adhezi Parylenu.



Graf 9 Hodnota intenzity elektrického pole při průrazu

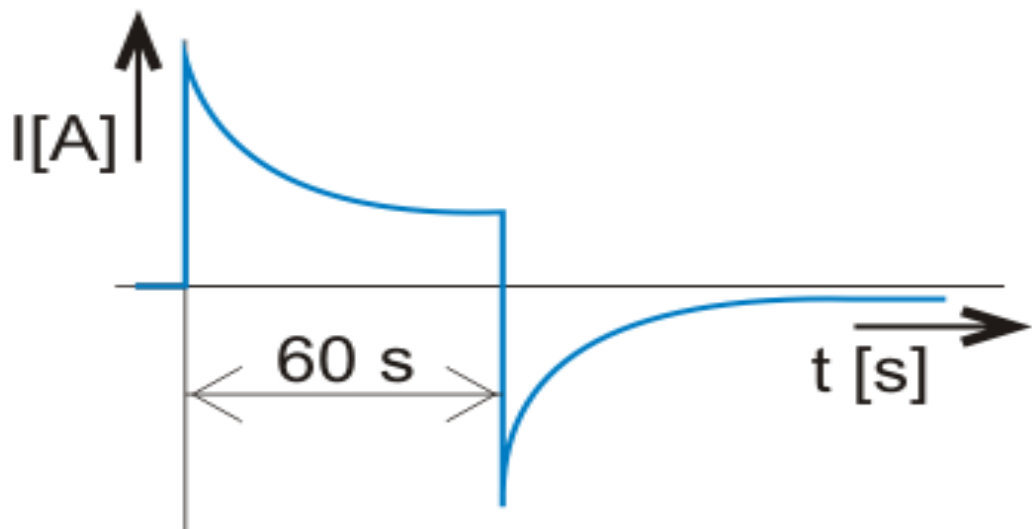
Na struktuře IDE nebyly naměřeny žádné hodnoty. Šířka Parylenu nanesena mezi elektrodami činí u nejmenší struktury, kde by průrazné napětí mělo být nejnižší, rovných 200 μm . Této šířce odpovídá hodnota průrazného napětí více než 10 kV, na kterých nebyly vzorky dimenzovány a v praxi ani taková tloušťka vrstvy nebývá nanesena. Motivy IDE tedy nejsou vhodné a nelze je využít pro měření průrazného napětí. Reálně by byl využitelný vzorek s mezerou mezi elektrodami v rozmezí jednotek až desítek mikrometrů. Tato přesnost je však značně vysoká a náročná na výrobu.

8.3.5 Rezistivita

Rezistivita je rovna hodnotě elektrického odporu vodiče jednotkového obsahu na jednotku délky. Nazývána bývá též měrný elektrický odpor a je převrácenou hodnotou konduktivity, neboli měrné vodivosti. Dělí se na rezistivitu objemovou a povrchovou. Objemová rezistivita je definována poměrem stejnosměrného napětí a proudu protékajícího měřeným materiálem mezi dvěma elektrodami přiloženými na jeho protilehlých stranách a redukováným na objemovou jednotku. Povrchová rezistivita je definována poměrem

stejnoseměrného napětí a proudu, který protéká na povrchu měřeného materiálu mezi dvěma elektrodami. V tomto případě redukováným na jednotkovou plochu.

Při měření rezistivity je třeba brát ohled na vyskytující se rázové proudy, které mohou ohrozit funkčnost měřících přístrojů. Při připojení zdroje je vhodné odpojit měření a zapnout ho až po několika sekundách, kdy se proud ustálí. S klesajícím proudem a konstantním napětím se dle ohmova zákona mění i hodnota odporu. Při poklesu proudu hodnota odporu stoupá. Tím pádem se mění i hodnota rezistivity a proto je zaveden standard ASTM D257, podle kterého se hodnota rezistivity odečítá po 60 s, kdy se stává proud ustáleným. Průběh proudu znázorňuje *Obr. 25* kde jsou vidět proudové rázy. Druhá proudová špička opačného charakteru je způsobena přepnutím měření z objemové rezistivity na rezistivitu povrchovou. I při tomto přepínání je třeba odpojit měřící zařízení.



Obr. 25 Průběh proudu při měření objemové a povrchové rezistivity

Objemová rezistivita

Objemová rezistivita byla měřena u MRP s rozměry čtverce o straně 9 cm i u struktury IDE. MRP byly měřeny pomocí tříelektrodového systému měřícího přístroje Keithley 8009. Struktury IDE byly vloženy do zatemňovací skříně, kde ke kontaktům byl přiložen zdroj, a měřila se hodnota rezistence, která následně byla redukována na plochu. Naměřené hodnoty pro MRP zobrazuje *Tab. 15*. Hodnoty pro strukturu IDE jsou vypsány v *Tab. 16*.

Tab. 15 Hodnoty naměřené objemové rezistivity na substrátech

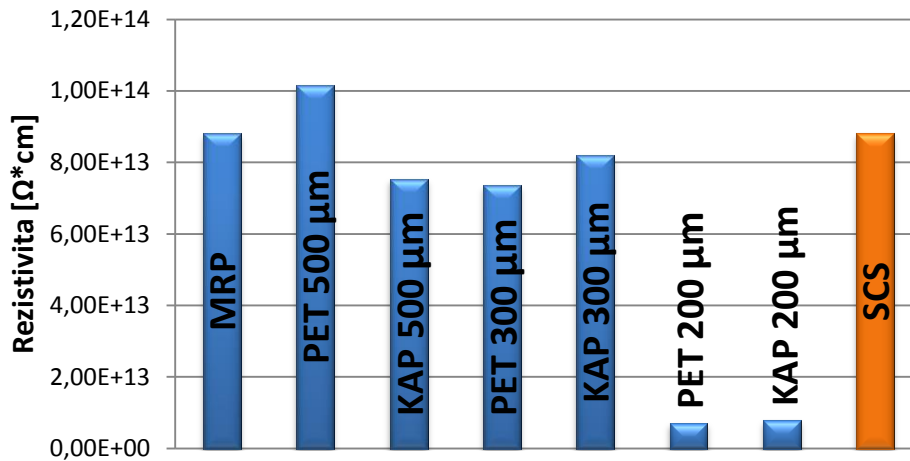
MRP 9 x 9 cm	Objemová rezistivita
1A	$8,9 * 10^{13}$
1B	$8,4 * 10^{13}$
2A	$8,9 * 10^{13}$
2B	$9,7 * 10^{13}$
3A	$9 * 10^{13}$
3B	$8,8 * 10^{13}$
4A	$8,2 * 10^{13}$
4B	$8,9 * 10^{13}$
Průměr	$8,8 * 10^{13}$

Tab. 16 naměřené hodnoty objemové rezistivity na strukturách IDE

Typ IDE	Objemová rezistivita 500 μm [$\Omega\cdot\text{cm}$]	Objemová rezistivita 300 μm [$\Omega\cdot\text{cm}$]	Objemová rezistivita 200 μm [$\Omega\cdot\text{cm}$]
PET 1	$8,6 * 10^{13}$	$7,5 * 10^{13}$	$6,0 * 10^{12}$
PET 2	$1,1 * 10^{14}$	$7,5 * 10^{13}$	$7,5 * 10^{12}$
PET 3	$4,8 * 10^{13}$	$7,2 * 10^{13}$	$7,0 * 10^{12}$
PET 4	$1,6 * 10^{14}$	$6,9 * 10^{13}$	$7,0 * 10^{12}$
PET 5	$1,0 * 10^{14}$	$7,7 * 10^{13}$	$8,0 * 10^{12}$
KAP 1	$7,4 * 10^{13}$	$8,2 * 10^{13}$	$7,0 * 10^{12}$
KAP 2	$1,1 * 10^{14}$	$7,9 * 10^{13}$	$9,0 * 10^{12}$
KAP 3	$5,7 * 10^{13}$	$7,9 * 10^{13}$	$8,5 * 10^{12}$
KAP 4	$5,7 * 10^{13}$	$8,7 * 10^{13}$	$7,5 * 10^{12}$
Průměr PET	$1,0 * 10^{14}$	$7,4 * 10^{13}$	$7,1 * 10^{12}$
Průměr KAP	$7,5 * 10^{13}$	$8,2 * 10^{13}$	$8,0 * 10^{12}$

Pro přehlednější zobrazení výsledných hodnot byl sestrojen sloupcový *Graf 10*. Oranžový sloupec vpravo stejně jako v předchozím případě značí hodnotu udávanou firmou SCS. Na desetinu přesně tato hodnota odpovídá hodnotě získané z průměru změřených hodnot na MRP. Hodnota získaná měřením na struktuře IDE s šířkou čar 500 μm prokázala vyšší hodnotu objemové rezistivity než je udaná hodnota výrobcem. U všech ostatních případů je hodnota nižší. U IDE struktur s rozměry 200 μm nelze měřit rezistivitu z důvodu nepřesného tisku motivů. Mezery mezi elektrodami neodpovídaly navrženým rozměrům. I zde je možné strukturu IDE pro rozměry 500 a 300 μm použít s přesností 15%. Přesnost byla určena největší odchylkou od hodnoty udávané výrobcem.

Objemová rezistivita



Graf 10 Výsledné změřené hodnoty v porovnání mezi sebou

8.3.6 Propustnost vlhkosti a migrace

Mezi další hlavní kvalitativní ukazatele bariérových filmů patří propustnost vlhkosti. V literatuře se udává v gramech vody, která prostoupila skrz bariérový film za den vztaženou k její ploše a tloušťce. Pro účely této práce, kde byla s propustností zároveň měřena migrace, byl zvolen odlišný způsob měření. Ke kontaktům vzorků bylo přivedeno stejnosměrné napětí 9 V a vzorky byly umístěny do vlhkostní komory. V daných časových úsecích pak byly měřeny hodnoty odporu, které se měnily vlivem vlhkosti. Pro detekci vlhkosti byla zvolena organická vrstva Ftalocyaninu, u které dochází k chemické reakci nebo případně změně fyzikální struktury látky při interakci páry se senzitivní vrstvou. Citlivost změny je ovlivněna koncentrací Ftalocyaninu a rozpouštědla, v případě této práce demivody. Zvolen byl Ftalocyanin právě pro svou vhodnou hodnotu impedance, tak i vhodný rozsah její změny. Zároveň u všech vzorků při výskytu vlhkosti a stejnosměrném napětí na elektrodách dochází k migraci, kdy ionty kovu migrují od jedné elektrody k druhé. Elektromigrace je přemístění materiálu způsobené postupným pohybem iontů ve vodiči v důsledku hybnosti mezi vodivými elektrony a atomy kovu. Tento efekt má vliv zejména v aplikacích, kde se používají vysoké hodnoty proudové hustoty. Při snaze miniaturizace elektroniky se tento jev uplatňuje zejména v mikroelektronice při používání úzkých vodivých cest. V elektronice je snaha o zmenšení struktur, jako například u integrovaných obvodů. Význam elektromigrace roste, čím je užší vodivá cesta a vyšší proudová hustota. Tím dojde k omezení odporu, v krajním případě ke zkratu mezi elektrodami. Právě konformními povlaky je snaha zabránit vzniku migrací mezi elektrodami. Následující Tab. 17 zobrazuje změnu odporu v závislosti na čase.

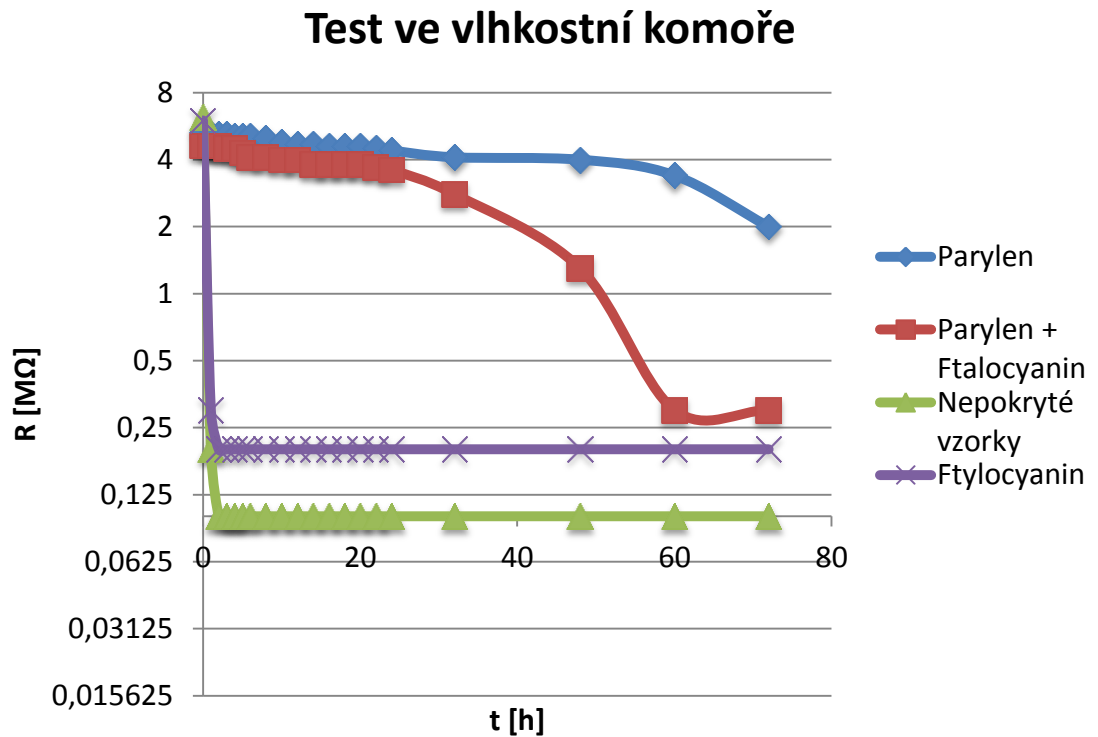
Testovány byly vzorky pokryté Ftalocyaninem, Parylenem, Ftylocyaninem i Parylenem a vzorky nepokryté. [6, 20, 21]

Tab. 17 Změřené hodnoty odporu při vystavení vzorků vlhkostní komoře

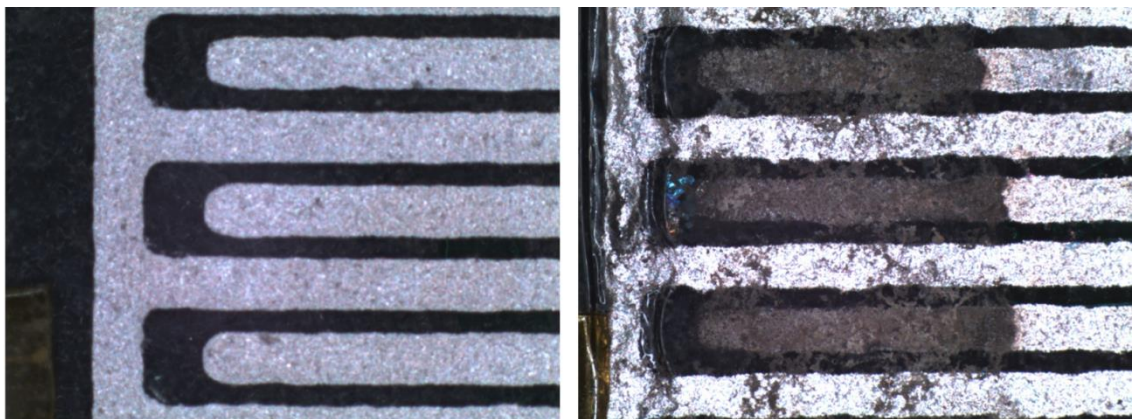
Průměr vzorků		Průměr vzorků		Průměr vzorků		Průměr vzorků	
Parylen		Parylen + Ftalocyanin		Nepokryté vzorky		Ftylocyanin	
Čas [h]	R [MΩ]	Čas [h]	R [MΩ]	Čas [h]	R [MΩ]	Čas [h]	R [MΩ]
0	5,3	0	4,6	0	6,2	0	6
1	5,2	1	4,6	1	0,2	1	0,3
2	5,2	2	4,6	2	0,1	2	0,2
3	5,2	3	4,5	3	0,1	3	0,2
4	5,1	4	4,5	4	0,1	4	0,2
5	5,1	5	4,3	5	0,1	5	0,2
6	5,1	6	4,1	6	0,1	6	0,2
8	5	8	4,1	8	0,1	8	0,2
10	4,8	10	4	10	0,1	10	0,2
12	4,7	12	4	12	0,1	12	0,2
14	4,7	14	3,8	14	0,1	14	0,2
16	4,6	16	3,8	16	0,1	16	0,2
18	4,6	18	3,8	18	0,1	18	0,2
20	4,6	20	3,8	20	0,1	20	0,2
22	4,5	22	3,7	22	0,1	22	0,2
24	4,4	24	3,6	24	0,1	24	0,2
32	4,1	32	2,8	32	0,1	32	0,2
48	4	48	1,3	48	0,1	48	0,2
60	3,4	60	0,3	60	0,1	60	0,2
72	2	72	0,3	72	0,1	72	0,2

Z naměřených hodnot byl vytvořen *Graf 11*, ve kterém lze vidět účinek Parylenu. U vzorků, kde nebyl použit Parylen lze vidět pokles odporu téměř okamžitě. Důvodem je vytvoření dendrit mezi elektrodami vlivem migrace stříbra. Ty se vytvářejí okamžitě, jak ukázal test, kdy na vzorek s přiloženým napětím bylo aplikováno malé množství vody. Vzniklé dendrity bylo možné rozeznat okem během první minuty a jsou zobrazeny v příloze. Dendrity nám tedy signalizují průnik vlhkosti k elektrodám. U vzorků s ochrannou vrstvou Parylenu byl zaznamenán markantní pokles odporu až po 50ti hodinách. U vzorků s Parylenem i Ftalocyaninem již po 24 hodinách. Vliv na výslednou dobu bez poklesu impedance má zejména homogenita vrstvy. V případě, že vrstva obsahuje mikrotrhliny, doba propustnosti vlhkosti razantně klesá a společně s ní i odpor mezi elektrodami. *Obr. 26* zobrazuje migraci, která nastala v průběhu testování v mlžné komoře s přiloženým napětím

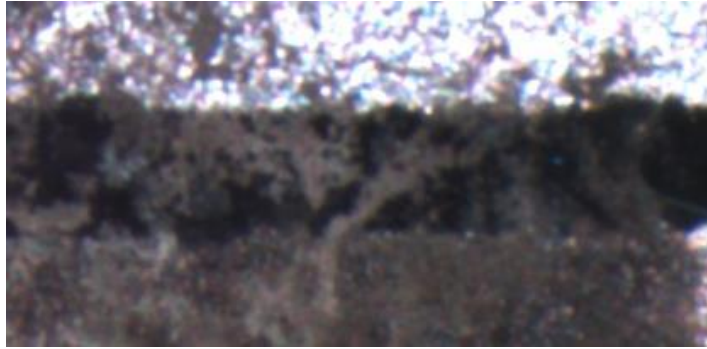
$U = 9 \text{ V}$. U vzorků pokrytých Parylenem lze vidět, že k migraci nedošlo ani po 48 hodinách, kdy je vzorek bez dendritů. Na Obr. 27 jsou přiblíženy dendrity ze vzorku pokrytého Parylenem po 72 hodinách testování.



Graf 11 pokles odporu ve vlhkostní komoře

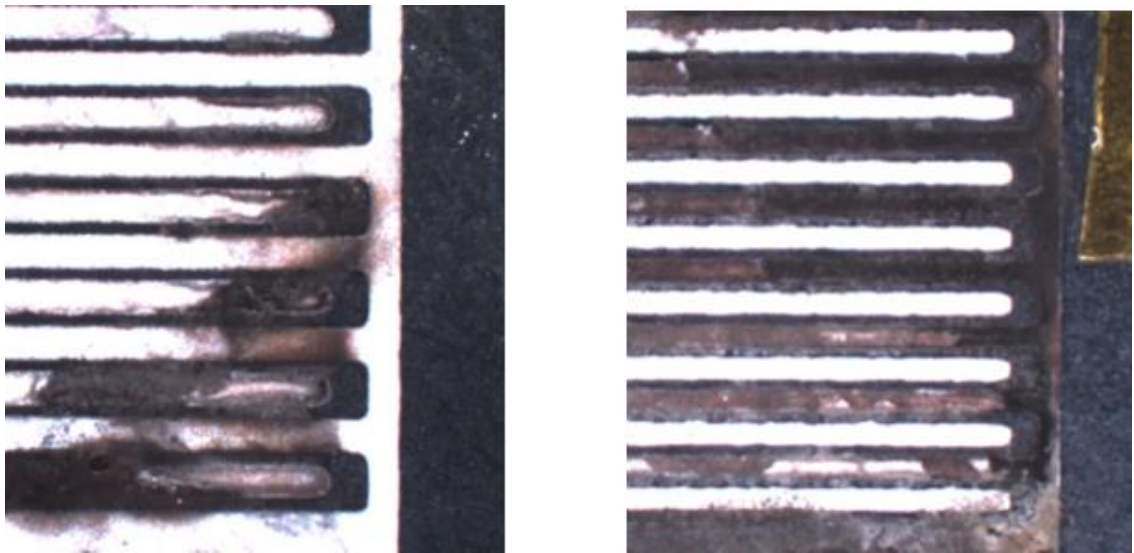


Obr. 26 Vlhkostní komora- vlevo IDE s Parylenem po 48h, vpravo IDE s Parylenem po 72h



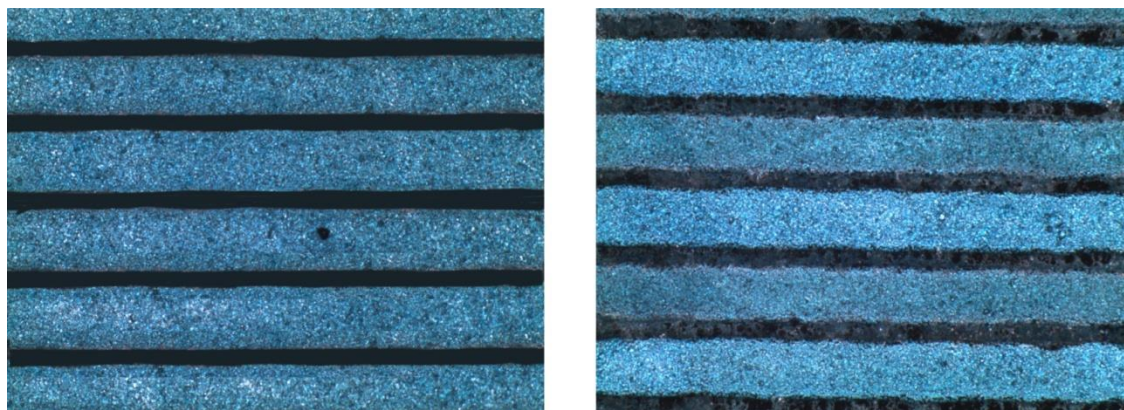
Obr. 27 Dendrity vytvořené mezi elektrodami

Pro porovnání jsou na *Obr. 29* zobrazeny vzorky bez vrstvy Parylenu. Na první pohled lze rozeznat vliv migrace již po dvou hodinách působení vlhkostní komory na vzorek.

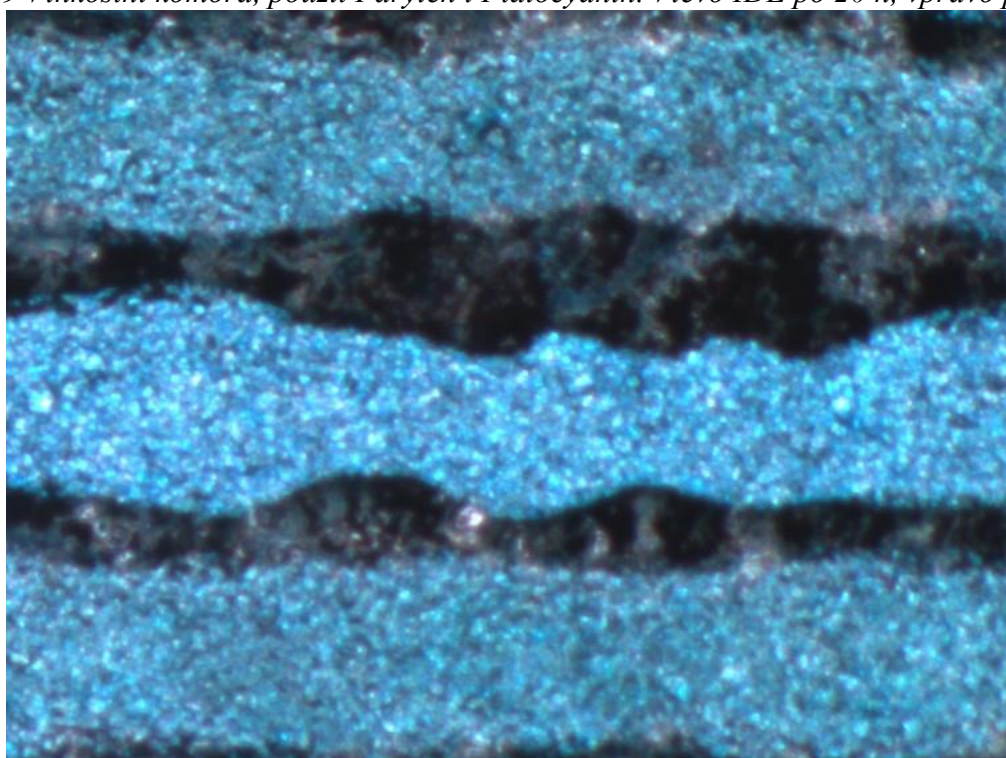


Obr. 28 Vlhkostní komora- vlevo IDE bez Parylenu po 2 h, vpravo IDE bez Parylenu po 4 h

Vzorky s vrstvou Ftalocyaninu byly migrací postiženy dříve a dendrity byly rozloženy po celém obsahu struktury IDE. Důvodem je rozložení vlhkosti v celém objemu naneseného Ftalocyaninu. Vrstva Ftalocyaninu v kombinaci s Parylenem je na *Obr. 29*. Přibližný pohled nabízí *Obr. 30*.



Obr. 29 Vlhkostní komora, použit Parylen i Ftalocyanin. Vlevo IDE po 20 h, vpravo po 40 h



Obr. 30 Detailní pohled na IDE s Parylenem a Ftalocyaninem po 40 h ve vlhkostní komoře

Závěr

Cílem předložené diplomové práce je ověřit vlastnosti Parylenu udávané výrobcem a najít jiný způsob měření, než je udáván standardy a využíván při testování veškerých testovaných vlastností. Hlavním důvodem hledání alternativního měření vlastností je cena, která je pro většinu zákazníků potřebujících využít některý z konformních povlaků primární vstupní informaci při výběru.

Testováno bylo celkem šest vlastností. První z nich bylo měření kapacity před a po nanesení vrstvy Parylenu. Toto měření probíhalo pouze na strukturách IDE a výsledkem bylo zvýšení kapacity po nánosu Parylenu 2,4 krát oproti vzorkům bez Parylenu. Kapacita byla navýšena vlivem nahrazení vzduchu za Parylen, tedy za téměř 3x vyšší hodnotu relativní permitivity. Hodnota kapacity je dále ovlivněna materiálem nosného substrátu. Důvodem nepřesnosti může být nečistota vzorků, která zhoršuje v práci zmiňovanou adhezi. Adheze patří k nejvíce řešeným problémům Parylenu a na jejím vývoji se pracuje neustále.

Druhou testovanou vlastností byla dielektrická konstanta neboli relativní permitivita. Ta byla měřena nepřímo přes kapacitu a následně dopočítána. Dielektrická konstanta udávaná výrobcem je 2,95 pro Parylen C při frekvenci $f = 1$ Mhz. Pro tuto frekvenci probíhalo měření na MRP i strukturách IDE. Relativní permitivita měřených MRP dosahovala hodnoty $\epsilon_r = 3$, což je hodnota o 0,05 vyšší, než udává výrobce. Blízkých hodnot bylo dosaženo i při měření na strukturách IDE, kde u vzorků s šířkou čar a mezer 200 μm bylo dosaženo přesnosti $\pm 9,6\%$ od změřené hodnoty na MRP, tedy od relativní permitivity $\epsilon_r = 3$. U rozměrů čar a mezer 300 a 500 μm bylo dokonce dosaženo přesnosti 4,5 %, lze je proto označit za vhodné vzorky pro testování relativní permitivity, případně pro měření kapacity. Pro přesnější měření by bylo vhodné zvolit strukturu s mezerou 1 mm mezi dvěma elektrodami zejména pro eliminaci vlivu nepřesnosti tisku. V případě této práce byly jednotlivé vzorky změřeny pod mikroskopem a následně dle změřených rozměrů dopočítány přesné hodnoty relativní permitivity. U vzorků tištěných sítotiskem s navrženou šířkou mezery 200 μm bylo v některých případech naměřeno pouhých 50 μm , v extrémních případech byly elektrody dokonce vyzkratované. Vybrány proto byly vzorky tisknuté pomocí AJP.

Třetí test se zabýval odolností vrstvy Parylenu v solném roztoku. Pro toto měření byly vybrány struktury vodivých drah. Jejich výhodou je možné prohnutí a ponoření jen potřebné

části do roztoku, přičemž kontakty zůstávají umístěné mimo solný roztok. Při testování na vzorcích nepokrytých Parylenem nebo s vrstvou Ftalocyaninu nastal prudký pokles impedance vlivem vytvoření vodivého prostředí ponořením do roztoku, před kterým nebyly elektrody nijak chráněny. Vzorky pokryté Parylenem s nanesenou vrstvou Ftalocyaninu prokázaly pokles impedance po 24 hodinách a plynule po dobu dalších 30ti hodin klesala na hodnotu stovek kiloohmů. Vzorky pokryté Parylenem zaznamenaly první mírné poklesy po 26 hodinách a po dobu dalších 22 hodin klesala impedance postupně z 5 M Ω na 3 M Ω . Výsledkem tedy je, že Parylen úspěšně chránil vzorek proti průniku solného roztoku po dobu jednoho dne. Poté začala tekutina pronikat k elektrodám a postupně měnit jejich odpor.

Čtvrté měření bylo zaměřeno na dielektrickou pevnost. Parylen prokázal, že i při tenkých vrstvách povlaku vykazuje výborné hodnoty dielektrické pevnosti. Dielektrická pevnost byla měřena pomocí zjišťování hodnoty průrazného napětí, které bylo následně vztaženo na šířku Parylenu podle druhé Maxwellovy rovnice. Měření na MRP prokázalo při tloušťce vrstvy 13,6 μm hodnotu průměrného průrazného napětí $U_p = 2875 \text{ V}$, po přepočtu na dielektrickou pevnost $E_p = 2,11 * 10^5 \text{ V/mm}$. Dielektrická pevnost deklarovaná výrobcem je $E_p = 2,2 * 10^5 \text{ V/mm}$. Nižší hodnota může být následkem nečistot způsobující nedokonalou adhezi Parylenu.

Pátým, předposledním měřením, bylo měření rezistivity. Rezistivita MRP byla měřena pomocí měřicího přístroje Keithley 8009 při přednastavené tloušťce nanesené vrstvy Parylenu. Hodnoty objemové rezistivity pro MRP vycházely v průměru $R = 8,8 * 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$, stejně jako hodnoty udávané firmou SCS. Strukturu IDE 200 μm vlivem vysoké nepřesnosti naměřených výsledků využít nelze. Je však možné použít strukturu IDE pro rozměry 500 a 300 μm s přesností 15%. Přesnost byla určena největší odchylkou od hodnoty udávané výrobcem.

Poslední částí je měření propustnosti vlhkosti a migrace stříbra. Při této části experimentu byl měřen měnící se odpor mezi elektrodami vlivem měnící se vlhkosti na vzorcích umístěných v mlžné komoře při napětí na elektrodách $U = 9 \text{ V}$. U vzorků nepokrytých Parylenem klesl odpor okamžitě po vystavení vzorků vlhku. U vzorků s Parylenem a vrstvou Ftalocyaninu odpor klesal po 24 hodinách, kdy začala pronikat vlhkost k Ftalocyaninu a ten s přibývajícím vlhkostí měnil svůj odpor. Ve stejném čase byl zaznamenán i pokles impedance

u vzorků bez Ftalocyaninu pokrytých Parylenem. Pokles byl méně strmý. Strmější pokles odporu nastal až po 32 hodinách.

Navržené struktury IDE aplikované pro tuto práci je vhodné použít pro měření kapacity a s ní související relativní permitivity, kde dosahovali dobré přesnosti. Vhodné se prokázaly také pro orientační měření rezistivity, kde dosáhly přesnosti 15%. Pro obě měření by bylo vhodnější použít strukturu kondenzátoru s větší mezerou mezi elektrodami. Došlo by k eliminaci nepřesností tisku, které provázely celou práci a zjednodušily počty při vhodném zvolení mezery (například 1mm). Návrh takového motivu je přiložen v příloze na *Obr. 31*. Optimální volbou však byly struktury IDE při měření vlhkosti ať už v mlžné komoře, nebo ponorem v solném roztoku. Vlhkost zpravidla proniká pouze na malé části vzorku (například vlivem mikrotrhliny) a tím, že je umístěno více prstů elektrod na jednom vzorku, je zajištěna rychlejší odezva, ať už pronikne vlhkost na kterémkoli místě. Ftalocyanin zajišťuje citlivější odezvu na výskyt kapaliny v podobě změn elektrických vlastností. Z mlžné komory je možné vidět místo průniku vlhkosti díky vytvořeným dendritům mezi elektrodami stříbra.

Navržené struktury vodivých drah je vhodné aplikovat tam, kde je možné ponořit pouze část vzorku. Při natištěném vzoru na flexibilním substrátu lze vzorek snadno mírně ohnout a ponořit jen prohnutou část do požadované kapaliny. Vhodný je i pro testování migrace stříbra, která může nastat po celé jeho délce.

Naměřené hodnoty se přiblížily k hodnotám deklarovaným výrobcem. Nižší hodnoty jsou způsobeny již zmiňovanými nečistotami a s nimi spojenou zhoršenou adhezí. Udávané parametry, které Parylen staví mezi nejlepší jednovrstvé konformní povlaky, byly potvrzeny s mírnými odchylkami, které jsou v práci udány přesností.

Jak bylo již zmíněno dříve, v rámci práce probíhala spolupráce s americkou firmou SCS. Firma zajistila pokrytí vytvořených vzorků včetně přidání adheziv. Experimentální část práce, zejména vyhodnocení měření, je proto sepsána i v anglickém jazyce a přiložena v elektronické příloze na CD.

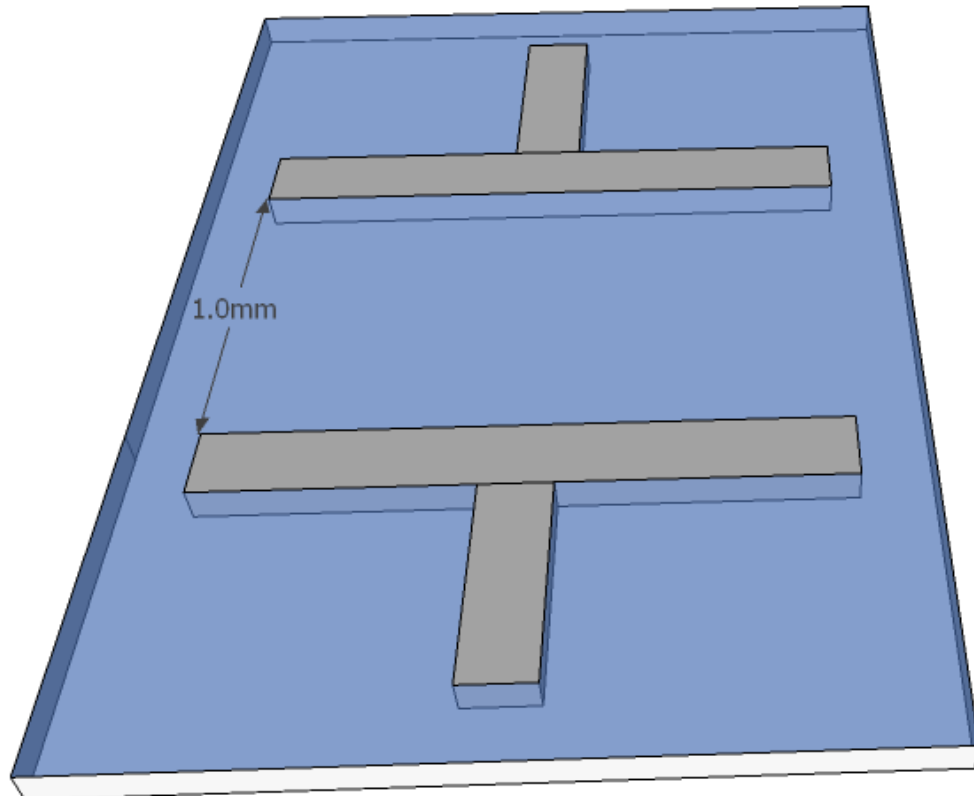
Seznam literatury a informačních zdrojů

- [1] CANTATORE, Eugenio ed. *Applications of organic and printed electronics: a technology-enabled revolution..* New York: Springer: 2013. 180s. ISBN 978-1-4614-3159-6.
- [2] GAMOTA, Daniel, ed. et al. *Printed organic and molecular electronics.* Boston: Kluwer Academic Publishers, 2004. 695 s. ISBN 1-4020-7707-6.
- [3] WONG, William S., ed. a SALLEO, Alberto, ed. *Flexible electronics: materials and applications.* New York: Springer, 2009. 462 s. ISBN 9780387743622.
- [4] MENČÍK, Přemysl. *Příprava poly-para-xylylenových vrstev a charakterizace jejich vlastností.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2012.
- [5] SCS Parylene Coatings. In: SCS Parylene Coatings [online]. 2014. Specialty Coatings Systems. [cit. 27.7.2015]. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [6] MELICHAR, Bohuslav. *Ochrana komponent organické elektroniky proti vnějším vlivům.* Plzeň, 2015. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická.
- [7] WADHVANI, Sailendra. *Parylene Coatings and Applications.* Paint & Coatings industry. 2006, vol. 22, iss. 10, s. 32-38, 40, 42-44. ISSN 08843848.
- [9] LICARI, James J. *Coating materials for electronic applications: polymers, processes, reliability, testing.* Norwich, NY: Noyes Publications/William Andrew Publ., 2003. ISBN 0815514921.
- [10] CHEN, Tsai-Ning. *Improvements of Permeation Barrier Coatings Using Encapsulated Parylene Interlayers for Flexible Electronic Applications, Plasma Processes and Polymers.* 2007, , 180-185.
- [11] CICOIRA, F. a Clara SANTATO. *Organic electronics: emerging concepts and technologies.* Weinheim an der Bergstrasse, Germany: Wiley-VCH, c2013.
- [12] KLAUK, Hagen. *Organic electronics: materials, manufacturing and applications.* Weinheim: Wiley-VCH, c2006. ISBN 3-527-31264-1.
- [13] Vrnata, M.; Vysloužil F. *Chem. Vodivostní senzor – M. Vrnata* [online]. c2006, [cit. 2011-04-09]. Dostupné z: <<http://www.vscht.cz/ufmt/cs/pomucky/vrnatam/docs/P1-1-1.pdf>>
- [14] KABEŠ, Karel. *Organická a tištěná elektronika dobývají svět.* Automa. 2011, roč. 17, č. 2, 3 s. 45-55. ISSN 1566-1199.
- [15] BAVIER, J., J. CUMINGS a D.R. HYNES. Transfer printing of patterned metal films using parylene C coated surfaces. *Microelectronic Engineering.* 2013, , 18-21. ISSN 0167-9317.
- [16] COSSEDDU, P. et al. High performance, foldable, organic memories based on ultra-low voltage, thin film transistors. *Organic Electronics.* 2014. ISSN 1566-1199.
- [17] KIM, Nanasu a Samuel GRAHAM. Development of highly flexible and ultra-low permeation rate thin-film barrier structure for organic electronic. *Thin Solid Films.* 2013, , 57-62. ISSN 0040-6090.
- [18] PENG, Boyu a Paddy K.L. CHAN. Flexible organic transistors on standard printing paper and memory properties induced by floated gate electrode. *Organic Electronics.* 2014, , 203-210. ISSN 1566-1199.
- [19] TAKEYA, J. et al. Materials and devices with applications in high-end organic transistors. *Thin solid films.* 2014, , 19-26. ISSN 0040-6090.
- [20] TARANDIOU, Tatiana et al. The dual role of Parylene C in chemical sensing: Acting as an encapsulant and as a sensing membrane for pH monitoring applications. *Sensors and Actuators.* 2013, , 1-8. ISSN 0925-4005.
- [21] TARANDIOU, Tatiana et al. Parylene C-Based Flexible Electronics for pH Monitoring. *Applications. Sensors.* 2014. ISSN 14248220.

- [22] TSAI-NING, Chen. Improvements of Permeation Barrier Coatings Using Encapsulated Parylene Interlayers for Flexible Electronic Applications. *Plasma Processes and Polymers*. 2007. ISSN 14248220..
- [23] WADHWANI, Sailendra. Parylene Coatings and Applications. *Paint & Coatings Industry*. 2006, , 32-38, 40, 42-44. ISSN 08843848.
- [24] WUU, D.-S., et al. Transparent Barrier Coatings for Flexible Organic Light-Emitting Diode Applications. *Chemical Vapor Deposition*. 2006, , 220-224.
- [25] *Flexible Electronics & Displays Conference and Exhibition: [proceedings]*. Piscataway, N.J.: Available from IEEE Service Center. ISSN 1947-1939.
- [26] Parylene Deposition Process In: SCS Parylene Coatings [online]. 2014 Specialty Coatings Systems. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [27] SCS Military Coatings In: SCS Parylene Coatings [online]. 2016 Specialty Coatings Systems. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [28] SCS Medical Coatings In: SCS Parylene Coatings [online]. 2016 Specialty Coatings Systems.. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [29] SCS Global Coverage In: SCS Parylene Coatings [online]. January 2016 Specialty Coatings Systems.. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [30] Automotive Coatings In: SCS Parylene Coatings [online]. 2016 Specialty Coatings Systems.. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [31] LED Coatings In: SCS Parylene Coatings [online]. 2013 Specialty Coatings Systems.. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [32] Precisioncoat Conformal Coating In: SCS Parylene Coatings [online]. 2014 Specialty Coatings Systems.. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [33] Parylene Dimers In: SCS Parylene Coatings [online]. 2007 Specialty Coatings Systems. Dostupné z: <http://scscoatings.com/>.
- [33] Opekar, F.: *Senzory*, VŠCHT Praha, s. 186-203, ISBN 978-80-86238-20-3.
- [34] MELICHAR, Bohuslav. *Výrobní technologie pro tištěnou a flexibilní elektroniku*. Plzeň 2013. Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická, Katedra technologií a měření.
- [35] HORMADALY, Jacob.; PRUDENYIATI, Maria. *Printed films: Materials science and applications in sensors, electronics and photonics*. Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials.

Přílohy

Návrh vzorku pro testování dielektrické konstanty a dielektrické pevnosti



Obr. 31 Návrh struktury pro vhodné měření dielektrické konstanty i pevnosti

Tabulky naměřených kapacit vzorků

Tab. 18 Kapacita IDE struktur 500 μm

Frekvence	f = 10 kHz		f = 1 MHz		f = 2 MHz	
	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ
PET ₅₀₀ 1	142,7	1,8	142,4	0,031	141,8	0,019
PET ₅₀₀ 2	159,9	1,83	159,6	0,032	159	0,021
PET ₅₀₀ 3	160	1,81	159,7	0,031	159,1	0,019
PET ₅₀₀ 4	138,9	1,83	138,6	0,029	138	0,017
PET ₅₀₀ 5	158,4	1,83	158,1	0,031	157,5	0,021
KAP ₅₀₀ 1	172,6	1,79	172,3	0,025	171,7	0,013
KAP ₅₀₀ 2	181,4	1,82	181,1	0,018	180,5	0,003
KAP ₅₀₀ 3	150,2	1,81	149,9	0,017	149,3	0,005
KAP ₅₀₀ 4	148,6	1,79	148,3	0,019	147,7	0,001
KAP ₅₀₀ 5	161,4	1,78	161,1	0,018	160,5	0,003

Tab. 19 Kapacita IDE struktur 300 μm

Frekvence	f = 10 kHz		f = 1 MHz		f = 2 MHz	
Vzorek	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ
PET ₃₀₀ 1	186,7	1,81	186,1	0,034	185,7	0,023
PET ₃₀₀ 2	208	1,81	207,4	0,034	207	0,024
PET ₃₀₀ 3	176,2	1,82	175,6	0,034	175,2	0,023
PET ₃₀₀ 4	191,4	1,81	190,8	0,034	190,4	0,024
PET ₃₀₀ 5	169,5	1,82	168,9	0,035	168,5	0,026
KAP ₃₀₀ 1	201,4	1,84	200,8	0,024	200,4	0,012
KAP ₃₀₀ 2	157,6	1,18	157	0,013	156,6	0,012
KAP ₃₀₀ 3	164,3	1,81	163,7	0,028	163,3	0,019
KAP ₃₀₀ 4	181,1	1,8	180,5	0,027	180,1	0,016

Tab. 20 Kapacita IDE struktur 200 μm

Frekvence	f = 10 kHz		f = 1 MHz		f = 2 MHz	
Vzorek	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ	Cp [pF]	φ
PET ₃₀₀ 1	197,5	1,83	197	0,04	196,7	0,03
PET ₃₀₀ 2	154,8	1,8	154,3	0,08	154	0,08
PET ₃₀₀ 3	164,6	1,83	164,1	0,04	163,8	0,03
PET ₃₀₀ 4	175,5	1,8	175	0,04	174,7	0,03
KAP ₃₀₀ 1	176	1,8	175,5	0,003	175,2	0,013
KAP ₃₀₀ 2	184	1,8	183,5	0,002	183,2	0,017
KAP ₃₀₀ 3	177	1,8	176,5	0,002	176,2	0,003

Tab. 21 Kapacita plošných desek

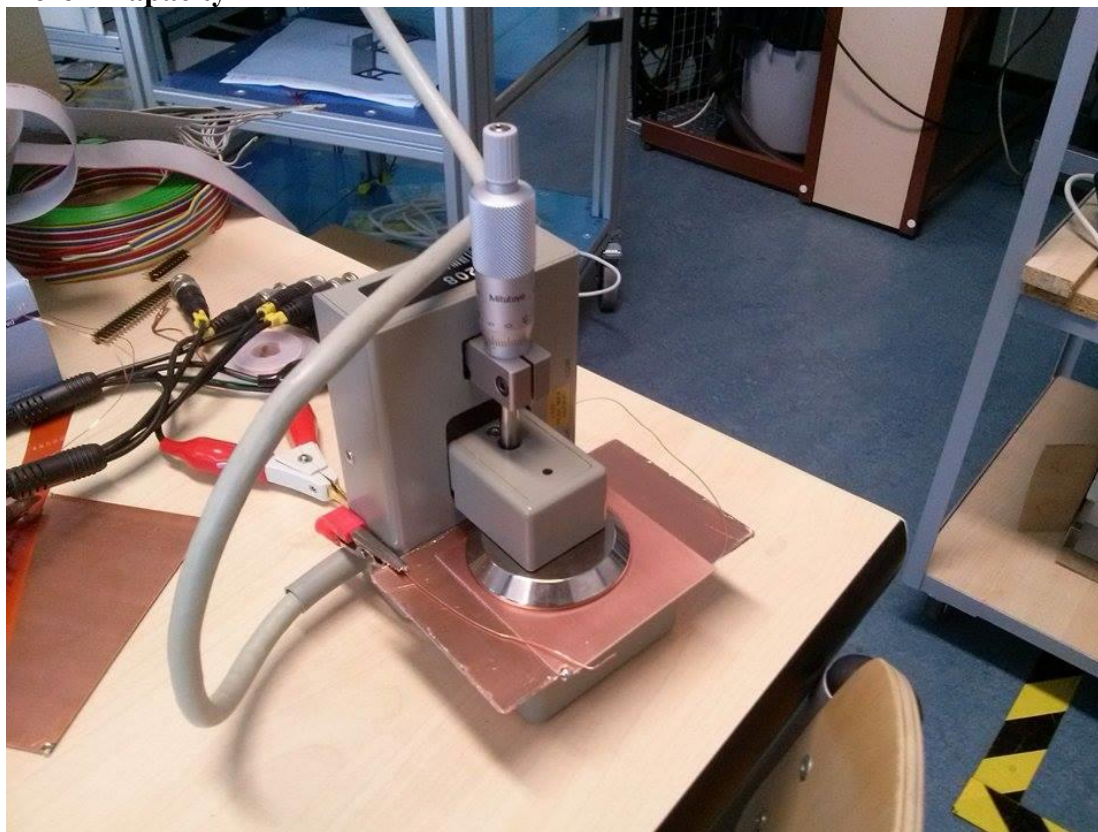
Frekvence	f = 100 Hz		f = 10 kHz		f = 1 MHz	
Vzorek	Cp [nF]	φ	Cp [nF]	φ	Cp [nF]	φ
1A	144,5	0,01	139,6	0,007	129,4	0,002
1B	181,7	0,009	176,6	0,007	174,1	0,0002
2A	148,6	0,008	146,2	0,005	144,3	0,0006
2B	155,5	0,011	150,4	0,007	148,5	0,0017
3A	161,6	0,012	157,4	0,007	156	0,0003
3B	169,3	0,009	164,4	0,006	161,7	0,0005
4A	163,9	0,009	159,8	0,006	156,5	0,0025
4B	135,2	0,007	132,4	0,005	130,8	0,0002
5A	185,4	0,012	183,4	0,008	180,8	0,0001
5B	145,5	0,011	141,4	0,006	139,1	0,0003
6A	135,4	0,005	132,8	0,004	131,4	0,0005
6B	149,1	0,008	145,8	0,005	143,9	0,00009
7A	129,4	0,012	125,2	0,008	123,7	0,0031
7B	140,3	0,01	133,7	0,007	130,3	0,00001
8A	163	0,032	155,4	0,006	153,3	0,0004
8B	186,8	0,011	182,2	0,006	180,1	0,0005
9A	163,4	0,007	160,1	0,005	157,4	0,0001
9B	180,9	0,01	172,8	0,007	168,6	0,0017

Měření ve vlhkostní komoře při použití dvanácti nezávislých zdrojů



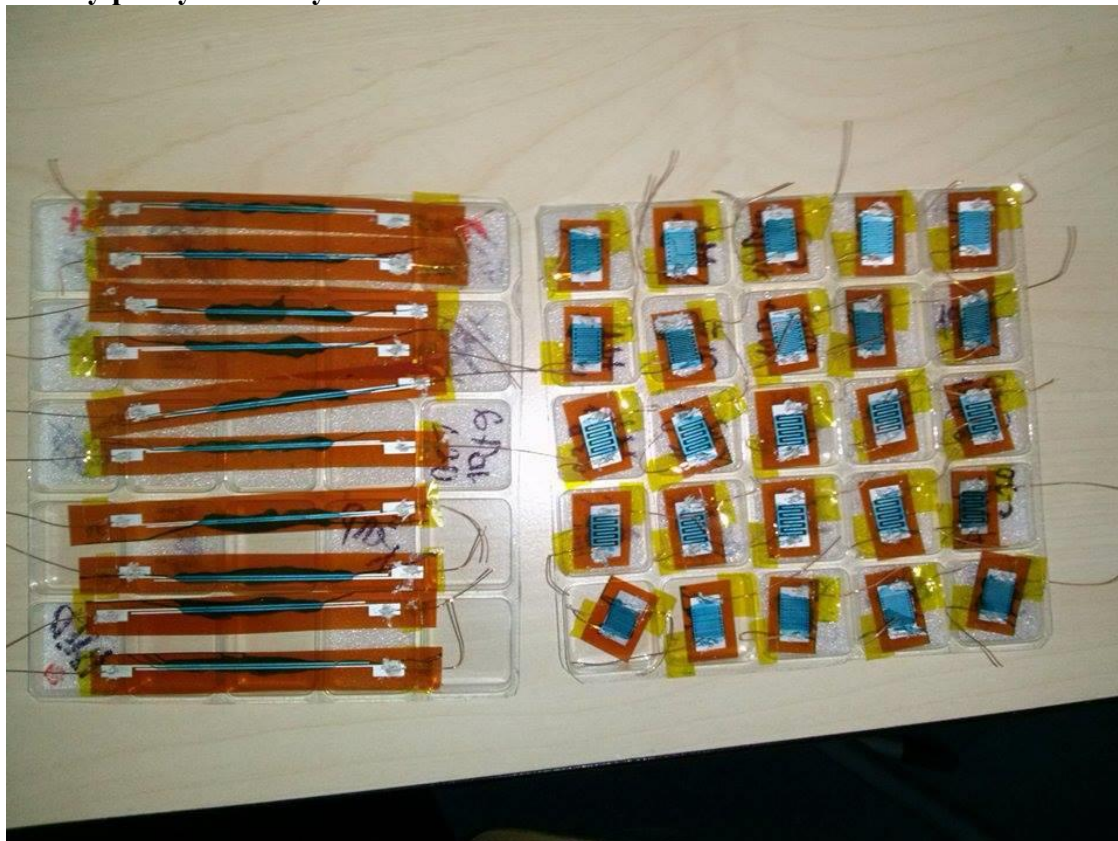
Obr. 32 Nezávislé zdroje napájející vzorky ve mlžné komoře

Měření kapacity



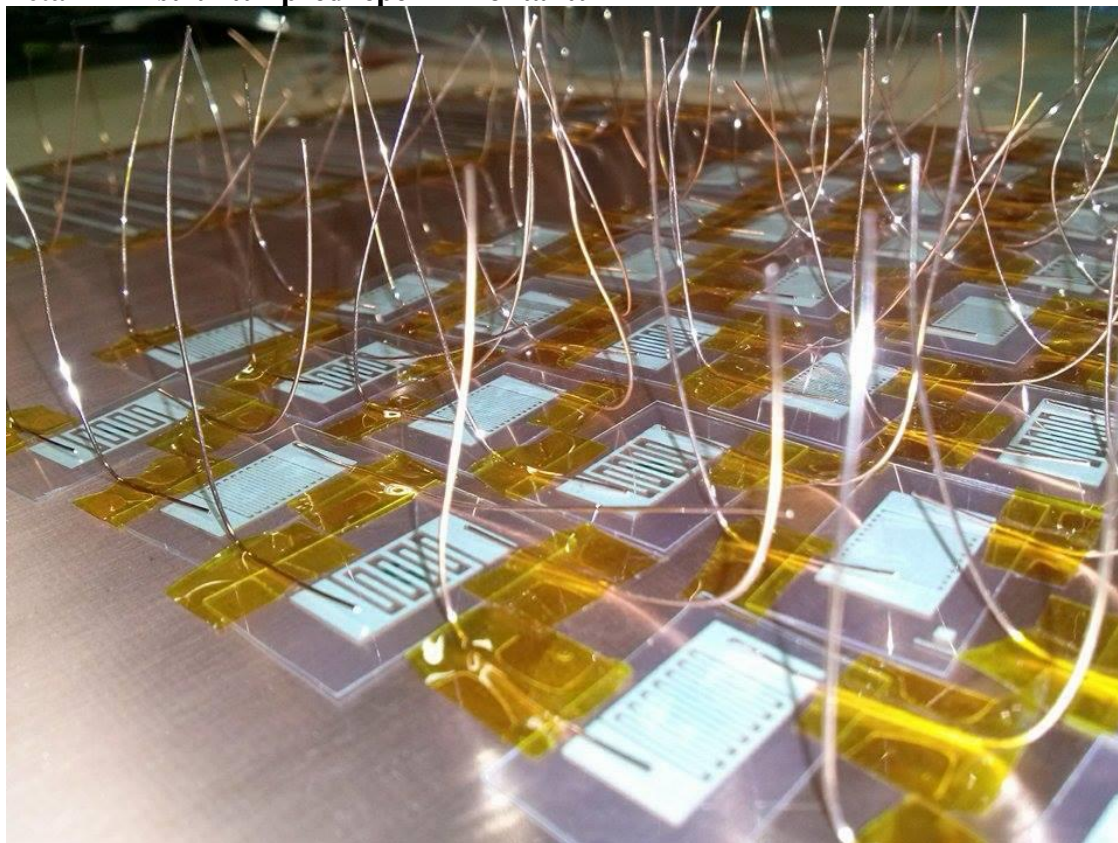
Obr. 33 Měření kapacity plošných desek pomocí tříelektrodového MP

Vzorky pokryté Ftalocyaninem



Obr. 34 Vzorky pokryté Ftalocyaninem

Detail IDE struktur před lepením kontaktů



Obr. 35 Detail na IDE struktury tisknuté sitotiskem před přilepením kontaktů

Použité měřicí přístroje*Tab. 22 Použité měřicí přístroje*

	Model	Evidenční číslo
Elektrometr Keithley	6517A	21184
Měřicí přístroj rezistivity	8009 Rezistivity test fixture	0887961
Multimetr metex	M-3800	187897
LCR metr Keysight	E4980A	52698