

UNIVERZITET U BEOGRADU  
TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET

Mr Tatjana A. Đakov

**POLIIMIDNE KONZOLE ZA PRIMENU U  
MIKRO-ELEKTRO-MEHANIČKIM  
(MEMS) SISTEMIMA**

Doktorska disertacija

Beograd, 2016

UNIVERSITY OF BELGRADE  
FACULTY OF TECHNOLOGY AND METALLURGY

Mr Tatjana A. Đakov

**POLYIMIDE STRUCTURES  
FOR MICRO-ELECTRO-MECHANICAL  
SYSTEM (MEMS) - BASED APPLICATIONS**

Doctorial Dissertation

Belgrade, 2016

MENTORI:

---

Dr Ivanka Popović, redovni profesor  
Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Dr Ljubinka Rajaković, redovni profesor  
Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

Članovi komisije:

---

Dr Vesna Radojević, redovni profesor  
Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Dr Melina Kalagasidis Krušić, vanredni profesor  
Univerziteta u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet

---

Dr Vesna Jović, naučni savetnik Univerziteta u  
Beogradu, Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju

**Datum odbrane** \_\_\_\_\_

*Saši, Dudi i Dolici*

*Ova doktorska disertacija urađena je na Katedri za organsku hemijsku tehnologiju Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu i Micro and Nano Technology Centre, Rutheford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir, Velika Britanija. Koristim ovu priliku da se zahvalim svima koji su pomogli oko njene realizacije.*

*Zahvalnost dugujem mentorima, dr Ivanka Popović i dr Ljubinku Rajaković, redovnim profesorima Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu na stručnim savetima koji su doprineli kvalitetu ovog rada.*

*Dr Ivanka Popović, koja me je uvela u svet polimernog inženjerstva, zahvaljujem na dugogodišnjoj saradnji, ukazanom poverenju i neograničenoj slobodi u istraživačkom radu.*

*Dr Ljubinku Rajaković, zahvaljujem na razumevanju i nesebičnoj podršci, kao i na korisnim sugestijama koje mi je dala posebno u toku pisanja rada.*

*Svim članovima Komisije se zahvaljujem što su se rado prihvatili ocene ovog rada.*

*Mom bratu dr Vladislavu Đakovu se zahvaljujem na bezrezervnoj podršci, kreativnim i inspirativnim razgovorima, pomoći i optimizmu i veri u mene.*

*Dr Katarini Trivunac hvala na prijateljstvu, angažovanju i konstruktivnim savetima tokom izrade ovog rada.*

*Mojoj porodici i prijateljima najtoplije hvala na strpljenju i ljubavi.*

*Na kraju, svima koji nisu pomenuti a na bilo koji način su doprineli ovom radu ovim putem se srdačno zahvaljujem.*

# POLIIMIDNE KONZOLE ZA PRIMENU U MIKRO-ELEKTRO-MEHANIČKIM SISTEMIMA (MEMS)

## REZIME

U okviru ove doktorske disertacije proučena je i eksperimentalno ispitana mogućnost primene tankih polimernih filmova kao zamene za silicijum kod bimorfnih MEMS struktura. Ponašanje deformabilnih bimorfnih MEMS struktura (oblik, položaj u mirovanju i u stanju pobude) veoma zavisi od termomehaničkih karakteristika samih strukturnih materijala, a koje samim tim imaju uticaja i na vreme odziva, efikasnost i primenjenu snagu i/ili osetljivost. Prvi put su u radu ispitivane toplotne karakteristike (koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , i temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ ) tankih poliimidnih filmova (2  $\mu\text{m}$  - 10  $\mu\text{m}$ ) u zavisnosti od debljine filma i procesnih parametara (temperature umrežavanja, kao i temperaturnog profila koji je korišćen pri umrežavanju polimera). Na osnovu eksperimentalnih podataka izvedene su korelacije između debljine filma i koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , kao i temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Pomoću toplotnih karakteristika PI filmova izvršena je simulacija, funkcionalizacija i modelovanje nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa metal - poliimid i poliimid - poliimid.

U prvom delu doktorske disertacije optimizovan je postupak dobijanja tankih PI filmova spin tehnikom, na osnovu čega su napravljene serije tankih poliimidnih (PI) filmova tačno definisanih debljina (2 - 10  $\mu\text{m}$ ) uz variranje temperature umrežavanja (275°C - 375°C, sa korakom od 25°C), u dva temperaturna režima zagrevanja filma do krajnje temperature na kojoj se odvija umrežavanje (linearni i stepenasti profil). Debljina PI filmova je određena pomoću uređaja Filmetrics F20. Korišćenjem optičkog mikroskopa je određen kvalitet umreženih filmova. Stepem imidizacije PI filmova je praćen FTIR spektroskopijom. Površina svih PI filmova je snimljena pomoću AFM tehnike u kontaktnom režimu (2D i 3D). Toplotna svojstva tankih poliimidnih filmova (koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ ) su određena korišćenjem termomehaničke analize (TMA). Temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , je takođe određena i pomoću nove metode - lokalne termo analize (LTA), a rezultati su upoređeni sa rezultatima koji su dobijeni pomoću standardne TMA analize.

U drugom delu doktorske disertacije su na osnovu rezultata ispitivanja toplotnih karakteristika tankih poliimidnih filmova optimizovani procesni parametri, i urađena je simulacija, funkcionalizacija, modelovanje i fabrikacija nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa zlato-poliimid (Au - PI) i poliimid-poliimid (PI - PI). Softverski programski paket Intellisuite & ThermoElectroMechanical (TEM) - modelovanje za mikro-elektro-mehaničke sisteme (MEMS), koji se zasniva na metodi konačnih elemenata je korišćen za simulacije mikrokonzola sa ciljem da se dobije preliminarna procena novih materijala koji su predloženi za dizajn mikrokonzola. Pomoću optičkog mikroskopa određen je početni otklon mikrokonzola. Termičko testiranje bimorfnih mikrokonzola se sastojalo iz ispitivanja statičkog i dinamičkog odziva Au-PI i PI-PI struktura. Statički odziv mikrokonzola je praćen pomoću dve metode, a rezultati su upoređeni. Prva metoda se zasniva na praćenju pomeraja mikrokonzola pomoću laserskog zraka, pri čemu su urađene serije merenja rastojanja rasute svetlosti u temperaturnom intervalu od 25°C do 100°C. Druga metoda se zasniva na merenju pomeraja pomoću digitalne kamere koja je montirana na fotocev optičkog mikroskopa. Eksperimentalna aparatura, kao i procesiranje slika je kompjuterski kontrolisano pomoću LabView softverskog paketa. Postavljen je analitički model za statički i dinamički odziv bimorfnih konzola pri toplotnoj pobudi i rezultati dobijeni eksperimentalno su upoređeni sa rezultatima dobijenim iz analitičkog modela.

Rezultati predstavljeni u okviru ove doktorske disertacije omogućavaju proširivanje fundamentalnih znanja o polimernim materijalima, sagledavanje uticaja debljine PI filma, temperature umrežavanja i temperaturnog profila umrežavanja na toplotna svojstva tankih PI filmova i primenu nove tehnike (LTA) za određivanje temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Odabrani tanki PI filmovi pokazali su se kao adekvatna zamena za silicijum kod bimorfnih MEMS struktura čime se otvara mogućnost razvoja nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa metal - poliimid i poliimid - poliimid. Ovi materijali, čije je procesiranje ekonomski povoljnije, a pogodni su da se kao fleksibilni supstrati integrišu u novu generaciju nosivih senzora, elektronike i medicinske dijagnostike, poseduju veliki potencijal za primenu kod sledeće nove generacije MEMS uređaja.

**Ključne reči:** Tanki polimerni filmovi, poliimid, mikro-elektro-mehanički sistemi (MEMS), bimorfne strukture

**Naučna oblast:** Hemija i hemijska tehnologija

**Uža naučna oblast:** Polimerno inženjerstvo

**UDK broj:** 57-327:66.095.261.2.624.01



# POLYIMIDE STRUCTURES FOR MICRO-ELECTRO-MECHANICAL SYSTEM (MEMS)-BASED APPLICATIONS

## ABSTRACT

This Ph.D. thesis studies and experimentally examines applicability of thin polymer films as structural substitutes for crystalline Si in bimorph MEMS structures. The two shapes (bi - morph) and transient state between the ON - OFF resting positions, that such deformable MEMS structures assume, largely depend on thermo-mechanical characteristics of the structural materials, influencing response time, efficiency and delivered force and/or sensitivity. For the first time, thermal characteristics (e.g. Coefficient of Thermal Expansion (CTE)  $\alpha$  and the Glass Transition Temperature  $T_g$ ) of truly thin ( $2\mu\text{m} - 10\mu\text{m}$ ) polyimide (PI) films have been examined and the relationship with respect to film thickness and film coating processing parameters (e.g. soft - baking and hard-baking temperature profiles) has been established. The correlations between the film thickness and respective CTEs -  $\alpha$ , as well as respective glass transition temperatures,  $T_g$ s have been experimentally established. Experimentally established thermo - mechanical characteristics of PI films were then used for software simulation, functionalisation and modelling of the next generation of bimorph microsensors and microactuators based on PI - metal and PI - PI architecture.

The first part of the thesis discuss thin-film spin process optimisation for obtaining thin PI films from liquid phase with high accuracy against set target thickness values ( $2\mu\text{m} - 10\mu\text{m}$ ) and varying hard-baking (cross - linking) temperature ( $275^\circ\text{C} - 375^\circ\text{C}$ ,  $25^\circ\text{C}$  step). Two different temperature profiles (linear and step) were used for reaching final, curing temperature plateau. The PI film thickness was measured on Filmetrics F20 system and high quality optical microscope was used for determining the quality of obtained coatings. In addition, FTIR spectroscopy is used for determining the degree of imidisation of said thin PI films. Finally, the topology of the surface (e.g. peak-valley roughness, deformities) was assessed using 2D and 3D AFM techniques. Standard Thermo-Mechanical Analysis (TMA) was used for determining CTEs ( $\alpha$ s) and

$T_{gs}$  and novel Local Thermo Analysis (LTA) of the  $T_{gs}$  was used for parallel comparison.

The second part of the thesis presents optimisation of thin PI film processing parameters based on the thermo - mechanical characteristics previously obtained. Simulation, functionalisation and modelling of gold-polyimide (Au - PI) and polyimide-polyimide (PI - PI) bimorph structures using software package IntelliSuite and FEM/FEA based ThermoElectroMechanical (TEM) modelling for MEMS was completed in order to establish the preliminary assessment of best polyimide-based structural layers suitable for next generation of microstructures with industrial applicability. For this purpose, microcantilevers, as simplest and most suitable testing artefacts, were designed and fabricated. Using high quality, large focus field metallurgic microscope starting out - of plane cantilever deflection was established, followed by thermo-mechanical activation and monitoring both transient and final, static position. Two methods were used for ascertaining cantilever static deflection: i) Indirect - Laser beam deflection of the top surface of the cantilever at varying ambient temperatures (25°C – 100°C); ii) Direct - Deflection tracking of the cantilever tip using digital camera set-up and LabView software package for analysis. Analytical model for static and dynamic response of bimorph cantilevers due to thermal excitation is established and the results were compared to experimentally obtained data.

The results presented in this thesis allow broadening field of fundamental polymer science knowledge, as well as understanding trully thin - film PI coatings and their thickness – thermomechanical characteristics relationship, as well as even more important relationship between thermomechanical properties and processing parameters, such as curing temperature profiles, dwelling times and  $T_{gs}$ . A new LTA technique for localised determination of  $T_{gs}$  has been implemented. Selected PI coatings have shown excellent thermo - mechanical properties, allowing for extreme deformation and high responsiveness to thermal changes, which in turn qualifies them as suitable substitutes for non-Si bimorph MEMS structures. These materials, cheaper to process and suitable for flexible substrate integration into next generation of wearable sensors, electronics and Point - of - Care (POC) and Home - Use (HU) medical diagnostics, present a whole new opportunity for next generation MEMS.

**Keywords:** Thin polymer films, polyimide, micro-electro-mechanical systems (MEMS), bimorph structure

**Scientific field:** Chemistry and Chemical Technology

**Field of Academic expertise:** Polymer Engineering

**UDC number:** 57-327:66.095.261.2.624.01

## SPISAK SKRAĆENICA I SIMBOLA

<b>AFM</b>	mikroskop atomskih sila (Atomic Force Microscopy)
<b>CTC</b>	kompleks transfera naelektrisanja (Charge Transfer Complex)
<b>DSC</b>	diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (Differential Scanning Calorimetry)
<b>IC</b>	integrisano kolo (Integrated Circuit)
<b>LTA</b>	lokalna termo analiza (Local Thermal Analysis)
<b>MEMS</b>	Mikro-Elektro-Mehanički Sistem (Micro-Electro-Mechanical System)
<b><math>M_n</math></b>	srednja molska masa po brojnoj zastupljenosti
<b>MOEMS</b>	Mikro-Opto-Elektro-Mehanički Sistem (Micro-Opto-Electro-Mechanical System)
<b><math>M_w</math></b>	srednja molska masa po masenoj zastupljenosti
<b>PAK</b>	nepotpuni poliamid višebazne kiseline
<b>SPM</b>	mikroskopija skenirajućom sondom (Scanning Probe Microscopy)
<b>STM</b>	skenirajući mikroskop sa tunelskim efektom (Scanning Tunneling Microscope)
<b>TBP</b>	toplotno bimorfni pokretač
<b>TFT</b>	tehnologija tankog filma (Thin Film Transistor)
<b><math>T_g</math></b>	temperatura prelaza u staklasto stanje (Glass Transition Temperature)
<b>TMA</b>	termomehanička analiza

**Aspekt odnos** - odnos površina/zapremina (aspect ratio)

## SPISAK SLIKA

- Slika 1.1. Presek osnovnih sistema (optika, mehanika i elektronika) za razvoj MEMS-a, MOEMS, optoelektronike i optomehanike
- Slika 1.2. Primena MEMS u automobilu
- Slika 1.3. Proizvodi široke potrošnje u kojima se koriste MEMS uređaji: (a) iPhone i iPad, (b) iPod
- Slika 1.4. Radni režimi za konzolni senzor: (A) režim statičkog savijanja (B) režim dinamičkog rezonovanja (C) toplotno bimetalni režim
- Slika 1.5. Shematski prikaz tehnika koje se koriste za detektovanje skretanja (otklona) konzole: (a) kapacitivna (b) piezootporna (c) optička
- Slika 1.6. Mikropokretači: elektrostatički češalj kao pokretač: (a) shematski prikaz principa funkcionisanja (b) aktivno (radno) stanje [36]
- Slika 1.7. Toplotni bimorfni pokretač (TBP) sa integrisanom toplotnom trakom (a) shematski prikaz (b) snimak TBP sistema [40]
- Slika 1.8. Shematski prikaz piezoelektričnog pokretača: mesto na savijenoj konzoli gde se indukuje najveće naprezanje
- Slika 1.9. Poređenje vrednosti Young-ovog modula i odnosa jačine na kidanje prema Young-ovom modulu ( $\sigma_F/E$ ), tradicionalnih MEMS materijala i polimera [74]
- Slika 2.1. Reakcija sinteze poliimida tipa PMDA-ODA: prvi korak do poliimidnog prekursora PAK, a zatim drugi korak, ciklodehidratacija do PI [96]
- Slika 2.2. Reakcija sinteze poliimida tipa BPDA-PDA: prvi korak do poliimidnog prekursora PAK (PI2), a zatim drugi korak ciklodehidratacija do PI2 [96]
- Slika 2.3. Idealizovan slučaj formiranja kompleksa transfera naelektrisanja između dianhidridnih i diaminskih grupa [49]
- Slika 2.4. Shema pripreme i šabloniranja pozitivnog i negativnog fotorezista pomoću UV zraka
- Slika 3.1. Shematski prikaz nanošenja tankog filma polimera na supstrat spin tehnikom [125]
- Slika 3.2. Shematski prikaz ispitivanja uzoraka kod TMA [125]
- Slika 3.3. Shematski prikaz principa rada LTA [133]
- Slika 3.4. Shematski prikaz mikrokonzole ( $L$  - dužina mikrokonzole,  $d$  - početni otklon,  $E_1$  i  $E_2$  - moduli elastičnosti,  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  - koeficijenti toplotnog širenja)

Slika 3.5 Grafički prikaz početnog otklona konzole (a) od ravni i (b) do novog položaja

Slika 3.6. Temperaturni gradijent u materijalu za jednu dimenziju

Slika 3.7. Shematski prikaz modela bimorfne konzole Au-PI i tri različite orijentacije za element koji je zagrejan

Slika 4.1. Temperaturni profili finalnog umrežavanja do 350°C (linearni i stepenast)

Slika 4.2. Optički mikroskop i prikaz čipa sa 384 polimerne mikrokonzole (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Slika 4.3. Shematski prikaz aparature za praćenje pomeraja mikrokonzole pri statičkoj toplotnoj pobudi - metoda 1

Slika 4.4. Aparatura za testiranje konzola (otklon u z pravcu pod toplotnim opterećenjem) (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Slika 4.5. Shematski prikaz aparature za praćenje pomeraja mikrokonzole pri statičkoj toplotnoj pobudi - metoda 2

Slika 4.6. Aparatura za termičko temperiranje konzola (pre merenja otklona) (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Slika 4.7. Aparatura za pojedinačno testiranje osetljivosti mikrokonzola (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Slika 5.1. Zavisnost debljina filma-brzina obrtaja za PI filmove imidizovane na 350°C (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.2. Topografska slika (2D) površine tankih filmova imidizovanih na 350°C stepenastim zagrevanjem (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.3. FTIR spektri tankih PI filmova termički imidizovanih na 350°C (a) PI1 (b)

Slika 5.4. FTIR spektri tankih PI filmova pre i posle termičke imidizacije na 350°C (a) PI1 (b) PI2

Slika 5.5. Zavisnost stepena imidizacije od temperature imidizacije za tanke PI filmove (a) PI1 - 2,8 μm (b) PI3 - 2,5 μm (c) PI2 - 2,3 μm

Slika 5.6. Zavisnost stepena imidizacije od temperature imidizacije za PI2 filmove različitih debljina

Slika 5.7. FTIR spektar PI2 posle termičke imidizacije na 350°C

Slika 5.8. Zavisnost debljine PI1 filmova od temperature umrežavanja (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.9. Zavisnost debljine PI1 filmova od temperature umrežavanja (a) linearni temperaturni profil (b) stupnjeviti temperaturni profil

Slika 5.10. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI1 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.11. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI2 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.12. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI3 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.13. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije pri linearnom i stepenastom temperaturnom režimu (a) PI1 (b) PI2 i (c) PI3

Slika 5.14. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI1 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.15. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI2 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.16. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI3 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.17. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma dobijenih u linearnom i stepenastom temperaturnom režimu do 350°C (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.18. Topografski prikaz (2D i 3D) površine tankih filmova imidizovanih na 350°C stepenastim zagrevanjem (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.19. Dijagram otklon konzole - temperatura uzorka za tanke PI1 filmove imidizovane na 350°C (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.20. Dijagram otklon konzole - temperatura uzorka za tanke PI2 filmove imidizovane na 350°C (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.21. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.22. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI2 filmove (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.23. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.24. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima (a) 2,8  $\mu\text{m}$  (b) 9,9  $\mu\text{m}$

Slika 5.25. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima (a) 2,3  $\mu\text{m}$  (b) 9,8  $\mu\text{m}$

Slika 5.26. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove dobijene u dva temperaturna režima (a) 2,5  $\mu\text{m}$  (b) 9,9  $\mu\text{m}$

Slika 5.27. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.28. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI2 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.29. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.30. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA (a) 2,8  $\mu\text{m}$  (b) 9,9  $\mu\text{m}$

Slika 5.31. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA (a) 2,3  $\mu\text{m}$  (b) 9,8  $\mu\text{m}$

Slika 5.32. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA (a) 2,5  $\mu\text{m}$  (b) 9,9  $\mu\text{m}$



Slika 5.33. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI1 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.34. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI2 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.35. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI3 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.36. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za oba temperturna profila na dve temperature imidizacije ( $275^{\circ}\text{C}$  i  $350^{\circ}\text{C}$ ) (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.37. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI1 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.38. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI2 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.39. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI3 filmove - LTA (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Slika 5.40. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za oba temperturna profila na dve temperature imidizacije ( $275^{\circ}\text{C}$  i  $350^{\circ}\text{C}$ ) - LTA (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Slika 5.41. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI1, temperatura imidizacije  $350^{\circ}\text{C}$  (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.42. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI3, temperatura imidizacije  $350^{\circ}\text{C}$  (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 5.43. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI3, temperatura imidizacije 350°C (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Slika 6.1. Grafički prikaz raspodele sila koje deluju na mikrokonzolu pri toplotnoj pobudi

Slika 6.2. Mikrokonzole - trodimenzionalni (3D) modeli-dobijeni simulacijom pomoću Intellisuite Termo - Elektro - Mehaničkog paketa: početni otklon i raspodela toplote (a) PI1 (b) PI3 (statički otklon) [162]

Slika 6.3. Početni otklon PI1 i PI3 konzola u zavisnosti od temperature imidizacije-simulacioni paket Intellisuite (TEM)

Slika 6.4. Dizajn za mikrokonzole na bazi bimorfnih struktura (a) Au - PI (b) PI - PI

Slika 6.5. (a) Fabrikovane Au - PI mikrokonzole na 4'' Si nosaču, (b) šablonizovana površina nosača (tamni pravougaonici - ogoljene SiO<sub>2</sub> površine, svetli ram - metalni sloj Cr/Au) i (c) utisnute signalne linije

Slika 6.6. Oslobođene Au - PI mikrokonzole dužine 550 μm: (a) širine 40 μm i (b) širine 80 μm

Slika 6.7. Statički odziv toplotno pobuđenih Au - PI i PI - PI (a) metoda 1 i (b) metoda 2

Slika 6.8. Početni otklon Au - PI mikrokonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) - eksperimentalni podaci i analitički model (a) Au - PI1 i (b) Au - PI3

Slika 6.9. Početni otklon PI - PI mikrokonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) - eksperimentalni podaci i analitički model (a) PI2 - PI1 i (b) PI2 - PI3

Slika 6.10. Dinamički odziv Au - PI mikrokonzola -2D prikaz duž neutralne (X) ose pri pobudi od 16 mW - eksperimentalni podaci i analitički model (a) Au - PI1 i (b) Au - PI3

Slika 6.11. Dinamički odziv PI - PI mikrokonzola -2D prikaz duž neutralne (X) ose pri pobudi od 7 mW - eksperimentalni podaci i analitički model (a) PI2 - PI1 i (b) PI2 - PI3

Slika 6.12. Početni otklon i dinamički odziv Au - PI mikrokonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) i pri pobudi od 16 mW (a) Au - PI1 (b) Au - PI3

Slika 6.13. Početni otklon i dinamički odziv PI - PI mikrokonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) i pri pobudi od 7 mW (a) PI2 - PI1 (b) PI2 - PI3

Slika 6.14. Efikasnost otklona Au - PI i PI - PI mikrokonzola

Slika 6.15. Shematski prikaz mehanizma transfera toplote za (a) Au - PI bimorfnu mikrokonzolu i (b) PI - PI bimorfnu mikrokonzolu

## **SPISAK TABELA**

Tabela 1.1. Otpornost PI na rastvarače [78]

Tabela 3.1. Toplotne karakteristike za izabrane materijale [125]

Tabela 4.1. Karakteristike odabranih poliimida i zlata [125, 133, 144 - 146]

Tabela 4.2. Procedura za finalno umrežavanje PI filmova

Tabela 4.3. Fizička, toplotna, mehanička i električna svojstva materijala [125, 133, 145, 146]

Tabela 4.4. Karakteristike reprezentativnih metala [145, 146]

Tabela 5.1. Poređenje vrednosti  $T_g$  dobijenih pomoću TMA i LTA metode - po temperaturi imidizacije

Tabela 5.2. Poređenje vrednosti  $T_g$  dobijenih pomoću TMA i LTA metode - po debljini PI filma

# SADRŽAJ

Rezime	I
Abstract	IV
Spisak skraćenica i pojmova	VII
Spisak slika	VIII
Spisak tabela	XV
<b>I UVOD</b>	<b>1</b>
<b>II TEORIJSKI DEO</b>	<b>4</b>
<b>1. MIKRO - ELEKTRO - MEHANIČKI SISTEMI (MEMS)</b>	<b>5</b>
1.1. Razvoj i primena MEMS-a	6
1.1.1. Pravci razvoja MEMS-a do 2040. godine	8
1.1.2. Razvoj novih MEMS	9
1.2. Tehnologije i postupci za dobijanje MEMS-a	9
1.3. Mikrosenzori i mikropokretači	10
1.3.1. Mikrosenzori	10
1.3.2. Mikropokretači	14
1.3.3. Primena mikrosenzora i mikropokretača	14
1.3.4. Toplotni bimorfni pokretači	16
1.3.5. Piezoelektrični pokretači	17
1.4. Materijali	19
1.4.1. Polimeri kao materijali za MEMS	20
<b>2. POLIIMIDI</b>	<b>22</b>
2.1. Imidi	22
2.2. Podela imida	22
2.3. Proces dobijanja aromatskih poliimida (PI)	23
2.4. Kompleks transfera naelektrisanja	26
2.5. Primena poliimida u elektronici	27

<b>3. TANKI FILMOVI</b>	<b>28</b>
3.1. Tanki polimerni filmovi	29
3.1.1. Mehanička svojstva	29
3.1.2. Toplotna svojstva	30
3.1.3. Apsorpcija vode	30
3.1.4. Adhezija	31
3.2. Tehnike nanošenja tankih polimernih filmova	32
3.2.1. Nanošenje dielektrika	32
3.2.2. Nanošenje spin tehnikom	33
3.2.3. Nanošenje sprej tehnikom (raspršivanjem)	33
3.3. Karakterisanje tankih polimernih filmova	34
3.3.1. Termomehanička analiza (TMA)	34
3.3.2. Lokalna (mikro) termo analiza (LTA)	35
3.4. Mikrokonzole	36
3.4.1. Otklon konzole	36
3.4.2. Izračunavanje otklona za PI konzolu	37
3.4.3. Analitički model statičkog i dinamičkog toplotnog odziva bimorfnih struktura	40
3.4.4. Dinamički model za prenos toplote kod bimorfne konzole	42
<b>III EKSPERIMENTALNI DEO</b>	<b>46</b>
<b>4. PLAN EKSPERIMENTALNOG RADA</b>	<b>47</b>
4.1. Materijali	48
4.2. Postupci dobijanja tankih PI filmova spin tehnikom	48
4.2.1. Postupak za dobijanje tankih PI filmova spin tehnikom	49
4.3. Karakterisanje tankih PI filmova	50
4.3.1. Merenje debljine PI filmova	51
4.3.2. FTIR analiza	51
4.3.3. Termomehanička analiza (TMA)	51
4.3.4. Lokalna termo analiza (LTA)	51
4.4. Mikrokonzole	52
4.4.1. Materijali	52

4.4.2.	Simulacija mikrokonzola	53
4.4.3.	Fabrikacija mikrokonzola	53
4.4.4.	Početni otklon mikrokonzola	55
4.4.5.	Termičko testiranje bimorfnih mikrokonzola	56
	a) Statički odziv bimorfnih mikrokonzola	56
	b) Dinamički odziv bimorfnih mikrokonzola	58
4.4.6.	Modelovanje toplotnog odziva konzola	59
	a) Analitički model za statički i dinamički odziv bimorfnih konzola pri toplotnoj pobudi	59
	b) Dinamički model za prenos toplote kod bimorfnih konzola	59
<b>IV REZULTATI</b>		<b>60</b>
<b>5. TANKI PI FILMOVI</b>		<b>61</b>
5.1.	Karakterisanje tankih PI filmova	61
5.1.1.	Debljina PI filma u funkciji brzine obrtanja diska (spin tehnika)	61
5.1.2.	Organoleptička svojstva	60
5.1.3.	Zavisnost debljine PI filma od temperature imidizacije	62
5.1.4.	FTIR spektroskopija	62
5.1.5.	Stepen imidizacije (SI)	65
5.2.	Mehanička svojstva tankih PI filmova	68
5.3.	Toplotna svojstva tankih PI filmova	68
5.3.1.	Zavisnost debljine PI filma od temperature imidizacije	69
5.3.2.	Koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$	71
	a) Uticaj temperature imidizacije na koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$	71
	b) Uticaj debljine filma na koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$	75
5.3.3.	Temperatura prelaza u staklasto stanje, $T_g$	81
	a) Termomehanička analiza (TMA)	81
	b) Lokalna termo analiza (LTA)	81
5.3.4.	Uticaj temperature imidizacije na temperaturu prelaza u staklasto stanje, $T_g$	83

a) Termomehanička analiza (TMA)	83
b) Lokalna termo analiza (LTA)	88
5.3.5. Uticaj debljine filma na temperaturu prelaza u staklasto stanje, $T_g$	94
a) Termomehanička analiza (TMA)	94
b) Lokalna termo analiza (LTA)	98
c) Poređenje vrednosti temperature prelaza u staklasto stanje $T_g$ dobijenih pomoću TMA i LTA	102
<b>6. MIKRO KONZOLE</b>	<b>104</b>
6.1. Krutost konzola	104
6.2. Simulacija mikrokonzola	105
6.3. Dizajn za bimorfne mikrokonzole	106
6.4. Dobijanje bimorfnih struktura metal - PI i PI - PI	107
6.5. Toplotno testiranje bimorfnih PI mikrokonzola	109
6.5.1. Statički odziv bimorfnih mikrokonzola	109
6.5.2. Otklon mikrokonzola - oblik duž neutralne ose	111
6.5.3. Otklon bimorfnih konzola bez i sa dinamičkom pobudom	114
6.5.4. Dinamički odziv bimorfnih mikrokonzola	115
6.5.5. Dinamički model za prenos toplote kod bimorfne konzole	117
<b>V ZAKLJUČAK</b>	<b>123</b>
<b>VI LITERATURA</b>	<b>127</b>
Biografija	141
Prilog 1 - Izjava o autorstvu	142
Prilog 2 - Izjava o istovetnosti štampane i elektronske verzije	143
Prilog 3 - Izjava o korišćenju	144



## I UVOD

Oblast mikro - elektro - mehaničkih sistema (MEMS) se intenzivno razvija i širi u poslednje tri decenije. MEMS predstavljaju minijaturne elektromehaničke sisteme (uređaje i strukture) koji mogu da registruju promene u okolini, da ih analiziraju i procesiraju pomoću mikroelektronike. Pored toga što su minimalni (dimenzije), MEMS su optimalni (energetski i ekonomski), adaptabilni (lako se integrišu u druge sisteme i lako se modifikuju), a karakteriše ih i velika otpornost na vibracije, udar i zračenje. Ovi sistemi mogu da se sastoje od mehaničkih elemenata, senzora, pokretača, elektronskih i električnih uređaja koji su svi smešteni na silicijumov supstrat (čip). Najvažniji i najinteresantniji delovi MEMS su mikrosenzori i mikropokretači (pokretne i/ili deformabilne strukture). Elementi MEMS uređaja mogu da budu u formi konzola, membrana, gredica. Konzole su interesantne zbog jednostavne strukture. MEMS i delovi za MEMS uređaje se proizvode od silicijuma, polimera, metala, keramike i kompozitnih materijala. Najzastupljeniji materijal koji se koristi za proizvodnju integrisanih kola je silicijum. Iako se veliki deo elektronske industrije oslanja na industriju silicijuma, proizvodnja kristalnog silicijuma je kompleksna i relativno skupa, pa se akcenat poslednjih godina sve više stavlja na zamenu silicijuma drugim materijalima.

Polimeri predstavljaju adekvatnu zamenu, jer mogu da se proizvode u velikim količinama uz raznovrsne toplotne, električne i mehaničke karakteristike, za razliku od klasičnih materijala. Osnovne prednosti polimera su elastičnost, optička svojstva i biokompatibilnost. Među polimerima, poliimidi (PI) imaju visoku termičku i hidrolitičku stabilnost, odličnu otpornost na hemikalije, dobra adhezivna svojstva i mehaničku čvrstoću, biohemijsku kompatibilnost. Poliimidi su raznovrsni, mogu da se modifikuju u foto-osetljive ili foto-neosetljive, piezoelektrične ili nepiezoelektrične, u magnetne ili nemagnetne, iz neprovodnih u provodne. S obzirom da je upotreba tankih polimernih filmova u velikoj ekspanziji poslednjih godina u raznim oblastima od mikrofluidike, mikroelektronike, MEMS uređaja (senzora i pokretača) do biomedicine, biotehnologije i aeronautike, javila se potreba da se detaljnije ispituju određena svojstva tankih filmova koja mogu značajno da utiču na performanse samih uređaja. Toplotne karakteristike, kao što su koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , i temperatura prelaza

u staklasto stanje,  $T_g$ , spadaju u red najvažnijih karakteristika kada je reč o primeni tankih polimernih filmova. Literaturno dostupni podaci za svojstva polimera se odnose na materijale čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$  i njihove vrednosti su konstantne. Svojstva tankih polimernih filmova mogu značajno da se razlikuju od svojstava tih istih materijala čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$ . S obzirom da se kod MEMS mikrokonozola radi o debljinama koje su manje od 10  $\mu\text{m}$ , neophodno je ispitati svojstva odgovarajućih tankih poliimidnih filmova. Mikrokonozole koje reaguju na toplotnu pobudu su zasnovane na bimorfnoj strukturi (dva tanka filma materijala koji imaju različite koeficijente toplotnog širenja). Mikrokonozole su učvršćene na jednoj strani i veoma su osetljive na toplotne promene. Osnovni princip pobude pod dejstvom toplote je da se oblik i zapremina materijala menjaju pri grejanju ili hlađenju.

Cilj ove doktorske disertacije je da se ispita mogućnost primene tankih polimernih filmova umesto silicijuma i/ili metala kao standardnih materijala kod MEMS mikrokonozola bimorfnog tipa. Kod standardnih silicijum-metal bimorfa neophodno je dovesti energiju da bi došlo do pobude konozole. Jedna od prednosti tankih poliimidnih filmova je da nije potrebno dovoditi energiju za pobudu strukture, jer otklon od ravni bimorfa već postoji usled naprezanja koja su zaostala u samom polimernom filmu. Na osnovu rezultata ispitivanja toplotnih karakteristika poliimidnih filmova različitih debljina (2-10  $\mu\text{m}$ ) će biti urađena optimizacija procesnih parametara, kao i simulacija, funkcionalizacija i modelovanje nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa metal-poliimid i poliimid-poliimid. Kao metalni sloj je izabrano zlato.

Predmet rada prvog dela doktorske disertacije su tanki poliimidni filmovi (debljine do 10  $\mu\text{m}$ ), njihovo dobijanje i ispitivanje toplotnih karakteristika (koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , i temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ ) u zavisnosti od debljine filma i procesnih parametara (temperature umrežavanja, kao i temperaturnog profila koji je korišćen pri umrežavanju polimera). Izabrana su dva tipa poliimidnih materijala sa različitim vrednostima koeficijenta toplotnog širenja. Na osnovu detaljnog pregleda literature zaključeno je da nema preciznih podataka o toplotnim karakteristikama odabranih tankih PI filmova čija je debljina do 10  $\mu\text{m}$ . Pod pretpostavkom da debljina filma ima uticaja na toplotne karakteristike neophodno je odrediti da li su vrednosti toplotnih karakteristika tankih PI filmova (2 - 10  $\mu\text{m}$ ) konstantne ili postoje korelacije

između debljine filma i koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , kao i temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Ispitivanjem toplotnih karakteristika PI filmova očekuju se rezultati koji su neophodni za simulaciju u oblastima mikrofluidike, mikro-elektro-mehaničkih sistema (MEMS) i mikroelektronike, funkcionalizaciju i modelovanje nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa metal-poliimid i poliimid-poliimid.

Predmet rada drugog dela doktorske disertacije su poliimidne mikrokonzole, postupci za njihovo dobijanje, kao i ispitivanje svojstava pod različitim temperaturnim uslovima sa ciljem da se dobiju i procene efekti toplotne pobude na ponašanje samih konzola i da se sagleda mogućnost primene ovakvih struktura kao ekonomski isplativih zamena za standardne Si-mikrokonzole.

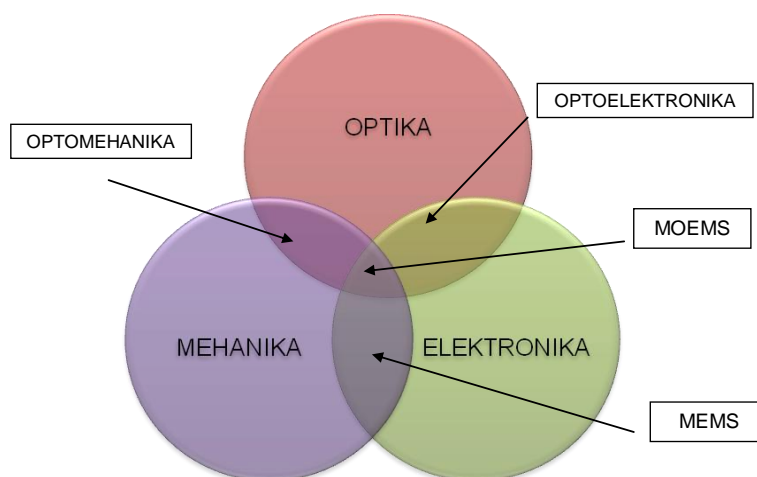
Naučni ciljevi ove disertacije su da se detaljno sagleda uticaj debljine PI filma, temperature umrežavanja, kao i temperaturnog profila umrežavanja na toplotna svojstva tankih PI filmova (koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$  i temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ ) i uspostave odgovarajuće korelacije, utvrdi mogućnost primene odabranih tankih PI filmova kao zamene za silicijum kod bimorfnih MEMS struktura, dobiju nove generacije bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa metal-poliimid i poliimid-poliimid i postavi analitički model za statički i dinamički odziv bimorfnih konzola pri toplotnoj pobudi.

Poseban naučni doprinos će predstavljati novi podaci vezani za toplotne karakteristike tankih poliimidnih filmova ( $<50 \mu\text{m}$ ) a neophodni kako bi se upotpunile baze podataka i pomoću njih omogućili tačniji proračuni i izvođenje simulacija u oblastima mikrofluidike, mikro-elektro-mehaničkih sistema (MEMS) i mikroelektronike, kao i uvođenje nove tehnike (LTA) za određivanje temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ .

## **II TEORIJSKI DEO**

## 2. MIKRO - ELEKTRO - MEHANIČKI SISTEMI (MEMS)

Mikro - elektro - mehanički sistemi (skraćeno MEMS) su minijturni uređaji koji uključuju strukture koje su pokretne ili mogu da se deformišu (na primer, konzole, gredice i membrane) i integrisane senzore (na primer, piezoelektrični, metalni, magnetni slojevi) koji reaguju na promene u okolini, pretvarajući ih u odgovarajući električni signal pogodan za dalju analizu [1]. Ovi sistemi mogu da registruju, kontrolišu i aktiviraju mehaničke procese (koji se odigravaju na nevidljivoj mikroskali) koje dalje pojedinačno ili u nizu generišu u efekte vidljive na makro skali. Svaki deo naziva za MEMS ima poseban smisao: mikro (strukture malih dimenzija koje se dobijaju mikrofabrikacijom), elektro (električni signal/kontrola), mehanički (mehanička funkcionalnost), sistemi (strukture, uređaji, sistemi) [2]. MEMS predstavljaju logičan nastavak i proširenje oblasti mikroelektronike i integrisanih kola (IC) [3], koji uključuju tradicionalnu elektroniku sa mehaničkim sistemima kao što su senzori i pokretači. Za električna kola je karakteristično da su čvrste i kompaktne strukture, MEMS strukture imaju šupljine, kanale, konzole, membrane. MEMS se razlikuje od mikroelektronike, od molekularne nanotehnologije, kao i od molekularne elektronike. Na slici 1.1. dat je ilustrativan prikaz međusobnog prožimanja optike, mehanike i elektronike koje su osnova za razvoj MEMS-a, mikro - opto - elektro - mehaničkih sistema (MOEMS), optoelektronike i optomehanike [3].



Slika 1.1. Presek osnovnih sistema (optika, mehanika i elektronika) za razvoj MEMS-a, MOEMS, optoelektronike i optomehanike

MEMS čine mehanički elementi, senzori, pokretači (aktuatori), električni i elektronski uređaji koji su smešteni na supstrat silicijuma (čip) [4]. Senzori u okviru MEMS sakupljaju informacije iz okoline merenjem mehaničkih, toplotnih, bioloških, hemijskih, optičkih i magnetnih efekata. Elektronika procesira ove informacije i uz mogućnost donošenja odluka usmerava pokretače (aktuatora) da svrsishodno željenom odzivu reaguju prema okolini (na primer pomeranjem, pozicioniranjem, regulisanjem, pumpanjem i/ili filtriranjem) [5].

Veličina MEMS komponenti (senzora, pokretača, elektronike) iznosi od 1  $\mu\text{m}$  do 100  $\mu\text{m}$ , dok je sam MEMS uređaj veličine od 20  $\mu\text{m}$  do 1 mm. Tipovi MEMS uređaja mogu da variraju od relativno jednostavnih - bez pokretnih delova, do izuzetno kompleksnih elektromehaničkih sistema sa mnogo pokretnih elemenata koje kontroliraju integrisana mikroelektronika. U MEMS uređaje spadaju senzori za pritisak, merači ubrzanja - akcelerometri kao inertni senzori, mikroogledala, minijaturni roboti, zupčanici, pumpe za fluide, senzori za protok, generatori mikrokapljica, optički skeneri, uređaji za analizu i dobijanje slika, hemijski senzori, sonde i šiljci za ispitivanje površine [5].

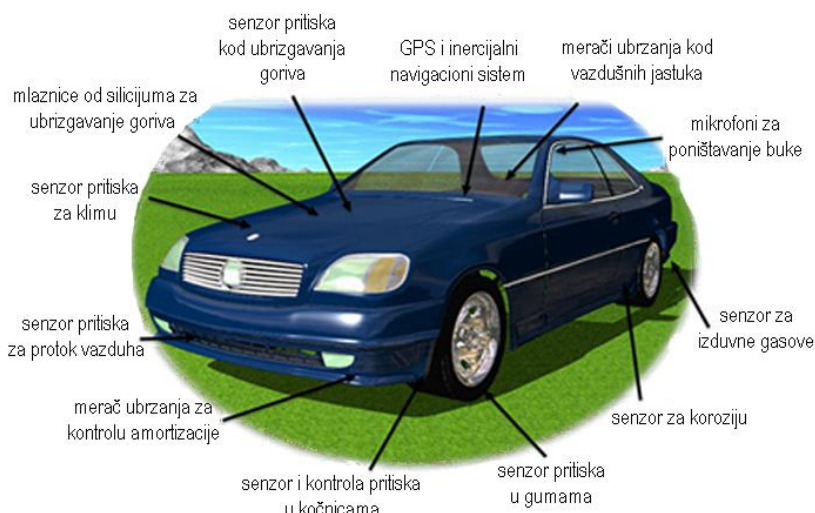
### **1.1. Razvoj i primena MEMS-a**

Tri su osnovne ideje za razvoj i primenu MEMS-a [6]:

1. minimizacija postojećih uređaja (primer proizvodnje žiroskopa na bazi silikona: masa postojećih uređaja od kilograma i zapremine od 1  $\text{dm}^3$  smanjena je na čip mase nekoliko grama i zapremine 0,5  $\text{cm}^3$ ),
2. primena principa i otkrića moderne fizike (biočipovi koji koriste električno polje za doziranje reaktanta oko čipa, na osnovu elektro-osmotskog efekta u kanalima prečnika do 1 milimetra),
3. primena mikrotehnika (izgradnja i razvoj uređaja kao što su delovi skenirajućeg mikroskopa sa tunelskim efektom (STM) i mikroskopa atomskih sila (AFM). MEMS uređaji se primenjuju kao mikrogriperi (hvatači) za hvatanje ćelija koje treba analizirati.

MEMS uređaji se primenjuju u [3]:

- automobilske industriji (u sistemima vazdušnih jastuka, bezbednosnim sistemima u vozilu, svetlima za kočnice, uređajima za pozicioniranje prednjih farova, detektovanje proklizavanja i automatsko zaključavanje). Na slici 1.2. prikazani su delovi automobila u kojima se nalaze MEMS uređaji,
- proizvodima široke potrošnje (u aparatima i spravama za sportske treninge, perifernim uređajima za kompjutere, navigacionim uređajima za automobile i ličnu upotrebu, u mobilnim aplikacijama),
- industriji (u uređajima za detektovanje zemljotresa, za regulaciju/isključivanje gasa, za testiranje ispravnosti aparata i mašina, registrovanje udara i potresa),
- vojnoj industriji (u uređajima u tenkovima, avionima, opremi za vojnike),
- medicini, biomedicini i biotehnologijama (u koje spadaju i biočipovi za detektovanje opasnih hemijskih i bioloških supstanci, mikrosistemi za DNK identifikaciju, mikrofabrikavani STM uređaji, mikrosistemi za sortiranje i selekciju lekova i bio - MEMS uređaji u medicini i tehnologijama bliskim medicini (od tzv. „laboratorije na čipu” do biosenzora i hemosenzora),
- vazduhoplovstvu i istraživanju svemira (to su merači ubrzanja i žiroskopi za unutrašnju navigaciju, senzori za pritisak, radiofrekventni prekidači i filteri za komunikaciju, harmonična ogledalca za optiku, mikro - energetske izvori i turbine, uređaji za kontrolu pokreta i položaja, bio - reaktori i bio - senzori, uređaji sa mikrofluidima, uređaji sa toplotnom kontrolom, atomski satovi).



Slika 1.2. Primena MEMS u automobilu

### 1.1.1. Pravci razvoja MEMS-a do 2040. godine

Tržište MEMS uređaja predstavlja deo velikog tržišta poluprovodničkih čipova, a to je tržište koje pokazuje najbrži rast (već sedam godina beleži se dvocifren procenat rasta). U početku je automobilska industrija bila glavni pokretač tržišta za MEMS uređaje, ali se rast ove grane poslednjih godina industrije usporio. S druge strane, novije oblasti primene (primer su oblast medicine, telekomunikacija i proizvodi široke potrošnje) imaju značajniji uticaj na tržište MEMS-a [7].

Veliki zahtevi tržišta za elektronskim uređajima najnovije generacije, kao što su inteligentni telefoni (smart phones) i *tablet* uređaji utiču na porast proizvodnje i razvoj MEMS. Procena je da će tržište MEMS-a uskoro dostići nivo od 15 - 20 milijardi dolara. Ukoliko se u analizu tržišta uključi i oblast mikrofluidike na staklu, polimerima i SiO<sub>2</sub>, kao i digitalni kompasi koji nisu u pravom smislu reči MEMS uređaji, ali se sve više integrišu sa njima, predviđanja su da će godišnji finansijski rast biti oko 15%, a čak 20% kada je reč o količini proizvedenih MEMS uređaja. Ako se razmatraju glavni MEMS uređaji, tržište za radiofrekventne (RF) MEMS uređaje će imati najveći rast (50%), zatim slede čipovi sa mikrofluidikom koji služe za distribuciju lekova (42%), mikrofoni na bazi silicijuma (32%), čipovi sa mikrofluidikom za dijagnostiku (23%), mikrosonde i mikrošpricevi (22%) i mikrobolometri (20%) [8].

MEMS u proizvodima široke potrošnje, mobilne aplikacije, na primer iPhone, iPad i iPod, koji su prikazani na slici 1.3., predstavljaju 50% ukupne količine MEMS uređaja. U 2012. godini je proizvedeno 7 milijardi MEMS uređaja, što predstavlja rast od 17% u odnosu na 2011. godinu, a čak 54% u odnosu na 2010. godinu.

Detekcija pomeraja (rotiranje ekrana od vertikalnog ka horizontalnom položaju) je našla široku primenu u mobilnim telefonima, pejsmejkerima, inteligentnoj municiji što je uslovalo rast potražnje i proizvodnje merača ubrzanja, žiroskopa i elektronskih kompasa. MEMS mikrofoni se ugrađuju u mobilne telefone i zamenjuju doskoro korišćene mikrofone na bazi elektrokondenzatora. Mikrofoni, merači ubrzanja, žiroskopi i magnetometri čine više od polovine svih MEMS uređaja napravljenih u 2011. godini [8].





Slika 1.3. Proizvodi široke potrošnje u kojima se koriste MEMS uređaji:

(a) iPhone i iPad, (b) iPod

### 1.1.2. Razvoj novih MEMS

Razvoj novih MEMS uređaja uključuje termoniti, mikrodispleje, mikroogledala za mobilne telefone i pikoprojektore u tablet uređajima, autofokus, RF MEMS prekidače i promenljive kondenzatore za mobilne uređaje, oscilatore, mikrozvučnike. Primena MEMS-a zapravo nema ograničenja. Tržišta novih MEMS uređaja će intenzivno rasti, a procenjeni rast u sledećem petogodišnjem periodu je najveći za mikroogledala koji se koriste za mobilne telefone i pikoprojektore u tablet uređajima, za RF MEMS prekidače i promenljive kondenzatore za mobilne uređaje, za oscilatore, za termoniti i za MEMS uređaje kao što su mikrozvučnici [8].

### 1.2. Tehnologije i postupci za dobijanje MEMS-a

Proizvodnja MEMS proističe iz procesnih tehnologija razvijenih u proizvodnji poluprovodnika kao što su: depozicija slojeva materijala, fotolitografija za dobijanje šablona i nagrivanje za dobijanje željenih završnih formi. MEMS odlikuje velika vrednost odnosa površina/zapremina (takozvanog „aspekt odnosa”), pa su površinski efekti (kao što su kvašenje i elektrostatički efekti) dominantni u odnosu na zapreminske efekte (kao što su inercija i toplotna energija) [9].

Procesne tehnologije, razvijene za dobijanje poluprovodnika koriste se i za proizvodnju MEMS uređaja od kojih su tri najčešće primenjivane:

- I. mikrofabrikacija u masi,
- II. mikrofabrikacija površine i
- III. LIGA proces.

Ove tehnologije su bile predmet intenzivnih istraživanja i razvijale su se u poslednjih dvadeset pet godina, a posebno su opisane u literaturi [1, 6, 9 - 13].

### **1.3. Mikrosenzori i mikropokretači**

Najznačajniji, a ujedno i najinteresantniji elementi MEMS sistema su mikrosenzori i mikropokretači. To su uređaji koji konvertuju energiju iz jednog oblika u drugi. Kod mikrosenzora, tipično je da uređaj pretvara mereni mehanički signal u električni signal. Mikrosenzori detektuju promene u okolini merenjem toplotnih, magnetnih, hemijskih ili elektromagnetnih efekata. Ove informacije se obrađuju pomoću mikroelektronike, koja daje signal mikropokretačima da reaguju u vidu promene prema okolini. Za razliku od mikrosenzora, mikropokretači proizvode mehanički otklon kao odziv-odgovor na pobudu (elektrostatičku, toplotnu i magnetnu) nastalu iz energetskog izvora.

#### **1.3.1. Mikrosenzori**

Poslednjih decenija razvijeni su brojni mikrosenzori koji omogućavaju očitavanje temperature, pritiska, inercijalnih sila, hemijskih vrsta, magnetnih polja, zračenja [3, 14, 15 - 19]. Sposobnost MEMS senzora da mere različite parametre se zasniva na ograničenom broju mehanizama pretvaranja koji su kompatibilni sa procesom minimizacije, a u koje spadaju piezootporni [15], kapacitivni [16], piezoelektrični [17, 18] i u nekoliko slučajeva induktivni efekat.

Tri osnovna tipa senzora su: senzori za pritisak (piezootpornost), hemijski senzori (kapacitivnost) i inercijalni senzori (akcelerometri zasnovani na kapacitivnom efektu i žiroskopi zasnovani na piezoelektričnom efektu).

MEMS senzori za pritisak koriste fleksibilnu dijafragmu za detektovanje promene. Ovaj tip senzora je našao veliku primenu u automobilskoj industriji (pritisak u gumama, ulju i gorivu, merenje protoka vazduha, u vazдушnim jastucima), u biomedicini (za merenje krvnog pritiska, kod endoskopa, infuzionih pumpi, mikrosenzori koji se ugrađuju unutar lobanje). Barometarski mikrosenzori za pritisak se koriste za praćenje vremenskih prilika, kao i u tunelima gde ima vetra. Milioni MEMS senzora za pritisak se ugrađuju u putnu infrastrukturu za dobijanje i skupljanje podataka

o uslovima na putevima. Primenuju se u raznim oblastima, od sporta preko igrice široke potrošnje (*Playstation*) do vazdušnog prostora i svemira.

U inercijalne MEMS senzore spadaju merači ubrzanja i žiroskopi pomoću kojih se mere promene u ubrzanju, vibraciji, orijentaciji i nagibu. Najjednostavniji MEMS senzor merač ubrzanja je inercijalna masa koja je zakačena za opruge. Pri ubrzanju, dolazi do otklona mase od polazne pozicije što se prevodi u električni signal. MEMS žiroskopi imaju oblik diska ili točka koji rotira. Kod pojedinih MEMS žiroskopa koriste se vibrirajuće strukture umesto tradicionalnih rotirajućih diskova. U automobilu se inercijalni senzori koriste kod vazdušnih jastuka, za navigaciju, podešavanje i pozicioniranje visine prednjih farova, sistem protiv krađe, za izbegavanje sudara i detektovanje proklizavanja. Takođe se primenuju kod merenja i detektovanja vibracija, nagiba, pokreta i udara, a koriste se kod uređaja za zumiranje u kompjuterima, kao stabilizatori slike u telefonima i kamerama i za igrice.

### **Hemijski senzori**

Minijaturni senzori dobijeni mikrofabrikacionim procesima mogu da se koriste za detektovanje gasova, u medicinskim, biomedicinskim i biohemijskim analizama, kod kontrole kvaliteta i procesa. Razvijeni su izuzetno osetljivi postupci mehaničke konverzije bio(hemijskih) ili fizičkih procesa u signale koji mogu da se zabeleže, korišćenjem mikrofabrikovanih senzora.

Senzori su konzole (štapići pravougaonog oblika debljine ne veće od 1  $\mu\text{m}$ ) koje su najčešće napravljene od silicijuma [19]. Adsorpcija molekula na površini ovih mikromehaničkih konzola (funkcionalizovanih receptorskim molekulima) izaziva savijanje konzole usled površinskog naprezanja. Konzolni senzori mogu da se koriste u sredinama kao što su vakuum, vazduh ili razne tečnosti. Glavne prednosti ovih minimizovanih senzora su njihova mala veličina, kratak vremenski odziv, velika osetljivost i direktno prevođenje pobude u odziv.

Mikrofabrikovane konzole se uglavnom koriste kao senzori sile za snimanje topografije površine korišćenjem tehnika kao što su SPM (mikroskopija skenirajućom sondom), SFM (skenirajuća mikroskopija sila) [20] i AFM (mikroskopija atomskih sila) [21]. Kod ovih metoda se koristi konzola sa oštrim šiljkom koji skenira površinu uzorka (piezoelektrični skener). Šiljak na konzoli može da bude u direktnom kontaktu sa

površinom (kontaktni) ili da osciluje i bude u interakciji sa površinom u jako kratkim intervalima tokom oscilatornog ciklusa (dinamički, nekontaktni). Savijanje konzole se meri optičkim detektovanjem pozicije skrenutog laserskog zraka na vrhu konzole ili merenjima piezootpornih deformacija. Interakcija vrha konzole sa površinom je uobičajena kod svih SFM tehnika.

AFM se razvila u najjači i najsvestraniji instrument za karakterisanje površine na molekulskom i atomskom nivou. Metode su dobro razvijene i intenzivno se primenjuju.

Korišćenjem konzola u nizu koje su prevučene slojem osetljivim na specifične molekule dobijaju se ultraosetljivi nanomehanički senzori za detektovanje hemijskih ili biohemijskih reakcija u gasnoj fazi i tečnom okruženju [19]. Prevučeni sloj može da bude potpuno ili delimično osetljiv za prepoznavanje pojedinih molekula. Ukoliko je svaka od konzola u nizu prevučena različitim (delimično specifičnim) senzorskim slojem može da se dobije odziv za različite analite [22]. U tečnoj sredini, konzolni senzori omogućavaju brzo, kvantitativno i kvalitativno detektovanje neobebeženih biomolekula (na primer specifičnih delova DNK, kod molekulskog prepoznavanja antitelo - antigen i proten - protein) [23]. Konzolni senzori mogu da se koriste u statičkom, dinamičkom i toplotnom režimu [23, 24] (slika 1.4.).



Slika 1.4. Radni režimi za konzolni senzor: (A) režim statičkog savijanja (B) režim dinamičkog rezonovanja (C) toplotno bimetalni režim

U statičkom režimu sloj koji je osetljiv na adsorpciju se nalazi na gornjoj površini konzole. Površinsko naprezanje tokom procesa adsorpcije utiče na statičko savijanje konzole. U dinamičkom režimu konzola osciluje spolja na svojoj rezonantnoj frekvenci (korišćenjem piezoelektričnog pobuđivača). Konzola može da bude prevučena sa gornje ili donje strane molekulskim slojem osetljivim na adsorpciju. Kada se na konzoli adsorbuje masa, rezonantna frekvencija se pomera ka nižim vrednostima.

Iz ovog pomenaja u frekvenciji moguće je izračunati masu koja se adsorbovala na konzoli [23]. Mehanička svojstva konzole se ne menjaju značajno sa adsorbovanjem mase. Promena rezonantne frekvence od 1 Hz, grubo odgovara promeni mase od 1 pikograma [22].

U toplotnom (bimetalnom) režimu, razlika u koeficijentima toplotnog širenja materijala od kojih je napravljena konzola (uobičajeni materijal je kristalni Si koji je prevučen metalnim slojem debljine 100 nm na jednoj od površina) izaziva savijanje konzolnog senzora, ako se temperatura promeni. Promena temperature od  $10^{-5}$  K izaziva skretanje konzole od nekoliko nanometara.

Mogućnosti primene konzolnih senzora su velike, a osnovni pravci razvoja su usmereni ka:

1. detektovanju para i isparljivih komponenata pomoću pojedinačnih konzola koje se koriste u statičkom režimu [23, 25],
2. primeni za detektovanje gasne faze kod rastvarača korišćenjem piezootpornih konzola [22],
3. biohemijskoj primeni u statičkom režimu [26] (senzor za glukozu),
4. detektovanju proteina pomoću piezootpornih konzola koje rade u dinamičkom režimu [23, 27]

Razvijeni su mikrokonzolni senzori kao detektori za eksplozive [28] i za bakteriju *Escherichia coli* [29]. Kada se mikrokonzola prevuče slojem hidrogela dobija se pH mikrosenzor [26]. Teorija adsorpcije molekula na mikrokonzole [30], kao i elektrohemijske redoks reakcije [31] su opisane u literaturi.

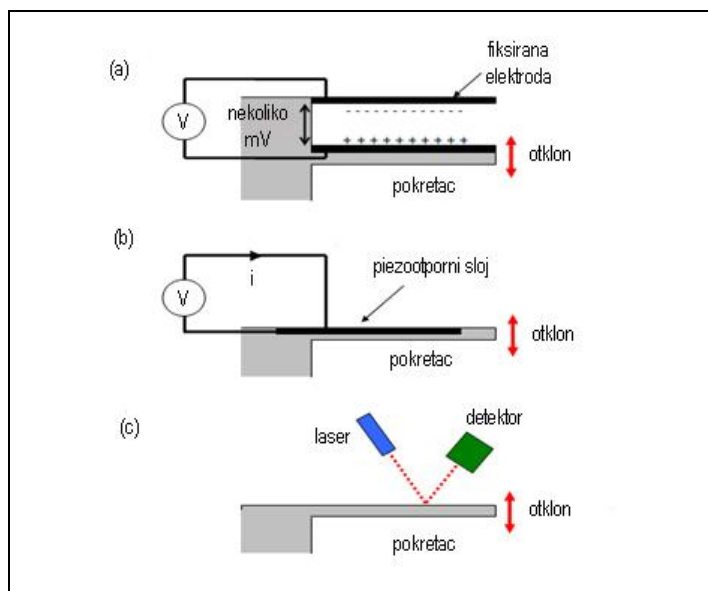
MEMS senzori mogu da se koriste u kombinaciji sa drugim sensorima. Na primer MEMS može da se dizajnira sa sensorima tako, da meri protok tečnog uzorka, a u isto vreme da detektuje i najmanju količinu zagađujućih materija, ako ih u uzorku ima.

Razvoj mikrokonzolnih senzora će ići u pravcu tehnoloških primena, odnosno novih načina karakterisanja realnih materijala (primer su klinički uzorci krvi). Razvoj sredstava za medicinsku dijagnostiku će zahtevati povećanje osetljivosti određenog broja genetskih testova koji se obavljaju sa malim količinama tečnih uzoraka (krvi ili telesnih tečnosti). Sa naučne strane, izazovi leže u optimizaciji [19, 24, 27] konzolnih senzora (sa ciljem da se poboljša osetljivost do krajnjih granica – a to je nanomehanička

detekcija pojedinačnih molekula [32]). Značajno je to da su mnogi od ovih mikrosenzora pokazali performanse koja prevazilaze performanse svojih makroduplikata.

### 1.3.2. Mikropokretači

Mikropokretači predstavljaju drugu veoma važnu komponentu MEMS uređaja. Koriste se za mehaničko pokretanje delova uređaja, za merenje određenih fizičko-hemijskih svojstva iz čovekove okoline ili čak da obezbede kretanje robota [33]. Tehnike koje se koriste za registrovanje mehaničkog otklona zasnivaju se na kapacitivnim, piezootpornim i optičkim efektima [34] (slika 1.5.). Mikropokretači su uobičajeno konzole pravougaonog oblika.

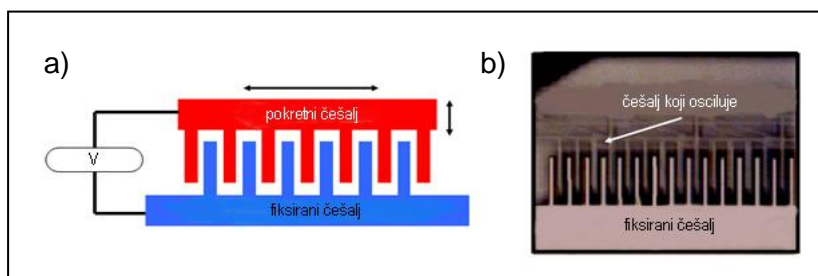


Slika 1.5. Shematski prikaz tehnika koje se koriste za detektovanje skretanja (otklona) konzole: (a) kapacitivna, (b) piezootporna i (c) optička

U slučaju elektrostatičke pobude, tehnike kojima se registruju otkloni zasnovani su na kapacitivnosti. Detektovanje na bazi piezootpornosti zasniva se na korišćenju integrisanih materijala čiji se otpor menja pod dejstvom naprezanja. Postoji nekoliko načina upotrebe izvora svetlosti sa odgovarajućim detektorom koji se koriste za registrovanje savijanja mikropokretača kod optičkog detektovanja otklona.

### 1.3.3. Primena mikrosenzora i mikropokretača

Jedna od tehnika za primenu senzora zasniva se na upotrebi nekoliko elektrostatičkih pokretača koji se preklapaju. Pokretači se još nazivaju elektrostatički češljevi [35] u skladu s karakterističnim oblikom. Na slici 1.6. prikazan je elektrostatički češalj - pokretač. Veće preklapanje između stacionarnih i pokretnih naelektrisanih konzola daje veće otklone i jači povratni signal. Elektrostatički češalj - pokretači su postali popularan izbor kod savremene primene senzora i pokretača zbog njihove sposobnosti kontrole otklona preko povratne kapacitivnosti i linearno pojačanih signala jednostavnim dodavanjem više prstasto isprepletenih konzola.



Slika 1.6. Mikropokretači: elektrostatički češalj kao pokretač: (a) shematski prikaz principa funkcionisanja (b) aktivno (radno) stanje [36]

Glavne prednosti elektrostatičke pobude su mali utrošak energije, velike sile i gustina energije, koji mogu da se dobiju smanjenjem rastojanja između naelektrisanih ploča.

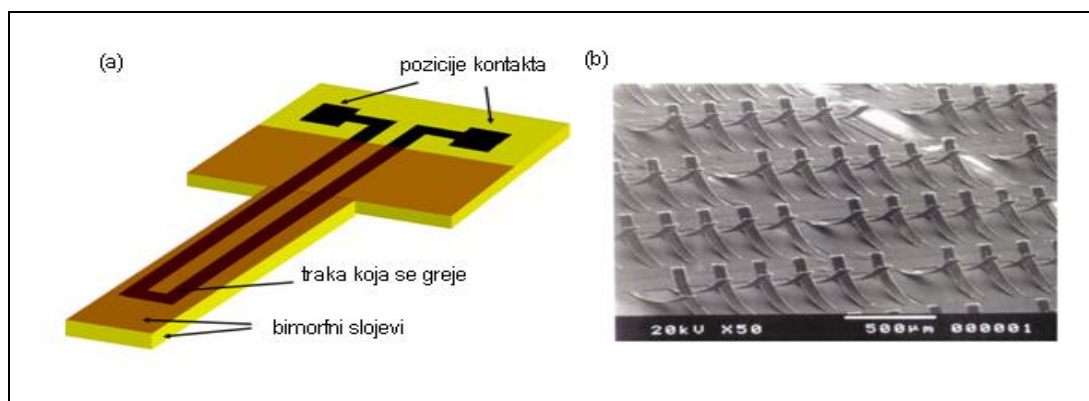
Osnovni princip pobude pod dejstvom toplote je da se oblik i zapremina materijala menjaju pri grejanju ili hlađenju. Veličina promene dimenzija zavisi od koeficijenta toplotnog širenja materijala. Tehnika se zasniva na korišćenju učvršćenih konzola koje mogu da se savijaju pri grejanju. U ovoj geometriji, savijanje može da se ostvari kombinovanjem slojeva dva ili više materijala sa različitim koeficijentima toplotnog širenja. Pri grejanju se svaki sloj širi drugačije, generišući linearnu razliku u naprezanju, a kao rezultat se dobija pobuda u strukturi. U početnim istraživanjima predloženi su toplotni pokretači sa dve pokretne konzole [34] (koje su napravljene od istog materijala, ali su različite debljine). Pokretač se savija pri grejanju, jer se tanji deo konzole širi više nego deblji deo konzole [37, 38]. Koncept pomeranja u jednoj ravni (zasnovan na savitljivim toplotnim pokretačima sa dve uniformne konzole) kasnije je

razvijen u smeru dobijanja toplotnih pokretača koji se kreću u dva pravca i to van jedne ravni.

#### 1.3.4. Toplotni bimorfni pokretači

Alternativni pristup korišćenju tehnike „dve konzole” je slaganje slojeva u bimorfnim strukturama [39]. Toplotna pobuda može da se ostvari provođenjem električne struje kroz integrisani (umetnuti) otpornik u obliku trake ili grejanjem preko spoljnog izvora (optičko grejanje usmerenim laserom ili pomoću ploče koja se kontrolisano greje).

Na slici 1.7. prikazan je toplotni bimorfni pokretač (TBP) sa integrisanom toplotnom trakom. Ovakve strukture generišu velike otklone pri grejanju usled razlike vrednosti koeficijenata toplotnog širenja materijala od kojih su napravljene. Tehnike za registrovanje otklona kod konzole uključuju integrisane piezootporne elemente, kao i optičke metode detektovanja. Strukture se inicijalno uvijaju na gore u odnosu na supstrat, što je posledica naprezanja koje preostaje između bimorfni slojeva (slika 1.7b).



Slika 1.7. Toplotni bimorfni pokretač (TBP) sa integrisanom toplotnom trakom (a) shematski prikaz (b) snimak TBP sistema [40]

TBP su pogodni za primenu u MEMS/MOEMS uređajima kod kojih su potrebni veliki otkloni van ravni (nekoliko stotina mikrometara) i mala potrošnja energije (nekoliko milivati). Jednu od prednosti predstavlja činjenica da toplotni bimorfni daju skoro linearan odziv na primenjenu silu. TBP koji su zasnovani na „hodajućim” mikronožicama počeli su da se razvijaju sredinom poslednje decenije prošlog veka sa



ciljem da se primene kod nove generacije MEMS uređaja. Istraživanja se vode u pravcu dobijanja velikih otklona mikrooptičkih komponenti [40, 41], u specifičnim AFM merenjima (na primer ćelija raka [42]). Oblast istraživanja toplotnih bimorfnih pojačivača je široka, a prednosti njihove primene se stalno potvrđuju (koriste se kod barkod skenera, za čuvanje podataka, kao mikroventili, u displej tehnologiji, u optici).

Konvencionalni bimorfni pokretači se sastoje od sloja silicijuma i sloja odgovarajućeg metala [43]. Deponovanje slojeva se odigrava na visokim temperaturama i pri visokom vakuumu. Ovakvi procesni parametri zahtevaju duže vreme u procesu proizvodnje (pritisak treba da se spusti na zadovoljavajuće nisku vrednost), pa troškovi proizvodnje rastu. Polimeri, s druge strane predstavljaju alternativu konvencionalnim strukturnim materijalima, nudeći niz prednosti kao što su jednostavne metode proizvodnje, koje su brze i finansijski povoljne. Polimeri obezbeđuju izolaciju bilo kog metalnog elementa (koji služi za grejanje), pa su primenljiviji u vodenim medijumima, kao hemijski ili biološki senzori.

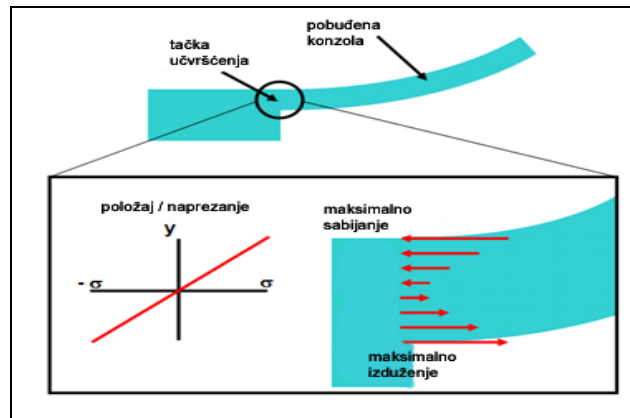
Polimeri mogu da se koriste kao jedan ili dva sloja u bimorfnim strukturama [43]. Uobičajeno je da se kombinuje jedan sloj polimera (na primer poliimida ili epoksidne smole) sa strukturnim slojem zlata [44, 45] ili aluminijuma [43], iako je moguće koristiti i dva različita polimerna (na primer poliimidna) sloja [46]. Ključna stvar za dobijanje ovakvih struktura je specifičan izbor svojstava materijala (sa ciljem da se obezbedi dobar početni otklon van ravni s jedne i osetljivost s druge strane).

### **1.3.5. Piezoelektrični pokretači**

Piezoelektrična pobuda se izaziva električno indukovanim naprežanjem duž piezoelektričnog materijala (na primer kvarca). Složene piezoelektrične konzole obezbeđuju izuzetno dobru kontrolu samog otklona, pa se koriste kod preciznih tehnologija (kod AFM - a). Piezoelektrični pokretači su razvijani da obezbede velike otklone koji mogu da se porede sa onima dobijenim pomoću toplotnih pojačivača ili memorijski oblikovanih legura [4, 18].

Detektovanje na bazi piezootpornosti zasniva se na korišćenju integrisanih materijala čiji se otpor menja pod dejstvom naprežanja. Piezootporne trake mogu da budu integrisane u samu strukturu pokretača na mestima gde je indukovano naprežanje pri otklonu najveće, a kao rezultat se dobija najveća promena otpora. Za konzolu kod

kojih je jedan kraj fiksiran, a drugi slobodan, maksimalna promena naprezanja će biti u mestu učvršćenja, na površini (slika 1.8.).



Slika 1.8. Shematski prikaz piezoelektričnog pokretača:  
mesto na savijenoj konzoli gde se indukuje najveće naprezanje

Osetljivost detektovanja na bazi piezootpornosti može da se poveća korišćenjem Vinstonovog mosta. Pažljivim izborom otpornika, mogu da se registruju jako male promene u otpornosti, čime se značajno popravlja odnos signala prema šumu.

Kod optičkog detektovanja otklona postoji nekoliko načina koji se izvor svetlosti sa odgovarajućim detektorom koristi za registrovanje savijanje pokretača. Najčešće primenjivana tehnika se zasniva na upotrebi laserskog zraka koji se reflektuje od pokretača i razdvojene fotodiode. Kako se konzola savija, menja se i amplituda signala u detektoru. Druga tehnika se zasniva na upotrebi pokretača kao optičkog poklopca - intenzitet signala koji je detektor primio određuje stepen pokrivenosti senzora pokretačem. U slabe tačke ove tehnike optičkog detektovanja otklona spadaju grejanje konzole izazvano primenom lasera, pri čemu se menjaju mehaničke karakteristike strukture, i mnogo veći uticaj šumova na signal.

#### 1.4. Materijali

Tokom godina, baza materijala koji se koriste u oblasti MEMS tehnologija se konstantno širi. MEMS i delovi za MEMS uređaje se proizvode od silicijuma, polimera, metala, keramike i kompozitnih materijala.

Silicijum je, kao material koji se koristi za proizvodnju integrisanih kola, najzastupljeniji u modernom svetu. Dostupnost finansijski povoljnih visokokvalitetnih materijala i mogućnost ugrađivanja elektronske funkcionalnosti omogućile su da silicijum bude atraktivan za široku primenu kod MEMS aplikacija [4, 10, 47].

Iako se veliki deo elektronske industrije oslanja na industriju silicijuma, proizvodnja kristalnog silicijuma je još uvek kompleksna i relativno skupa. Pored toga što je krto i nefleksibilan, silicijum mora da se prečisti pre primene. Zamena za silicijum su polimeri jer mogu da se proizvode u velikim količinama uz raznovrsne karakteristike.

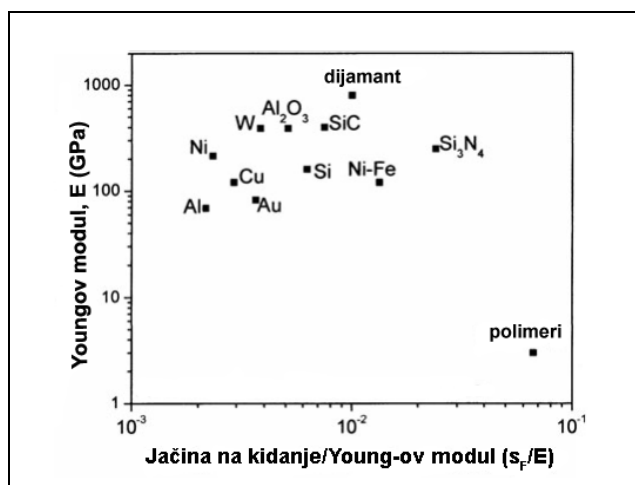
Polimeri se intenzivno koriste kao strukturni i funkcionalni materijali za mikrouređaje. Osnovne prednosti polimera su elastičnost, optička svojstva i biokompatibilnost. Različiti polimerni uređaji se prave od tankih i/ili debelih polimernih filmova i trodimenzionalnih (3D) polimernih mikrostrukture. Polimerni materijali koji se danas dosta frekventno koriste u MEMS-u su: poliimidi [48 - 50], polisiloksani (na primer poli(dimetil siloksan) – PDMS) [51, 52], epoksidne smole (na primer SU-8) [53 - 60], poli-p-ksilen tzv. parilen C [61 - 63], poliuretani, polisulfoni, polimetakrilati [64], silikonske gume, poliakrilati, poliestri, polikarbonati. Ovi polimeri mogu takođe da se koriste za konstrukciju osetljivih i pokretnih komponenti za MEMS, kao što su mikrosenzori i mikropokretači. Procesi koji se koriste za dobijanje MEMS uređaja su injekciono brizganje, utiskivanje ili stereolitografija. Polimeri su kao materijali posebno pogodni za primenu u mikrofluidici [65 - 73] (primer su patrone za jednokratnu upotrebu pri testiranju krvi).

Metali za proizvodnju MEMS elemenata su zlato, nikl, bakar, volfram, aluminijum, hrom, titan, platina i srebro.

Keramički materijali koji se sve više koriste za proizvodnju MEMS-a su nitridi silicijuma, aluminijuma i titana, kao i silicijum - karbid.

### 1.4.1. Polimeri kao materijali za MEMS

Polimeri su veoma važan MEMS materijal. Interesantni su zbog činjenice da su dostupni u različitim formama i da poseduju svojstva koja većina tradicionalno mikrofabrikovanih materijala (koji potiču iz IC industrije) nemaju. U poređenju sa silicijumom i drugim tradicionalnim mikroelektronskim ili MEMS materijalima, polimeri imaju veće vrednosti jačine na kidanje ( $\sigma_F$ ), kao i veća izduženja, a manje vrednosti Young-ovog modula (slika 1.9.)



Slika 1.9. Poređenje vrednosti Young-ovog modula i odnosa jačine na kidanje prema Young-ovom modulu ( $\sigma_F/E$ ), tradicionalnih MEMS materijala i polimera [74]

Fleksibilne savitljive strukture čine sastavne delove mnogih mikrosistema. Zahtevi koje treba da zadovolje su veliki otklon pri malom primenjenom naprezanju, kao i veliki otklon bez loma. Kao što se sa slike 1.9. vidi, polimeri mogu da budu atraktivni materijali za fabrikaciju mikromehaničkih fleksibilnih struktura zato što zadovoljavaju ove uslove.

Veliki broj polimernih materijala je biokompatibilan i hemijski inertan, što ovim materijalima daje prednost kod bioloških i hemijskih primena. Mali troškovi procesiranja i niska cena samih polimernih materijala predstavljaju još jednu prednost i čine ih interesantnim za upotrebu u MEMS tehnologijama, kako u proizvodnji novih uređaja, tako i za primenu u masovnoj proizvodnji jeftinih proizvoda. Postoji čitav spektar tradicionalnih i netradicionalnih pristupa procesiranju polimera u cilju obrade

ovih materijala kao supstrata, premaza i „žrtvenih“ ili strukturnih slojeva u MEMS uređajima [75, 76].

Polimerni MEMS uređaji, uključujući konzolne NEMS/MEMS senzore i pokretače [19, 77] su ispitivani poslednjih dvadeset godina. Ustanovljeno je da bi proizvodnja konzola na bazi polimera mogla da bude jedan od alternativnih pravaca u tehnologiji za masovnu matričnu proizvodnju konzola (u poređenju sa dobro poznatom proizvodnjom zasnovanom na Si). Nova dostignuća u polimernim materijalima, njihova poboljšana termo - mehanička svojstva, kao i lakoća primene u opsegu proizvodnje na veliko daju dobru osnovu da se realizuju alternativne platforme sa srodnim tehnologijama.

Među polimerima, poliimidi imaju visoku termičku i hidrolitičku stabilnost, odličnu otpornost na hemikalije, dobra adhezivna svojstva, kao i mehaničku čvrstoću [49]. U tabeli 1.1. prikazana je otpornost poliimida prema rastvaračima [78].

Tabela 1.1. Otpornost PI na rastvarače [78]

<b>RASTVARAČ</b>	<b>RASTVORLJIVOST</b>	<b>RASTVARAČ</b>	<b>RASTVORLJIVOST</b>
Aceton	NE	Petrolej	NE
Ugljen-tetrahlorid	NE	Ksilen	NE
Krezol	NE	Dimetil-formamid	NE
Etil-acetat	NE	Trihlor-antimon	DA
Etanol	NE	N-metil-pirolidon	NE
Heksan	NE	N-metil-pirolidon	NE

Poliimidi su već u upotrebi kao pasivizacioni ili izolatorski slojevi, pri čemu obezbeđuju zaštitu električnih kola i metala koji se nalaze ispod njega od apsorpcije vlage, korozije, transporta jona i fizičkih oštećenja [79]. Glavna svojstva PI za primenu u oblasti fleksibilnih električnih polja su termooksidativna i elektrohemijaska stabilnost, dobra mehanička jačina, visoke vrednosti modula, odlična izolaciona svojstva, visoke vrednosti temperature prelaza u staklasto stanje, superiorna hemijska otpornost i fleksibilnost i raznovrsnost kad su polimerni materijali u pitanju [50, 80, 81]. PI su biohemijски stabilni i funkcionalni mesecima u dugotrajnim *in vitro* i *in vivo* procesima. [82, 83].

PI su atraktivni i primenljivi ne samo zbog svojih pojedinačnih svojstava (visoke hemijske i termičke stabilnosti i električne otpornosti, dobre optičke propustljivosti), već možda i više zbog činjenice da se kombinacijom pobrojanih svojstava dobijaju mnogostruke prednosti. [81, 84]. Poliimidi spadaju u grupu izuzetno raznovrsnih materijala. Oni mogu da se modifikuju iz neprovodnih u provodne, zatim u fotoosetljive ili fotoneosetljive, piezoelektrične ili ne-piezoelektrične, magnetne ili ne-magnetne. Zbog toga PI materijali mogu da se primenjuju u svim fazama MEMS fabrikacije [81]. Upotreba poliimida može da se proteže od litografije do žrtvenih slojeva, materijala za oblikovanje, senzora i pokretača. Otpornost na uticaj različitih rastvarača omogućava da se PI koriste u mokrom postupku hemijskog nagrizanja tankih metalnih filmova.

U poslednje vreme, senzori na bazi poliimidnih materijala su privukli pažnju zbog jednostavnosti metode kojom se dobiju, kao i zbog hemijske inertnosti, mehaničke i termičke stabilnosti i visoke biokompatibilnosti [50, 80].

## 2. POLIIMIDI

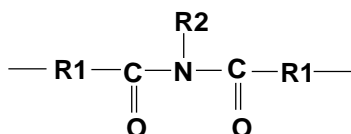
### 2.1. Imidi

Imidi su funkcionalna jedinjenja koja u svojoj strukturi imaju dve karbonilne grupe vezane za azot. To su jedinjenja koja su strukturno srodna kiselinskim anhidridima. Odnosi između estara i amida su analogni odnosima između imida i anhidrida. Grupe izvedene iz amina su manje reaktivne. U pogledu komercijalnih primene, imidi su najviše upotrebljavani kao sastavne komponente polimera visoke jačine [85 - 87].

### 2.2. Podela imida

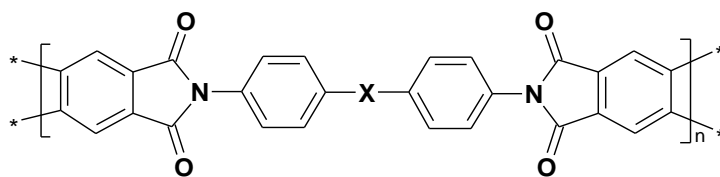
U zavisnosti od polimernog lanca, tipa ugljovodoničnog ostatka i prisustva funkcionalnih grupa, poliimidi mogu da budu:

a) linearni



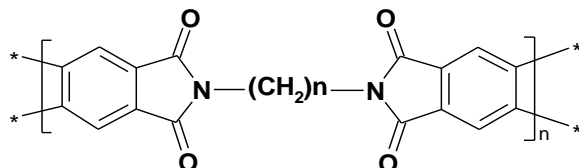
b) ciklični

I sa aromatskim osnovnim nizom



gde je X : -O-, >C=O, >CH<sub>2</sub>, -N=N-, -SO<sub>2</sub>- ili neka druga funkcionalna grupa.

II sa aromatsko-alifatskim osnovnim nizom



Većina istraživanja je do sada uglavnom bila skoncentrisana na aromatske poliimide, dok u literaturi postoji malo informacija o alifatičnim poliimidima koji bi potencijalno takođe mogli da nađu primenu kao inženjerski i biomedicinski materijali.

### 2.3. Proces dobijanja aromatskih poliimida

Aromatski poliimidi se dobijaju u dvostepenom procesu sinteze iz aromatskih diamina i aromatskih tetrakarboksilnih dianhidrida. Hemija poliimida je posebna oblast koja obuhvata veliki broj raspoloživih različitih monomera i nekoliko metodologija sinteze [78, 87, 88]. Suptilne varijacije u strukturi dianhidrida i diamina imaju ogroman uticaj na svojstva dobijenog finalnog poliimida.

Najčešće korišćena procedura sinteze poliimida je dvostepen proces pomoću poliimidnog prekursora koji predstavlja nepotpuni poliamid višebazne kiseline (PAK) (polyamic acid - PAC).

U prvom koraku sinteze odvija se reakcija između dianhidrida 1,2,4,5 - benzentetrakarboksilne kiseline (PMDA) i 4,4' - oksibisbenzen amina (oksidianilina - ODA) na sobnoj temperaturi u dipolarnom aprotionskom rastvaraču, kao što je N - metilpirolidon (NMP) ili n,n - dimetilacetamid (DMAc). Treba obratiti pažnju na izbor rastvarača, jer su aromatski dianhidridi slabo rastvorni u organskim rastvaračima [78, 89 - 91]. Pošto se stvori prelazni kompleks između dva reaktanta, propagacija se dešava preko nukleofilnog napada amina na karbonilnu grupu cikloanhidrida. Reakcija je zapravo polikondenzacija, ali izgleda kao poliadicija ili polimerizacija, jer proizvod

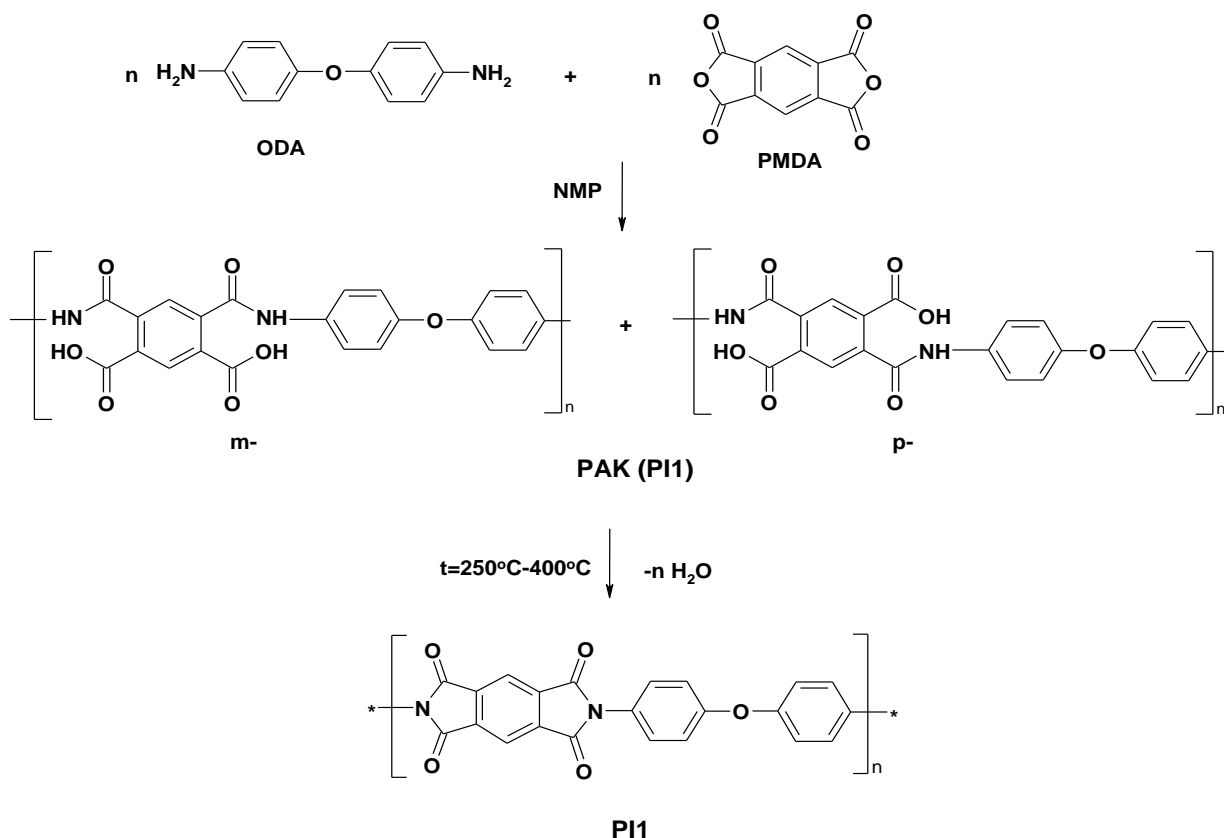
kondenzacije ostaje hemijski vezan za aromatski prsten. Reakcija propagacije je povratna, a konstanta ravnoteže ima vrednost veću od  $10^5$  l/mol u polarnim aprotionskim rastvaračima, koji formiraju stabilne komplekse sa slobodnim karboksilnim grupama [92, 93]. Bazni rastvarači usporavaju povratnu reakciju i omogućavaju stvaranje imidnog prekursora PAK velike molske mase na sobnoj temperaturi. Step en polimerizacije PAK,  $X_n$ , je veći od 100. Makromolekuli velike molske mase se dobijaju skoro trenutno, zajedno sa polimerima male molske mase u oblastima gde nije postignuta ravnoteža. PAK ima široku raspodelu molskih masa, gde je srednja molska masa po brojnoj zastupljenosti,  $M_n$ , blizu teorijski pretpostavljenih vrednosti, dok je srednja molska masa po masenoj zastupljenosti,  $M_w$ , nekoliko puta veća od teorijski predviđene vrednosti [93, 94].

Ovaj polimer može da se upotrebi na površini čvrstog supstrata kao što je metal, keramika, staklo, kvarc, silikonski nosač. U sledećem koraku sinteze, u reakciji policiklodehidratacije dobijenog prekursora, PAK, na odgovarajućoj temperaturi ili pomoću mikro talasa dobija se finalni poliimid. Zatvaranje prstena u procesu imidizacije (reakcija ciklodehidratacije) se odvija uz oslobađanje 2 molekula vode po polimernoj jedinici. Ukoliko je PAK rastvoren, posle isparavanja rastvarača, polimer se izlaže termičkoj imidizaciji višestepenim grejanjem do temperature od 300°C - 400°C. Gubitak vode i rastvarača je za proces potpune imidizacije između 20 i 30%.

Imidizacijom se postiže očvršćavanje, povećava se krutost lanaca. PI predstavlja tipičan primer polikrutog heterocikličnog polimera (fleksibilnost se ostvaruje preko atoma kiseonika između aromatskih prstenova u diaminskom delu). Većinu PI koji u osnovnom makromolekulskom lancu imaju manje ili više fleksibilne veze, karbonilne grupe iz dianhidrida ili atome kiseonika iz diamina, karakteriše visoka vrednost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ .

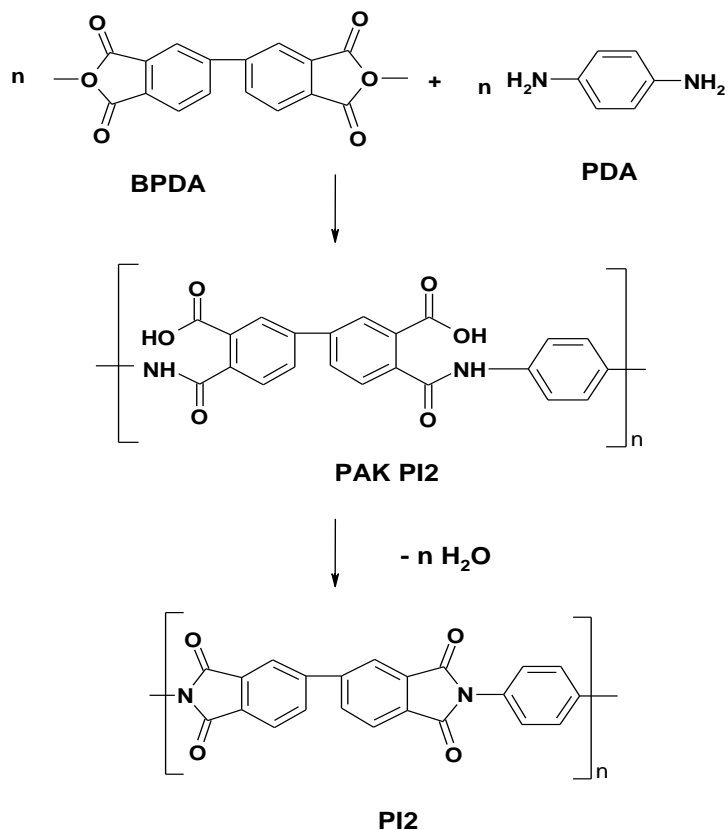
U zavisnosti od odnosa prekursora, finalni poliimidi mogu da imaju različite molske mase. [94 - 96]. Poliimidi sintetizovani iz dianhidrida 1,2,4,5 - benzentetrakarbonske kiseline (PMDA) i 4,4' - oksibisbenzen amina (oksidianilina - ODA) dobili su naziv PMDA - ODA poliimidi. Na slici 2.1. prikazana je reakcija sinteze poliimida tipa PMDA - ODA.





Slika 2.1. Reakcija sinteze poliimida tipa PMDA - ODA: prvi korak do poliimidnog prekursora PAK (PI1), a zatim drugi korak ciklodehidracija do PI1 [96]

U cilju dobijanja poliimida sa krućom strukturom i samim tim nižim vrednostima  $\alpha$ , koriste se monomeri koji ne sadrže fleksibilne veze. Poliimidi sintetizovani iz dianhidrida (1,1' - bisfenil) - 3,3',4,4' - tetrakarboksilne kiseline (BPDA) i 1,4 - benzendiamina (PDA) dobili su naziv BPDA - PDA poliimidi. Na slici 2.2. prikazana je shema dobijanja PI tipa BPDA - PDA. U zavisnosti od odnosa prekursora moguće je dobiti manje ili više krute PI strukture. Ovi poliimidi su od velikog značaja za višeslojne strukture u MEMS-u, gde dolazi do sukcesivnog nanošenja tankih polimernih i metalnih (grejači, senzori) filmova na sloj supstrata (obično  $\text{SiO}_2$ ). Naprezanja između dodirnih površina organskih (PI) i neorganskih materijala ( $\text{SiO}_2$ , Au, Ni, Cr) koji imaju malu vrednost  $\alpha$ , mogu da budu smanjena korišćenjem poliimida ovog tipa.



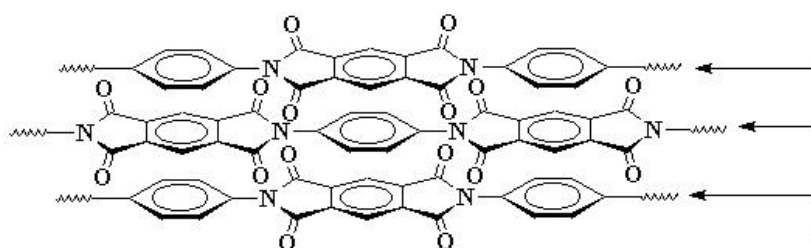
Slika 2.2. Reakcija sinteze poliimida tipa BPDA - PDA: prvi korak do poliimidnog prekursora PAK(PI2), a zatim drugi korak ciklodehidratacija do PI2 [96]

Poliimidi tipa BPDA - PDA imaju polukrutu konformaciju, usled koje nastaje izrazita orijentacija makromolekulskih lanaca u pravcu koji je paralelan sa supstratom. Posle finalnog umrežavanja na visokim temperaturama polimerni lanci su gusto pakovani. Ove poliimide karakteriše znatno niža vrednost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , % apsorpcije vlage i permeativnost od onih kod poliimida PMDA - ODA tipa. Vrednosti  $T_g$  su preko  $350^\circ\text{C}$ , dielektrična konstanta 2,9, apsorpcija vlage 1%, a koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ ,  $3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Korišćenjem PI tipa BPDA - PDA ukupno naprezanje koje nastaje na silikatnom supstratu tokom procesa finalnog umrežavanja smanjeno je za 50% [96].

#### 2.4. Kompleks transfera naelektrisanja

Stvaranje kompleksa transfera naelektrisanja (charge transfer complex (CTC)) između dianhidridnih i diaminskih grupa, kod poliimida, ispitivano je od strane više istraživačkih grupa [97, 98]. Ustanovljeno je da je to važan razlog za visoke vrednosti

temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , koje imaju poliimidi [97, 98]. Povećane interlančane privlačne sile zbog kojih se ove interakcije javljaju, povećavaju krutost lanaca i samim tim i  $T_g$ . Prisustvo grupa u dianhidridnoj jedinici koje mogu da prave mostove ima veliki uticaj na prelaz u staklasto stanje pošto se menja elektronski afinitet a samim tim se povećava mogućnost formiranja CTC kompleksa. Na slici 2.3. prikazan je idealizovan slučaj ovakvih interakcija između dianhidridnih i diaminskih grupa, gde su karbonilne grupe (akceptori) iz jednog PI lanca u interakciji sa atomima azota (donori) iz susednog PI lanca.



Slika 2.3. Idealizovan slučaj formiranja kompleksa transfera naelektrisanja između dianhidridnih i diaminskih grupa [49]

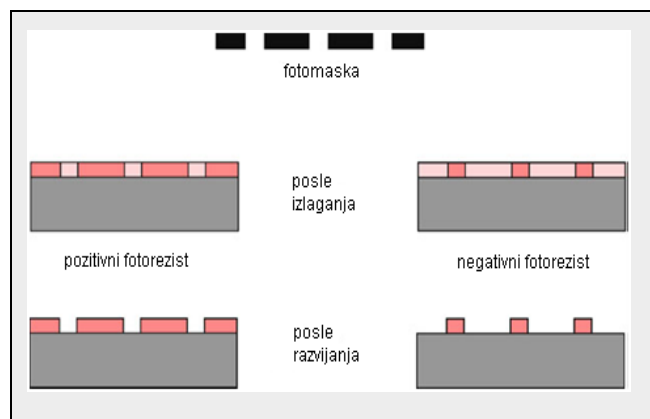
Visokotemperaturna stabilnost ( $T_g > 280^\circ\text{C}$ ) čini PI optimalnim materijalom za proces metalizacije raspršivanjem. Zbog visokog stepena planarizacije PI su pogodni za primenu kod ultraosetljivih fotolitografskih metoda [99].

## 2.5. Primena poliimida u elektronici

Prekursor poliimida PAK se u početku koristio za oblaganje i izolaciju žica, a našao je primenu i u elektronici. Prekursor poliimida PAK je rastvoran samo u veoma polarnim rastvaračima. Zbog ograničene rastvorljivosti, udeo čvrste faze mora da bude mali, kako bi viskoznost rastvora bila pogodna za procesiranje ( $< 10 \text{ Pas}$ ). Za upotrebu u elektronici, rastvori PAK u N - metil pirolidonu (NMP) obično sadrže 13 - 15 mas% čvrste supstance i mogu da se nanose na površine različitih supstrata da bi se dobili filmovi debljine od 0,5 do 5  $\mu\text{m}$  [92].

Fotoosetljivi prekursor PAK sadrži fotoreaktivne grupe (obično akrilatne, na primer - hidroksietil metakrilat - HEMA) pomoću kojih se pod dejstvom UV zračenja odvija umrežavanje sa osnovnim polimernim lancima. Nezasićeni monomer je ili

kovalentno vezan za osnovni lanac ili je povezan jonskom vezom. Kao rezultat fotoumrežavanja javlja se različita rastvorljivost delova strukture u zavisnosti od izloženosti filma UV zračenju, a film može da se razvije kao negativni fotorezist. Na slici 2.4. je prikazano šabloniranje pozitivnog i negativnog fotorezista pomoću UV zraka. Talasna dužina UV zračenja na kojoj su fotoreaktivne grupe osetljive je važna, posebno kada se radi o debljim slojevima koji treba da se ozrače.



Slika 2.4. Shema pripreme i šabloniranja pozitivnog i negativnog fotorezista pomoću UV zraka

Poliimid tipa PMDA - ODA ima najbolju apsorpciju u intervalu od 350 - 400 nm (3500 - 4000 Å) UV spektra. PI neće propuštati UV zračenje u ovoj oblasti, ako je debljina filma manja od 10  $\mu\text{m}$  [100, 101].

Različiti tipovi poliimida imaju primenu u proizvodnji integrisanih kola i mikroelektro-mehaničkih sistema. Ovi organski polimeri poseduju širok raspon mehaničkih i električnih karakteristika i uobičajeno se koriste kod elektro izolacije, kao i kod pasivizacije (primarne i sekundarne) i zaštite uređaja (zaštitni sloj kod poluprovodničkih sistema). Poliimidi se kao klasa polimera smatraju odličnim materijalima za upotrebu kod MEMS struktura pri stvaranju šupljina [102].

Poliimidi tipa PMDA - ODA se koriste za dobijanje filmova različitih debljina [103]. U poslednje vreme to je najčešće korišćen materijal za višeslojne hibride tankih filmova zbog svojih karakteristika: male vrednosti dielektrične konstante ( $\epsilon_r=3,5$ ), otpornosti na rastvarače, visoke temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , i odličnih planarnih svojstava [104].

### **3. TANKI FILMOVI**

Bimorfne mikrokonzole se sastoje od dva tanka sloja materijala kod kojih postoji velika razlika u širenju materijala pri toplotnoj pobudi. Za materijale koji bi činili bimorfnu strukturu mikrokonzole su predložena dva dizajna: metal-polimer i polimer-polimer. S obzirom da je debljina slojeva koji čine mikrokonzolu mala (do 10  $\mu\text{m}$ ), javila se potreba da se ispituju toplotna svojstva tankih polimernih filmova materijala koji su predloženi za bimorfne mikrostrukture kada je debljina filma manja od 50  $\mu\text{m}$  što je i predmet rada ove disertacije.

#### **3.1. Tanki polimerni filmovi**

Svojstva tankih polimernih filmova ne moraju, ali i mogu značajno da se razlikuju od svojstava istih tih materijala čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$  [105 - 110]. S obzirom da je upotreba tankih filmova u velikoj ekspanziji poslednjih godina u raznim oblastima od mikrofluidike, mikroelektronike MEMS uređaja (senzora i pokretača) do TFT (Thin Film Transistor) tehnologije i aeronautike, javila se potreba da se detaljnije ispituju određena svojstva tankih filmova koja značajno mogu da utiču na performanse samih uređaja. Toplotne karakteristike, kao što su koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , i temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , spadaju u red najvažnijih karakteristika kada je reč o primeni tankih polimernih filmova.

##### **3.1.1. Mehanička svojstva**

Mehanička svojstva polimera opisuju kakav odgovor ima materijal na naprezanja kojima je izložen. Za tanke polimerne filmove bitni su zatezna čvrstoća (maksimalno naprezanje koje materijal može da izdrži pre nepovratne deformacije), moduli izduženja i savijanja, izduženje i deformacija pri kidanju.

##### **Modul savijanja**

Modul savijanja predstavlja odnos naprezanja pri savijanju ili istezanju i deformacije. Polimeri se prema svojim mehaničkim svojstvima dele na četiri klase: I klasa: meki i slabi polimeri koji imaju niske vrednosti modula i mala izduženja, II klasa: tvrdi i kruti polimeri koji imaju visoke vrednosti modula i male vrednosti deformacije pri kidanju, III klasa: tvrdi i jaki polimeri koji imaju visoke vrednosti modula i pri

umerenim deformacijama dolazi do kidanja i IV klasa: žilavi i jaki polimeri koji imaju visoke vrednosti modula i tek pri velikim deformacijama dolazi do kidanja.

### **3.1.2. Toplotna svojstva**

#### **Termička stabilnost**

Materijal je termički stabilan na određenoj temperaturi kada mu se na njoj svojstva ne menjaju. Termička stabilnost unutar slojeva u višeslojnoj strukturi treba da bude veća, jer se u obzir moraju uzeti i sami procesi kojima su ove strukture izložene tokom procesa fabrikacije. Termijska stabilnost polimera se može sveobuhvatno odrediti korišćenjem termomehaničke (TMA) i termogravimetrijske (TGA) analize. Termijska degradacija polimera je ograničena difuzijom čvrste faze i zavisi od debljine sloja. Standardni poliimidi imaju veliku termičku stabilnost (u vazduhu, 400°C) [111, 112].

#### **Temperatura prelaza u staklasto stanje, $T_g$**

Temperatura prelaza u staklasto stanje polimera,  $T_g$ , predstavlja temperaturu na kojoj se materijal trajno deformiše kao odziv na primenjeno spoljašnje opterećenje. Termoplastični polimeri se ponašaju kao umrežena guma iznad temperature prelaza u staklasto stanje, deformišu se, ali ne dolazi do tečenja. Na temperaturama iznad  $T_g$  dolazi do značajne promene u mehaničkim svojstvima polimera.

#### **Koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$**

Koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , polimera je važan zbog veze sa toplotnim naprezanjima koja nastaju unutar višeslojnih struktura. Većina polimera ima vrednosti  $\alpha$  koje su za red veličine veće od vrednosti  $\alpha$  koje imaju silikonski supstrati na koji se ovi materijali nanose.

### **3.1.3. Apsorpcija vode**

Apsorpcija vode utiče s jedne strane na električna svojstva, a s druge strane na sam proces fabrikacije višeslojnih bimorfnih struktura. Maksimalna količina apsorbirane vode zavisi od stepena umreženja, temperature i relativne vlažnosti. Apsorpcija vode, čija je vrednost dielektrične konstante 78, utiče na povećanje ukupne

vrednosti dielektrične konstante polimernog filma, a samim tim i na svojstva bimorfnog materijala. Apsorbovana vlaga takođe može da izazove i ozbiljna oštećenja strukture za vreme samog procesa fabrikacije. Na povišenim temperaturama može da dođe do nekontrolisanog otpuštanja vlage (degasiranja) iz tankih višeslojnih struktura, usled čega se javlja delaminacija (razdvajanje) slojeva i pojavljuju se mehurovi unutar filma. Prisustvo vlage može da izazove koroziju metalnih slojeva (grejača i senzora).

Poliimidi imaju jaku sklonost ka apsorpciji vlage (>1,0%), ali su na raspolaganju alternativni hemijski postupci koji direktno umanjuju ovaj efekat. Dielektrična konstanta PI tipa PMDA - ODA linearno raste od 3,1 na 0% vlažnosti do 4,1 kada relativna vlažnost 100% [113].

### **3.1.4. Adhezija**

#### **Adhezija unutar slojeva**

Apsorpcija vode i naprezanje u značajnoj meri utiču na adheziju između slojeva polimera u tankom filmu. Temperatura i vlažnost su dva faktora koja smanjuju adheziju. Manifestacija slabe adhezije unutar slojeva je pojava delaminacije, odnosno razdvajanje slojeva. Adhezija polimernih materijala na neorganski supstrat može da se kvantifikuje merenjem jačine adhezije [114]. Najčešće korišćene tehnike merenja adhezije su test adhezionom trakom, test ljuštenja pod 90 stepeni i test pojave mehura. Dodirne površine kod kojih je adhezija veoma bitna su sledeće: polimer/supstrat, polimer/metal, metal/polimer, polimer/polimer i one predstavljaju predmet ispitivanja. Adhezija filma jako zavisi od pripreme same površine. Za dobro prijanjanje nanesenih tankih slojeva na supstrat neophodno je ukloniti okside i specifična zaprljanja sa površine.

#### **Adhezija na metale**

Prekursor PI rastvara Cu na dodirnoj površini, pri čemu se stvaraju soli Cu koje migriraju u polimernu matricu i na visokim temperaturama tokom finalnog umrežavanja poliimida prelaze u bakar oksid [115]. Poliimidi kontaminirani bakrom se teško uklanjaju korišćenjem jon reaktivnog nagrizanja. Nanošenjem sloja hroma ili titana blokira se difuzija bakra u poliimid i poboljšava se adhezija između slojeva [116]. Adhezija filma Cr ili Ti na poliimid je bolja ako se poveća hrapavost same površine PI

korišćenjem plazma procesa [117], bombardovanjem jonima [118], pomoću lasera [119] i hemijskim mokrim postupcima [120].

### **Adhezija na supstrat**

Adhezija polimernih filmova na višeslojne supstrate može da se poboljša povećanjem hrapavosti površine SiO<sub>2</sub> ili supstrata na bazi aluminijuma, upotrebom promotera adhezije, a ukoliko je supstrat sastavljen od prethodno nanetih polimernih slojeva, supstrat i novi sloj simultano prvo termički tretirati blago na temperaturi do 150 °C, a potom peći na temperaturi očvršćivanja. Kod imida posebno treba da se obrati pažnja na otpuštanje vode i drugih produkata nastalih u reakciji imidizacije koji mogu da dovedu do pojave mehurova i delaminacije unutrašnjih polimernih slojeva.

### **Obrada površine**

Obradom same površine supstrata moguće je popraviti adheziju filma na supstrat. Koriste se tehnike u kojima se površina bombarduje snopom jona [118] ili plazmom [117], čime se postiže veća hrapavost površine, pa je adhezija bolja. Drugi način da se adhezija poboljša je upotreba promotera adhezije, gde se hemijskim putem modifikuje sama površina supstrata, a preko funkcionalnih grupa koje su sada na površini supstrata ostvaruje se adhezija tankog filma polimera hemijskim vezama. Promoteri adhezije poliimida su iz grupe aminosilana [120].

## **3.2. Tehnike nanošenja tankih polimernih filmova**

Mnogi od procesa koji se koriste za nanošenje, šabloniranje i finalno umrežavanje tankih polimernih filmova preuzeti su iz oblasti poluprovodničkih kola. Ovim metodama se dobijaju visoko uniformni tanki filmovi - premazi.

### **3.2.1. Nanošenje dielektrika**

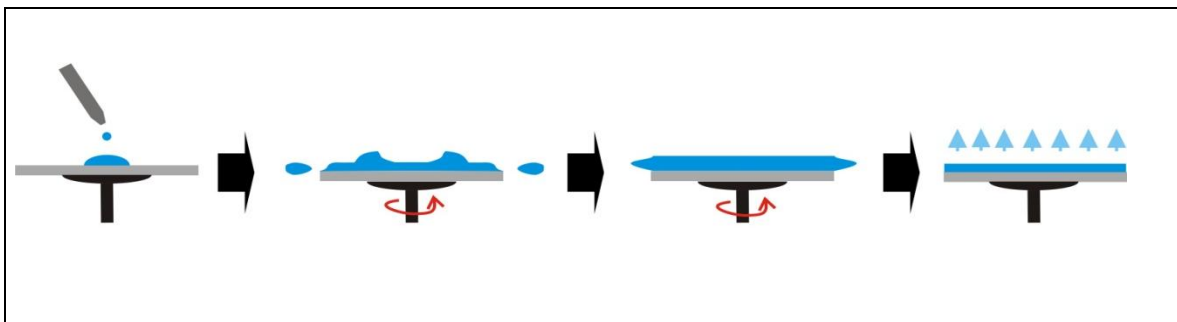
Analogno primeni fotootpornih materijala u industriji integrisanih kola, primena organskih dielektričnih materijala se razvijala preko tradicionalne tehnologije nanošenja tankog filma spin tehnikom do naprednijih metoda u koje spadaju raspršivanje (sprej tehnika) i nanošenje ekstruzijom [121]. Cilj kojem se teži je da se tanki filmovi dobiju



korišćenjem što manjeg broja procesnih koraka. Uniformnost, planarnost, i odsustvo defekata u filmu su ključni parametri.

### 3.2.2. Nanošenje spin tehnikom

Spin tehnika je metoda koja se najčešće primenjuje kada se upotrebljavaju polimerni prekursori za nanošenje na supstrat, kao što je slučaj sa poliimidima [122-124]. Komercijalni poliimidi se nalaze u formi rastvora prekursora PI. Na supstrat koji se postavlja na ploču za rotiranje nanosi se tačno definisana količina prekursora PI. Ploča se zatim okreće velikom brzinom (do 5000 o/min) i rastvor prekursora PI se raspoređuje po površini supstrata. Debljina nanesenog filma zavisi od udela čvrste supstance u rastvoru prekursora i brzine rotiranja. Naneseni prekursor PI se potom temperaturno tretira na samoj ploči u kraćem vremenskom intervalu (30 - 90s) ili u pećnici u dužem vremenskom intervalu (30 - 120 min) na temperaturama preko 250 °C, kako bi se dobio PI film. Nanošenje filma spin tehnikom je prikazano na slici 3.1.



Slika 3.1. Shematski prikaz nanošenja tankog filma polimera na supstrat spin tehnikom [125]

Ukoliko je hemija polimernog materijala kompatibilna sa procesom, ovom metodom mogu da se nanese i relativno debeli slojevi polimera, kao i da se dobiju višestruki slojevi polimera na supstratu (važi za PI i SU8).

### 3.2.3. Nanošenje sprej tehnikom (raspršivanjem)

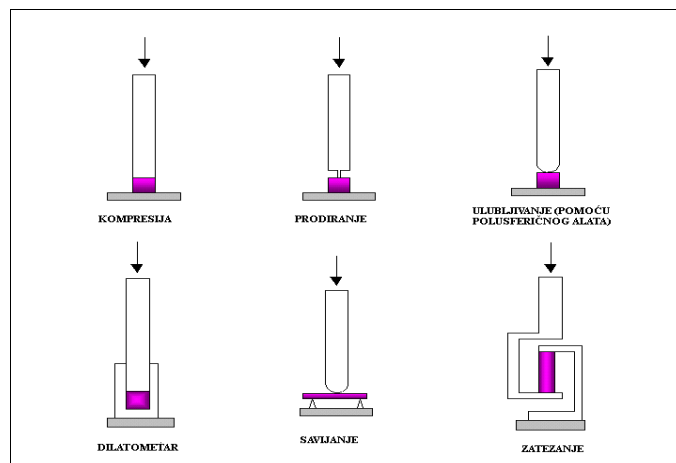
Jedna od novijih metoda nanošenja polimera, koja je razvijena kao alternativa standardnim tehnikama mokrog procesiranja koja uključuju i rastvarač, je metoda nanošenja filma polimera sprej tehnikom [126].

U jedan od procesa suvog nanošenja spada nanošenje tankih slojeva pomoću snopova molekula, gde se monomeri nanose na supstrat pomoću dva molekulska snopa, po jedan se koristi za svaki monomer. Naneti filmovi se termički tretiraju kako bi se dobio željeni PI. Na ovaj način je izbegnuta interakcija PAK - metal do koje dolazi pri korišćenju spin tehnike nanošenja (na višim temperaturama pri umrežavanju polimera). Kao rezultat interakcije PAK - metal stvaraju se oksidi metala koji mogu značajno da utiču na svojstva polimera [127]. Drugi proces alternativnog suvog nanošenja je hemijsko nanošenje u parnoj fazi. Kod ove metode se tanki filmovi dobijaju pomoću gasova na visokim pritiscima. Prekursori PI u parnoj fazi se nanose na supstrat i potom se termički tretiraju kako bi se dobio željeni PI. Tanki polimerni filmovi mogu da se dobiju i fizičkim nanošenjem monomera u parnoj fazi, uz prisustvo aktivirajućeg izvora (na primer kvarcne lampe pomoću koje se inicira polimerizacija). Polimerni filmovi dobijeni sprej tehnikom - procesom suvog nanošenja - pokazuju dobro prijanjanje na površinu supstrata [117,128].

### **3.3. Karakterisanje tankih polimernih filmova**

#### **3.3.1. Termomehanička analiza (TMA)**

Termomehanička analiza (TMA) je jedna od važnih tehnika za karakterisanje polimera iz oblasti termičke analize koja se koristi za određivanje: temperature omekšavanja ili temperature prelaza u staklasto stanje ( $T_g$ ), temperature topljenja, efekata u okolini  $T_g$ , koeficijenta toplotnog širenja ( $\alpha$ ), dimenzione kompatibilnosti dva ili više materijala, početka stvaranja pene, relativnog stepena umreženja termoreaktivnih polimera, temperature delaminacije kompozita, procenat skupljanja filmova ili vlakana, sile pri skupljanju, svojstava filma u zavisnosti od poprečnog preseka (orijentaciona), testova za premaze na metalu, filmu, optičkim vlaknima i električnim žicama. Tokom termomehaničke analize se mere promene u dimenzijama pri kontrolisanom grejanju, hlađenju ili izotermnom tretiranju materijala. Uzorci mogu i ne moraju da budu pod određenim opterećenjem za vreme TM analize. Na slici 3.2. su prikazani načini ispitivanja uzoraka kod TMA.



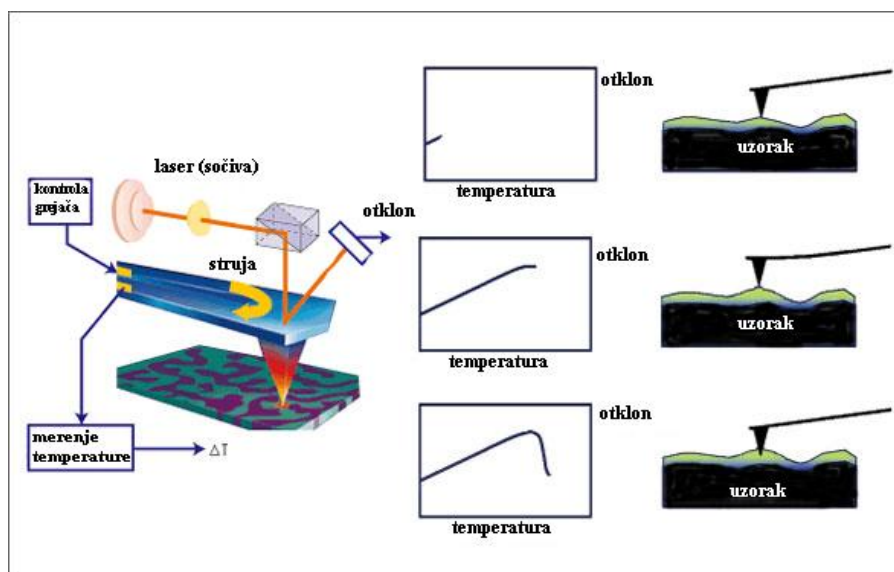
Slika 3.2. Shematski prikaz ispitivanja uzoraka kod TMA [125]

TMA predstavlja optimalnu zamenu za spektroskopske tehnike, posebno kada je reč o tankim polimernim filmovima. Jednostavnija je za primenu i interpretaciju rezultata. Kod termoplastičnih polimera dolazi do drastične promene u vrednosti koeficijenta toplotnog širenja kada temperatura dostigne vrednost temperature prelaza u staklasto stanje ( $T_g$ ). S druge strane, kod dobro umreženih (termostabilnih) polimera, promena toplotnih karakteristika (kao što su  $T_g$  i toplotni kapacitet,  $C_p$ ) je mala na temperaturi  $T_g$ . Diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (DSC) kao jedna od najviše korišćenih konvencijalnih metoda, daje slabe rezultate pri ispitivanju tankih umreženih polimernih filmova [129, 130]. Unapređena temperaturno modifikovana DSC (MT - DSC) daje bolje rezultate [131, 132], ali je nedostatak metode vreme trajanja eksperimenta koje je predugačko. S druge strane, TMA je idealna za karakterisanje tankih filmova zbog mogućnosti da meri jako male promene u dimenzijama.

### 3.3.2. Lokalna termo analiza (LTA)

Lokalna termo analiza (LTA) ili mikro/nano termo analiza (mikro/nano - TA) je tehnika termičke analize koja povezuje mikroskopiju atomskih sila sa toplotnim svojstvima materijala na submikronskom nivou, što je od izuzetnog značaja za oblast farmaceutike i polimernog inženjerstva.

LTA omogućuje ispitivanje uzoraka veoma malih dimenzija (iz opsega mikro i nano skale). Princip LTA se zasniva na merenju otklona kontrolisano grejane mikrokonzole čiji je vrh u kontaktu sa ispitivanim uzorkom (slika 3.3.).



Slika 3.3. Shematski prikaz principa rada LTA [133]

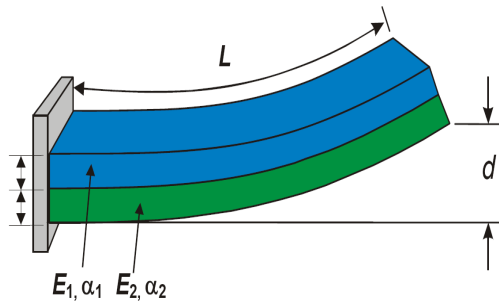
Konzola je napravljena od kvarca ili silicijuma i dobijena je postupkom mikrofabrikacije. U konzolu je ugrađen grejač u vidu tanke trake. Vrh konzole se greje i lokalno zagreva površinu uzorka. Početni otklon konzole usmeren je od površine uzorka na gore usled toplotnog širenja samog uzorka. Na temperaturama faznih prelaza, kao i temperaturi prelaza u staklasto stanje, dolazi do omekšavanja ispitivanog materijala ispod vrha konzole, pa se konzola krivi na dole, odnosno dolazi do promene nagiba krive zavisnosti otklon konzole-temperatura.

### 3.4. Mikrokonzole

Konzole su interesantne zbog svoje jednostavnosti i činjenice da se ove strukture već koriste kao mikro/nano-elektro-mehanički sistemi (MEMS/NEMS) senzori i pokretači. Konzole mikrometarskih dimenzija kao što su sonde za mikroskopiju atomskih sila [134,135], su najjednostavniji MEMS uređaji, koji mogu da se posmatraju kao osnovni gradivni delovi širokog spektra mnogo kompleksnijih MEMS uređaja.

#### 3.4.1. Otklon konzole

Položaj početnog otklona mikrokonzole, efikasnost otklona i rezonantna frekvencija zavise od krutosti strukture. Na slici 3.4. je dat shematski prikaz bimorfne konzole koja ima otklon  $d$  od ravni.



Slika 3.4. Shematski prikaz mikrokonzole ( $L$  - dužina mikrokonzole,  $d$  - početni otklon,  $E_1$  i  $E_2$  - moduli elastičnosti,  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  - koeficijenti toplotnog širenja)

Procenu početnog otklona mikrokonzole je moguće uraditi pomoću Euler-ovog modela [136] (3.1):

$$k = \frac{Ewt^3}{4L^3} \quad (3.1)$$

gde su:

$k$  - krutost strukture (konstanta opruge),  $L$  - dužina konzole,  $E$  - modul elastičnosti,  $w$  - masa konzole,  $t$  - temperatura.

Upotrebom numeričke analize i simulacije višeslojnih toplotnih pokretača pomoću metode konačnih elemenata uspostavljaju se polazne osnove za dizajn mikrokonzola. Cilj ovakve analize je da se smanji broj iteracija koje su potrebne za dobijanje (fabrikaciju) finalne konzolne mikrostrukture, odnosno smanjenje ukupnog potrebnog vremena, a samim tim i smanjenje troškova.

### 3.4.2. Izračunavanje otklona za PI konzolu

Konzole se dobijaju kombinovanim tehnikama mikrofabrikacije na silikonskom supstratu. Kao rezultat procesa mikrofabrikacije, tanki filmovi metala i polimera koji čine konzolu, imaju zaostala naprežanja. Polazna pretpostavka je da su naprežanja i deformacije u ravni linearne, pri čemu se zanemaruju dimenzije uzorka i razdaljine od ivica (granični uslovi). Oblik otklona konzole je pretpostavljen kao uniforman, s obzirom da je otklon koji je direktno zavisian od temperature i naprežanja, nezavisian od  $x$  i  $y$  koordinata u ravni. U slučaju malog početnog otklona (koji je uobičajen za konzole

na bazi sicilijuma) pomeraj usled dejstva sile na vrh konzole,  $F$ , se računa iz sledeće dve zavisnosti [136 - 138] (3.2):

$$Y_{vrh} = \frac{L^2}{2r}$$

$$Y_{vrh} = \frac{F}{3EI_{ekv}} L^3 \quad (3.2)$$

gde je:  $EI_{ekv}$  - krutost pri savijanju kompozitne konzole,  $L$  - dužina konzole,  $r$  - poluprečnik krivine otklona (funkcija modula elastičnosti, debljine konzole i koeficijenta toplotnog širenja) (3.3):

$$r = \frac{(E_1 t_1^2)^2 + (E_2 t_2^2)^2 + 2E_1 E_2 t_1 t_2 (2t_1^2 + 3t_1 t_2 + 2t_2^2)}{6E_1 E_2 t_1 t_2 (t_1 + t_2) (\alpha_2 - \alpha_1) \Delta T} \quad (3.3)$$

Krutost pri savijanju kompozitne konzole, u slučaju dva sloja može da se izrazi u funkciji debljine filma ( $t_1, t_2$ ), modula elastičnosti strukturnog materijala (Young-ovog modula) ( $E_1, E_2$ ) i širine  $B$  (3.4):

$$EI_{ekv} = f(B, t_1, t_2, E_1, E_2) = \frac{B t_1^3 t_2 E_1 E_2}{12(E_1 t_1 + E_2 t_2)} \left[ 4 + 6 \frac{t_2}{t_1} + 4 \left( \frac{t_2}{t_1} \right)^2 + \frac{E_2}{E_1} \left( \frac{t_2}{t_1} \right)^3 + \frac{E_1 t_1}{E_2 t_2} \right] \quad (3.4)$$

Kod polimernih konzola kod kojih su vrednost polaznog otklona i dužina konzole istog reda veličine (par stotina  $\mu\text{m}$ ) gore opisani analitički model ne može da se primeni. Razvijen je sistem nelinearnih jednačina kako bi se opisala osetljivost konzola (zavisnosti 3.5 i 3.6):

$$\frac{X_{vrh}^2 + Y_{vrh}^2}{4r^2} = \sin^2 \left( \frac{L}{2r} \right) \quad (3.5)$$

$$X_{vrh}^2 = 4r^2 \sin^2 \frac{L}{2r} \cos^2 \frac{L}{2r} \quad (3.6)$$

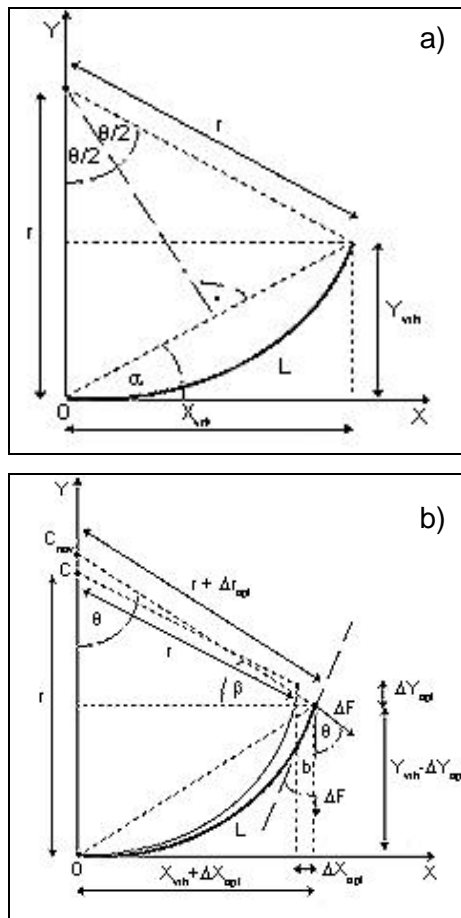
gde su:  $X_{vrh}$  i  $Y_{vrh}$  - koordinate položaja konzole.

Veza pozicije konzole ( $X_{vrh}$  i  $Y_{vrh}$ ) sa poluprečnikom krivine ( $r$ ) i dužinom konzole ( $L$ ) ima jednostavan oblik (3.7, 3.8).

$$X_{vrh} = r \sin \frac{L}{r} = r \sin \Theta \quad (3.7)$$

$$Y_{vrh} = r \left( 1 - \cos \frac{L}{r} \right) \quad (3.8)$$

Na slici 3.5. (a) dat je grafički prikaz položaja konzole pri početnom otklonu od ravni.



Slika 3.5. Grafički prikaz početnog otklona konzole (a) od ravni i (b) do novog položaja

Slično, pomeraj usled promene u spoljašnjoj sili koja deluje na vrh konzole može da se odredi iterativnim postupkom (naizmeničnim proračunom pomeraja vrha i novog poluprečnika krivine (3.9 - 3.12)). Na slici 3.5. (b) dat je grafički prikaz početnog i novog položaja konzole.

$$Y_{vrh+\Delta opt} = Y_{vrh} - \Delta Y_{opt} = Y_{vrh} - \Delta F \cos \frac{L^4}{3rEI_{ekv}} \quad (3.9)$$

$$r_{\Delta opt} = r + \Delta r_{opt} = r + \Delta Y_{opt} \cos \frac{L}{r} \quad (3.10)$$

$$\begin{aligned} Y_{vrh+n \cdot \Delta opt} &= Y_{vrh+(n-1) \cdot \Delta opt} - \Delta Y_{opt} = \\ &= Y_{opt+(n-1) \cdot \Delta opt} - \Delta F \cos \frac{L^4}{3r_{(n-1) \Delta opt} EI_{ekv}} \end{aligned} \quad (3.11)$$

$$r_{n \cdot \Delta opt} = r_{(n-1) \Delta opt} + \Delta Y_{opt} \cos \frac{L}{r_{(n-1) \Delta opt}} \quad (3.12)$$

Korišćenjem optičkog mikroskopa (pomoću digitalnih kamera) moguće je pratiti otklon bimorfnih mikrokonzola (X - koordinata se određuje, Y - koordinata (početni otklon) se zatim izračunava).

### 3.4.3. Analitički model statičkog i dinamičkog toplotnog odziva bimorfnih struktura

Analiza stacionarnog položaja mikrokonzole je zasnovana na nekoliko pretpostavki:

- i) Mikrokonzola je jedan kraj fiksiran, a drugi kraj je slobodan,
- ii) Materijali se ponašaju elastično i dimenzije poprečnog preseka su male u poređenju sa dužinom.

Usvajajući ove pretpostavke, oblik oslobođenih višeslojnih mikrokonzola duž neutralne ose se opisuje Euler-Bernoulli-jevom jednačinom (3.13):

$$\frac{\frac{d^2 y}{dx^2}}{\left[ \left( \frac{dy}{dx} \right)^2 + 1 \right]^{3/2}} = \frac{M(E_1, w_1, t_1 \dots E_i, w_i, t_i)}{EI(E_1, w_1, t_1 \dots E_i, w_i, t_i)} \quad (3.13)$$

gde su:  $dy/dx$  - nagib,  $d^2y/dx^2$  - zakrivljenost konzole u tački,  $M(E_1, w_1, t_1 \dots E_i, w_i, t_i)$  - neto momenat savijanja koji deluje na konzolu usled naprezanja zaostalih u materijalu,  $EI(E_1, w_1, t_1 \dots E_i, w_i, t_i)$  - krutost zakrivljenog kompozitne konzole koja se zasniva na Young-ovom modulu i drugom momentu površine svakog sloja.



Razvijen je analitički model za statički odziv bimorfne konzole koji se zasniva na Euler - Bernoulli-jevoj jednačini [139 - 141], u kom se početni otklon mikrokonzole izračunava pomoću zavisnosti (3.14):

$$\frac{1}{r_{poč}} = \frac{6(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)(t_1 + t_2)}{\frac{E_2' t_2^3}{E_1' t_1} + \frac{E_1' t_1^3}{E_2' t_2} + 6t_1 t_2 + 4t_2^2 + 4t_1^2} \quad (3.14)$$

gde je:  $1/r_{poč}$  - početna zakrivljenost mikrokonzole merena duž neutralne ose,  $E_1$  i  $t_1$  - Young-ovi modul i debljina gornjeg sloja,  $E_2$  i  $t_2$  - Young-ovi modul i debljina donjeg sloja.  $\varepsilon_1$  i  $\varepsilon_2$  - srednja vrednost deformacije u strukturnim slojevima usled napreznja koja su zaostala posle procesiranja

Uočen je značaj jednačine (3.13) za optimizaciju otklona kod bimorfne mikrokonzole [141, 142], pri čemu je posebno važan član kojim se opisuje odnos debljina slojeva  $E_1 t_1^2 = E_2 t_2^2$  [142]. Postoji ograničenje kod korišćenja ovog člana - može da se upotrebljava samo kod dvoslojnih struktura, a koristi se kao parametar za dizajn konzole. Optimizacija otklona konzole se zasniva na položaju neutralne ose višeslojnih konzola, koje imaju definisanu i nepromenljivu vrednost krutosti. Cilj je da se optimizacijom dobije maksimalni odnos momenta savijanja prema krutosti.

Proračun otklona za statički odziv bimorfne konzole zavisi od:

- a) linearnog napreznja duž konzole ( $\varepsilon_1 - \varepsilon_2$ ),
- b) krutosti ili elastičnosti materijala ( $E_2/E_1$  i  $E_1/E_2$ ),
- c) debljine ili odnosa debljine dva materijala ( $t_2^3/t_1$  i  $t_1^3/t_2$ ).

Razvijen je sistem nelinearnih jednačina (3.7 i 3.8) koji povezuje položaj vrha konzole ( $X_{vrh}$  i  $Y_{vrh}$ ) sa poluprečnikom krivine ( $r$ ) i dužinom ( $L$ ) mikrokonzole preko jednostavnih zavisnosti (3.7 - 3.8), u kojima je poluprečnik zakrivljenja mikrokonzole pri grejanju dat izrazom (3.15):

$$\frac{1}{r} = \frac{1}{r_{poč}} + \frac{1}{r_{toplotno}} \quad (3.15)$$

Vrednosti za  $X_{vrh}$  i  $Y_{vrh}$  iz zavisnosti 3.7 i 3.8 mogu da se dobiju i pomoću grafičke metode.

Jednačina koja opisuje dinamički odziv bimorfne strukture (3.16) se zasniva na razlici indukovanih linearnih naprezanja usled razlike u toplotnom širenju materijala pri grejanju [141 - 143]:

$$\frac{I}{r_{toplotno}} = \frac{6(t_1 + t_2) (\alpha_2 - \alpha_1) \Delta T}{\frac{E_2' t_2^3}{E_1' t_1} + \frac{E_1' t_1^3}{E_2' t_2} + 6t_1 t_2 + 4t_2^2 + 4t_1^2} \quad (3.16)$$

gde su:

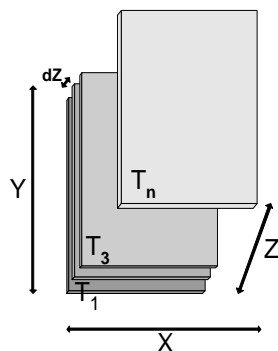
$I/r_{toplotno}$  - promena zakrivljenosti konzole usled grejanja,  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  - koeficijenti toplotnog širenja gornjeg i donjeg sloja mikrokonzole,  $\Delta T$  - promena u temperaturi između početnog i krajnjeg stanja (pod pretpostavkom da je temperatura konzole uniformna). Korišćenjem ovog modela moguće je dobiti izgled statički i dinamički pobuđenih konzola duž neutralne (x) ose.

#### 3.4.4. Dinamički model za prenos toplote kod bimorfne konzole

Kada se konzole priključe na izvor struje i integrisani mikro-grejači uključe, javlja se gradijent temperature u slojevima konzole između kojih se nalazi grejač. Energija se transformiše iz električne u toplotnu, struji od toplijih centralnih slojeva ka hladnijim spoljašnjim slojevima konzole. Količina energije koja struji proporcionalna je gradijentu. Ako se pretpostavi da postoji uniformnost u materijalu, kao i da je ista temperatura u slojevima (x i y pravac, slika 3.6.), dobija se protok toplote u jednoj dimenziji, dat sledećom jednačinom (3.17):

$$q = -kA \frac{\partial T}{\partial z} \quad (3.17)$$

gde je:  $q$  - brzina prenosa energije (J/s),  $k$  - konstanta toplotne provodljivosti za materijal,  $A$  - površina poprečnog preseka,  $T$  - temperatura,  $z$  - razdaljina (promenljiva debljina sloja).



Slika 3.6. Temperaturni gradijent u materijalu za jednu dimenziju

Izraz 3.17 je poznat i kao Furijeov zakon provodljivosti, gde konstanta  $k$  predstavlja toplotnu provodljivost materijala. Negativni predznak se odnosi na činjenicu da temperatura opada u pravcu udaljavanja od izvora toplote. Kombinovanjem bilansa energije i Furijeovog zakona dobija se jednačina za toplotnu provodljivost u tri dimenzije (3.18):

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{1}{k} \frac{dq}{dt} = \frac{\rho c}{k} \frac{\partial T}{\partial \tau} \quad (3.18)$$

gde su:

$dq/dt$  - promena energije u materijalu po zapremini,  $\rho$  - gustina materijala,  $c$  - toplotni kapacitet.

Ovom jednačinom izražena je ravnoteža između unutrašnje energije konzole, toplotnog fluksa koji se ostvaruje konvektivnim i konduktivnim mehanizmom (a ispoljava se gubicima toplote u okolinu i u učvršćeni supstrat) i dovedene energije (konverzijom električne energije u Džulovu toplotu). Odnosno izraz dobija sledeći oblik (3.19):

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = k \Delta T + \frac{E^2}{\rho_e} \quad \text{ili} \quad \frac{E^2}{\rho_e} = J^2 \rho = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} - K \Delta T \quad (3.19)$$

gde su:

$E$  - električno polje,  $J$  - gustina struje,  $\rho_e$  - električna otpornost,  $K$  - konstanta provodljivosti.

Negativni znak ispred člana  $K \Delta T$  na desnoj strani jednačine ukazuje na opadanje temperature zbog toplotnih gubitaka.

Jednačina 3.19 može da se napiše i u sledećem obliku:

$$P_{el} = mc \frac{\partial T}{\partial \tau} + |K\Delta T| \quad (3.20)$$

gde su:

$P_{el}$  - snaga električnog grejanja,  $m$  - masa konzole.

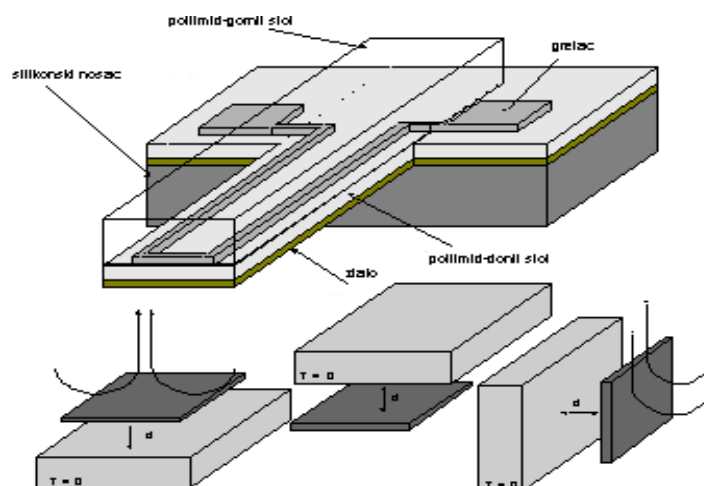
Iz zavisnosti 3.20 može da se vidi da će pretpostavke i aproksimacije za toplotnu analizu struktura koje sačinjavaju konzolu zavisiti od količine toplotnih gubitaka. Toplotni fluks od konzole ka supstratu može da se opiše preko mehanizma toplotne kondukcije. Izraz 3.20 se transformiše u sledeći oblik (3.21):

$$cm \frac{d(T_c - T_{fluid})}{dt} + \gamma A (T_c - T_{fluid}) = P_{el} \quad (3.21)$$

gde su:

$A$  - površina transfera toplote,  $T_c$  i  $T_{fluid}$  - temperature konzole, odnosno okolnog fluida (vazduha, vakuuma, inertnog gasa, itd.),  $c$  - rezultatna specifična toplota,  $m$  - ukupna masa višeslojne konzole,  $\gamma$  - srednja vrednost koeficijenta prenošenja toplote.

Koeficijent prenošenja toplote,  $\gamma$ , zavisi od dinamičke viskoznosti, specifične toplote i toplotne provodljivosti fluida, kao i od srednje brzine i tipa strujanja fluida duž zagrejane površi (slika 3.7).



Slika 3.7. Shematski prikaz modela bimorfne konzole Au-PI i tri različite orijentacije za element koji je zagrejan

Za postavljanje dinamičkog modela koji opisuje prenos toplote kod bimorfnih struktura potrebni su sledeći parametri:

**a) toplotna provodljivost**

Brzina prenosa toplote provođenjem (kondukcijom) kroz jedinicu površine poprečnog preseka materijala kada postoji gradijent temperature u pravcu koji je normalan (upravan) na površinu. Koeficijent toplotne provodljivosti je predstavljen kao količina toplote koja prođe kroz jedinicu zapremine supstance u datoj jedinici vremena, kada je razlika u temperaturi 1 stepen.

**b) toplotni kapacitet**

Toplotni kapacitet se povezuje sa specifičnom toplotom materijala (gustinom specifične toplote). To je količina toplote koja je potrebna da se izazove promena temperature od jednog stepena u jedinici mase materijala, odnosno predstavlja sposobnost materijala da skladišti toplotu.

**c) difuzija toplote**

Difuzija toplote opisuje brzinu prenosa toplote kroz odgovarajući medijum. Povezana je sa toplotnom provodljivošću i toplotnim kapacitetom. Velika toplotna difuzivnost inhibira provođenje toplote.

U tabeli 3.1 su dati najvažniji parametri neophodni za proračun vremenskih konstanti u dinamičkom toplotnom modelu za bimorfne Au - PI i PI - PI mikrokonzole.

Tabela 3.1. Toplotne karakteristike za izabrane materijale [125]

Materijal/karakteristika	Toplotni kapacitet [Cal/cm <sup>3</sup> .°C]	Toplotna provodljivost [Cal/s.cm.°C]	Toplotna difuzivnost [cm <sup>2</sup> /s]
<b>Zlato</b>	<b>0,5944</b>	<b>0,7600</b>	<b>~1,293</b>
<b>Hrom</b>	0,8783	0,2247	~0,2558
<b>Aluminijum</b>	<b>0,5805</b>	<b>0,5664</b>	<b>~0,9757</b>
<b>Silicijum</b>	<b>0,3929</b>	<b>0,2868</b>	<b>~0,73</b>
<b>Aluminijum oksid</b>	0,0279	0,0717	~0,084
<b>Polimid</b>	<b>0,4186</b>	<b>0,00037</b>	<b>~0,00088</b>
<b>Voda (20°C)</b>	1	0,0014	~0,0014
<b>Etanol</b>	0,000319	0,0004063	~1,2737
<b>Vazduh (20°C)</b>	0,000289	0,000057	~0,19706

### **III EKSPERIMENTALNI DEO**

#### 4. PLAN EKSPERIMENTALNOG RADA

Cilj ovog rada je dobijanje i ispitivanje tankih poliimidnih filmova debljine ispod 10  $\mu\text{m}$  i njihove primene, kao zamene za silicijum, u bimorfnim MEMS uređajima. Literaturno dostupni podaci za svojstva polimera se odnose na materijale čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$  i njihove vrednosti su konstantne. Svojstva tankih polimernih filmova mogu značajno da se razlikuju od svojstava tih istih materijala čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$ . S obzirom da se kod MEMS mikrokonzola radi o debljinama koje su manje od 10  $\mu\text{m}$ , neophodno je ispitati svojstva odgovarajućih tankih poliimidnih filmova. U tu svrhu potrebno je:

- Pripremiti tanke filmove debljine od 2  $\mu\text{m}$  do 10  $\mu\text{m}$  i odrediti master krive debljina filma – brzina rotacije.
- Karakterisati pripremljene tanke filmove (debljina, stepen imidizacije, površinska analiza).
- Ispitati uticaj debljine filma i temperature imidizacije na toplotne karakteristike (koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , i temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ ) pripremljenih tankih poliimidnih filmova. Za određivanje  $T_g$  će se pored standardne TMA metode, po prvi put primeniti i nova, jednostavnija i ekonomski isplativija LTA metoda. Rezultati dobijeni pomoću ove dve metode će biti upoređeni.
- Na osnovu rezultata karakterisanja tankih poliimidnih filmova uraditi optimizaciju procesnih parametara, kao i simulaciju, funkcionalizaciju i modelovanje bimorfnih mikrosenzora i mikropokretača tipa zlato - poliimid (Au - PI) i poliimid - poliimid (PI - PI).
- Na osnovu rezultata simulacije mikrokonzola i dobijanja preliminarne procene novih materijala predloženih za dizajn mikrokonzola, fabrikovati nove bimorfne Au - PI i PI - PI mikrostrukture.
- Ispitati svojstva Au - PI i PI - PI konzola pod različitim temperaturnim uslovima (pri statičkoj i dinamičkoj toplotnoj pobudi) sa ciljem da se dobiju i procene efekti toplotne pobude na ponašanje konzola.
- Postaviti analitički model za statički i dinamički odziv bimorfnih konzola pri toplotnoj pobudi i eksperimentalno dobijene rezultate uporediti sa rezultatima dobijenim iz analitičkog modela, a zatim sagledati mogućnost primene ovakvih struktura kao ekonomski isplativih zamena za standardne Si - mikrokonzole.

#### 4.1. Materijali

Poliimidi koji su korišćeni u ovoj doktorskoj disertaciji su izabrani prema odgovarajućim karakteristikama prikazanim u tabeli 4.1. proizvođača HD Microsystems, iz serija PI2500, PI2600 i PI2700. Poliimidi PI2562 (PI1) i PI2723 (PI3) spadaju u tip PMDA - ODA, dok je poliimid PI2616 (PI2) tip BPDA - PDA. Poliimid serije PI2700 (PI3) je dobijen od fotoosetljivog prekursora sastavljenog od modifikovanih oligomera PMDA i ODA (uvedene su estarske grupe osjetljive na UV zračenje na krajeve osnovnog niza). U tabeli 4.1. su date karakteristike odabranih poliimida i metala koji se koriste u MEMS-u.

Tabela 4.1. Karakteristike odabranih poliimida i zlata [125, 133, 144 - 146]

Karakteristike	Jedinice	Au	Tipovi poliimida		
			PI1	PI2	PI3
Viskoznost	$10^3$ Pas	-	1	23	26
Gustina	$g/cm^3$	19,3	1,44	1,44	1,61
Debljina filma	$\mu m$	-	1,0-2,0	0,7-2,0	2,0-4,0
$T_{pečenja}$	$^{\circ}C$	-	325	350	350
Dielektrična konstanta, $\epsilon_r$		6,3	3,4	2,9	3,3
Koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$	$10^{-6} K^{-1}$	14,2	60	3	57
Specifična toplota	$J/g^{\circ}C$	0,128	1,17	1,13	1,09
Naprezanje	MPa	-	25	2	25
Modul elastičnosti, G	GPa	78	1,8	8,5	2,5

Poliimidi PI1, PI2 i PI3 su u formi prekursora, PAK PI1, PAK PI2 i PAK PI3 u N - metil pirolidonu (NMP) sa sadržajem čvrste supstance od 15 mas% (PI2 i PI3) do 25 mas% (PI1).

#### 4.2. Postupci dobijanja tankih poliimidnih filmova

Dobijene su serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova spin tehnikom na uređaju spinner Holmark, Opto - Mechatronics Pvt, Ltd, Model NO-TH-05, variranjem brzine rotiranja u intervalu od 1000 do 5000 o/min, Debljina PI filmova je merena pre i posle finalnog umrežavanja (processa imidizacije). Na osnovu dobijenih podataka, određene su krive



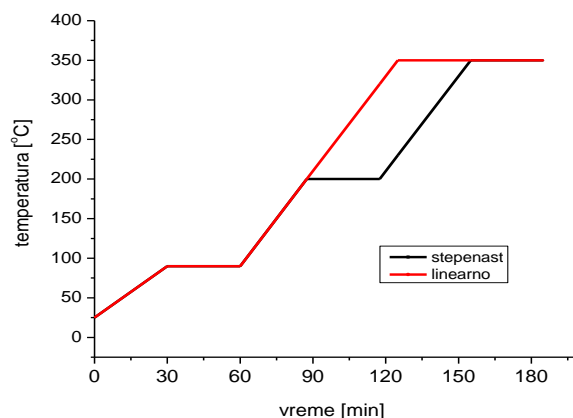
zavisnosti debljina filma - brzina rotacije, takozvane master krive. Odabrane su brzine rotacije za četiri krajnje debljine filma PI1, PI2 i PI3 ( $\sim 2,5 \mu\text{m}$ ,  $\sim 5\mu\text{m}$ ,  $\sim 7,5 \mu\text{m}$ ,  $\sim 10 \mu\text{m}$ ), na osnovu čega su napravljene serije tankih poliimidnih filmova tačno definisanih debljina (2 - 10  $\mu\text{m}$ ) uz variranje temperature umrežavanja (275°C - 375°C, sa korakom od 25°C), u dva temperaturna režima zagrevanja filma do krajnje temperature na kojoj se odvija umrežavanje (linearni i stepenasti profil).

#### **4.2.1. Postupak za dobijanje tankih PI filmova spin tehnikom**

Razvijen je postupak za dobijanje tankih PI1, PI2 i PI3 tankih filmova spin tehnikom (tj. tehnikom brzog rotiranja) koji se sastoji od sledećih koraka:

1. Supstrat (silikonski nosač definisanih dimenzija 1x1 cm) koji treba da se prevuče filmom polimera, temperira se do sobne temperature i postavlja na centar diska za rotiranje,
2. Definisana količina rastvora prekursora PI se nanosi na centar supstrata pomoću automatskog šprica i ostavi 1 min da se statički relaksira na površini supstrata,
3. Vreme rotiranja: 15 s, brzina rotiranja 500 o/min. Brzina rotiranja se potom stepenasto povećava do maksimalne brzine (1000 - 5000 o/min, vreme rotiranja 45 s). Duže vreme rotiranja diska je izabrano zbog uočene veće uniformnosti površine filmova (optičkim mikroskopom). Debljina filma zavisi od brzine rotiranja. Na osnovu prethodno određenih krivih zavisnosti debljina filma-broj obrtaja i željene debljine filma bira se maksimalna brzina rotacije. Za filmove većih debljina procedura pod 2) i 3) se ponavlja više puta.
4. Prekursor PI3 se izlaže dejstvu Hg lampe, a zatim tretira rastvorom ksilena i butirolaktona (oba Sigma - Aldrich), kako bi se neumreženi delovi rastvorili. Supstrat se zatim ispira ksilenom da se ukloni zaostali butirolakton i suši rotiranjem 30 s na spinneru (brzina 3000 o/min).
5. Tanki filmovi prekursora PI1, PI2 i PI3 se stavljaju u sušnicu na 120°C (30 min, struja N<sub>2</sub>).
6. Polimerizacija PI1, PI2 i PI3 se izvodi u pećnici (Vakutherm 6000, Heraeus, 6130 P - BL) na visokoj temperaturi (275°C - 375°C, korak 25°C), brzina zagrevanja 3°C/min. Sa porastom temperature dolazi prvo do uklanjanja rastvarača, sporednih gasovitih proizvoda, a zatim do umrežavanja polimera i

njegovog finalnog očvršćavanja. Izabrana su dva temperaturna profila (linearno i stepnjevitno zagrevanje) koja su korišćena za polimerizaciju prekursora PI1, PI2 I PI3. Na slici 4.1. prikazani su temperaturni profili finalnog umrežavanja do 350°C (kao reprezentativni).



Slika 4.1. Temperaturni profili finalnog umrežavanja do 350°C (linearni i stepenast)

Procedura za finalno umrežavanje PI filmova na ostalim temperaturama data je u Tabeli 4.2.

Tabela 4.2. Procedura za finalno umrežavanje PI filmova

Material	Sušenje (u N <sub>2</sub> )	Finalno umrežavanje PI filma (u N <sub>2</sub> )	
		linearno zagrevanje (profil 1)	stepenasto zagrevanje (profil 2)
Poliimid PI1, PI2 i PI3	120°C / 30 min	Sobna temperatura do finalne temperature umrežavanja (FTU)(275°C - 375°C), brzina zagrevanja 3°C /min FTU/ 60 min	Sobna temperatura do 200 °C, brzina zagrevanja 3°C /min 200°C / 30 min
		FTU do sobne temperature, brzina hlađenja 10°C /min	200 - FTU (275°C - 375°C), brzina zagrevanja 2.5°C /min FTU/ 60 min FTU do sobne temperature, brzina hlađenja 10°C /min

### 4.3. Karakterisanje tankih PI filmova

Svi PI1, PI2 i PI3 filmovi su karakterisani merenjem debljine filma, snimanjem površine (topografska 2D i 3D analiza), određen je stepen imidizacije, a toplotne

karakteristike su dobijene pomoću termomehaničke analize (koeficijent toplotnog širenja i temperatura prelaza u staklasto stanje) i lokalne termo analize (temperatura prelaza u staklasto stanje).

#### **4.3.1. Merenje debljine PI filmova**

Reflektometar Filmetrics F20 je korišćen za merenje debljine svih uzoraka PI filmova, metodom bez kontakta za merenje transparentnih materijala (do dva sloja može meriti istovremeno). Merenja se vrše samo sa jedne strane uzorka, pomoću objektiva koji fokusira različite talasne dužine na različitim rastojanjima. Talasna dužina koja se odbija nazad direktno zavisi od udaljenosti između objektiva i gornje i donje površine uzorka i debljina se može lako izračunati na osnovu dva pika na refleksionom spektru. Debljina se može meriti za manje od sekunde.

#### **4.3.2. FTIR analiza**

Stepen imidizacije PI1, PI2 i PI3 praćen je FTIR spektroskopijom pomoću instrumenta FT - IR Perkin Elmer Inc., Spectrum GX. Konverzija prekursora PAK u PI tokom toplotne imidizacije je određivana preko odnosa dva karakteristična pika iz odabranih spektara, na osnovu kojih su dobijene krive zavisnosti stepena imidizacije sva tri PI na visokim temperaturama.

#### **4.3.3. Termomehanička analiza (TMA)**

Za sve serije PI urađena je termomehanička analiza (TMA) na uređaju TA INSTRUMENTS TMA 2940, sa ciljem da se ispita zavisnost toplotnih karakteristika, temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , i koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma. Uzorci PI (pravougaonog oblika dimenzija 2 mm x 25 mm x debljina filma) su fiksirani između dva vertikalna držača pod malim početnim naprežanjem od 0,05 N (kako ne bi došlo do uvijanja tankog filma) i ispitivani merenjem izduženja pri promeni temperature. Temperaturni režim je bio sledeći: svi uzorci su prvo grejani od sobne temperature do 200°C, brzinom 15°C /min (struja N<sub>2</sub>, protok:100 cm<sup>3</sup>) sa ciljem da se ukloni apsorbovana vlaga u filmovima, a zatim hlađeni do sobne temperature brzinom od 10°C/min. Vrednosti za  $\alpha$  i  $T_g$  su dobijene pri drugom zagrevanju uzorka do 200°C, u temperaturnom intervalu od 50°C do 200°C, pri brzini zagrevanja od 5°C /min.

#### 4.3.4. Lokalna termo analiza (LTA)

Lokalna termo analiza (LTA) je za sve PI filmove urađena korišćenjem mikroskopije skenirajućom sondom (MSS) (Veeco Dimension 3000) u kombinaciji sa Anasys Instruments(AI) nano - TA (NTA) opremom i Si (AI) mikrofabrikovanim toplotnim konzolama (ThermaLever AN2 - 300). Konzole su kalibrisane pomoću nekoliko polimernih standarda. Svi uzorci PI filmova su skenirani i izabrane su po tri karakteristične tačke na površini filmova u kojima su merene temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Vrednost  $T_g$  za sve uzorke je određena kao srednja vrednost merenja u odabranim tačkama. Brzina zagrevanja za LTA analize je bila 20°C/s. Za skeniranje površine filmova korišćena je mikroskopija atomskih sila (AFM) u kontaktnom (tapkajućem) režimu rada. Dobijene vrednosti  $T_g$  upoređene su sa  $T_g$  vrednostima dobijenim pomoću standardne TMA analize.

#### 4.4. Mikrokonzole

##### 4.4.1. Materijali

Poliimidi (HD MicroSystems) iz Serija PI2500 (PI1), PI2600 (PI2), PI2700 (PI3) su izabrani na osnovu rezultata ispitivanja tankih filmova s jedne strane, kao i velike razlike u vrednosti koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , ( $> 50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za PI1 i PI3,  $< 3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za PI2) u odnosu na zlato i jednostavnosti proizvodnje, s druge strane. Razlike u  $\alpha$  treba da dovedu do velikih početnih otklona van ravni bimrfnih struktura. Neka od fizičkih, toplotnih, mehaničkih i električnih svojstava materijala koji su izabrani za mikrokonzole su data u tabelama 4.3. i 4.4.

Tabela 4.3. Fizička, toplotna, mehanička i električna svojstva materijala [125, 133, 145, 146]

	jedinice	SiO <sub>2</sub>	Au	PI1	PI2	PI3
gustina	g/cm <sup>3</sup>	2,2	19,28	1,44	1,44	1,61
Koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	0,4	14,2	60	3	57
Koeficijent toplotne provodljivosti	10 <sup>3</sup> W/cm °C	1480	3200	1,46	1,05	1,55

Specifična toplota	J/g °C	0,7	0,128	1,17	1,13	1,09
Young modul, E	GPa	70-75	78	2,5	8,5	2,7
Poasonov odnos		0,17	0,42-0,44	0,35	0,36	0,35
Otpornost	Ohm.cm	0,1	$2,2 \cdot 10^{-6}$	$>10^{15}$	$>10^{15}$	$>10^{15}$
Naprezanje	MPa	0	0	25	2	25
Dielektrična konstanta		12	6,3	3,4	2,9	3,3
Apsorpcija vlage	mas %	-	-	3	0,5	4,3
Temperatura prelaza u staklasto stanje, T <sub>g</sub>	°C	-	-	300	380	310
Temperatura razgradnje	°C	-	-	550	680	550

Tabela 4.4. Karakteristike reprezentativnih metala [145, 146]

Metal	E (GPa)	$\alpha$ ( $10^{-6}K^{-1}$ )	Otpornost $\mu\Omega\text{cm}$	Toplotna provodljivost $Wm^{-1}K^{-1}$	Koeficijent toplotne otpornosti, $\alpha \cdot 10^6(K^{-1})$	Otpornost na hemikalije i oksidaciju	Unutrašnje naprezanje	Mokro nagri-zanje
<b>Au</b>	<b>80</b>	<b>13</b>	<b>2,40</b>	<b>315</b>	<b>8300</b>	<b>odlična</b>	<b>malo</b>	<b>lako</b>
Al	70	23	2,83	237	3600	dobra	malo	lako
Pt	170	9	10,6	72	3927	odlična	veliko	teško
Ni	200	13	6,84	91	6900	dobra	malo	lako
NiCr	186	4	101	11,3	1700	dobra	veliko	lako

#### 4.4.2. Simulacija mikrokonzola

Softverski programski paket Intellisuite & ThermoElectroMechanical (TEM) - modelovanje za Mikro - Elektro - Mehaničke Sisteme (MEMS) koji se zasniva na metodi konačnih elemenata (IntelliSense Software Corp., 2010, USA) je korišćen za simulacije mikrokonzola sa ciljem da se dobije prelimirarna procena novih materijala koji su predloženi za dizajn mikrokonzola.

#### 4.4.3. Fabrikacija mikrokonzola

Akcentat pri fabrikaciji Au - poliimid i poliimid - poliimid mikrokonzola je na ekonomski povoljnom i jednostavnom procesiranju, koje se sastoji od dva ili tri litografska koraka. Ovaj pristup je izabran zbog velikog potencijala i mogućnosti

primene kod sve više traženih supstrata, od polimernih folija ili reel-reel tehnika, s obzirom da su smanjeni i pojednostavljeni koraci pri optičkom šabloniranju.

### **Postupak za dobijanje metal-poliimid i poliimid-poliimid bimorfnih konzola**

Razvijen je postupak za dobijanje bimorfnih konzola tipa metal-poliimid i poliimid-poliimid koja se sastoji od sledećih koraka:

1. Dva tanka metalna sloja, hrom i zlato, sukcesivno se nanose na  $\text{SiO}_2$  nosač (korišćenjem plazma procesa). Hrom se nanosi zbog bolje adhezije na supstrat, a zlato sa ciljem da se spreči oksidacija hroma, pri dejstvu kiseonika iz vazduha.
2. Tanki metalni slojevi se šabloniraju korišćenjem standardnih tehnika (litografija, a zatim proces mokrog nagrivanja) i na taj način se dobijaju ogoljene  $\text{SiO}_2$  površine - na njima će se nalaziti bimorfne konzole. Važan korak u postupku fabrikacije je finalno oslobađanje bimorfnih struktura u kojima one zauzimaju početni otklon od ravni. Zlato je izabrano za žrtveni sloj zbog ispoljene slabe adhezije na  $\text{SiO}_2$  supstrat.
3. Nanosi se prvi strukturni sloj bimorfne konzole.
  - a) U slučaju kada je prvi strukturni sloj bimorfne konzole metalni (zlato), koristi se plazma tehnika za nanošenje sloja. Debljina sloja je prethodno definisana.
  - b) U slučaju kada je prvi strukturni sloj bimorfne konzole polimer (PI2) koristi se spin tehnika za nanošenje sloja prekursora PAK. Brzina rotacije diska je izabrana iz dijagrama sa slike 3.1.(b) za željenu debljinu PI2 filma. Tanki PI film se zatim suši i umrežava. Temperaturni režim i procedura su opisani pod 4.2.1., pri čemu je izabran stepenast temperaturni profil do  $350^\circ\text{C}$  za umrežavanje PI2. Zatim se nanose dva tanka filma - Cr (adhezioni) i Au - plazma procesom i šabloniraju standardnim tehnikama (litografija i postupak mokrog nagrivanja) kako bi se definisale trake za grejanje, kontaktne mesta i pozicije signalnih linija.
4. Nanosi se drugi strukturni sloj, koji je poliimidni (PI1 ili PI3). Za nanošenje prekursora PAK PI1 ili PAK PI3 se koristi spin tehnika. Brzina rotacije diska je za željene debljine PI1 ili PI3 filma izabrana iz dijagrama sa slika 5.1.(a) i 5.1.(c). Tanki PI film se zatim suši i umrežava po proceduri koja je opisana pod 4.2.1., pri čemu je izabran stepenast temperaturni profil do  $350^\circ\text{C}$  za umrežavanje PI1 i PI3.

5. U slučaju kada je prvi strukturni sloj bimorfne konzole metalni (zlato), po nanošenju drugog strukturnog sloja nanose se dva tanka filma Cr (adhezioni) i Au plazma procesom i šabloniraju standardnim tehnikama (litografija i postupak mokrog nagrivanja) kako bi se definisale trake za grejanje, kontaktna mesta i pozicije signalnih linija. Zatim se nanosi novi tanak sloj PI1 ili PI3 spin tehnikom kako bi se signalne trake hermetički zatvorile. Brzina rotacije diska je za željene debljine PI1 ili PI3 filma izabrana iz dijagrama sa slika 3.1. (a) i 3.1. (c). Tanki PI film se zatim suši i umrežava po proceduri koja je opisana pod 4.2.1, pri čemu je izabran stepenast temperaturni profil do 350°C za umrežavanje PI1 i PI3.
6. Mikrokonzole se šabloniraju pomoću sloja fotorezista (litografija), a zatim se Au - PI1 i Au - PI3 strukture oslobađaju anizotropnim nagrivanjem kiseonikom (O<sub>2</sub> - plazma proces), dok se PI2 - PI1 i PI2 - PI3 strukture oslobađaju korišćenjem mokrog postupka nagrivanja zlata (žrtveni sloj).

#### 4.4.4. Početni otklon mikrokonzola

Optički mikroskop (Meiji Trinocular Zoom Stereo Microscope) je korišćen za određivanje kvaliteta umreženih PI filmova, kao i početnog otklona Au - PI i PI - PI konzola na temperaturi od 25°C (slika 4.2.). Na ekranu se vidi čip sa 384 polimerne konzole sa integrisanim strukturama za pobuđivanje, ukupna aktivna površina čipa 0,8 cm<sup>2</sup>.



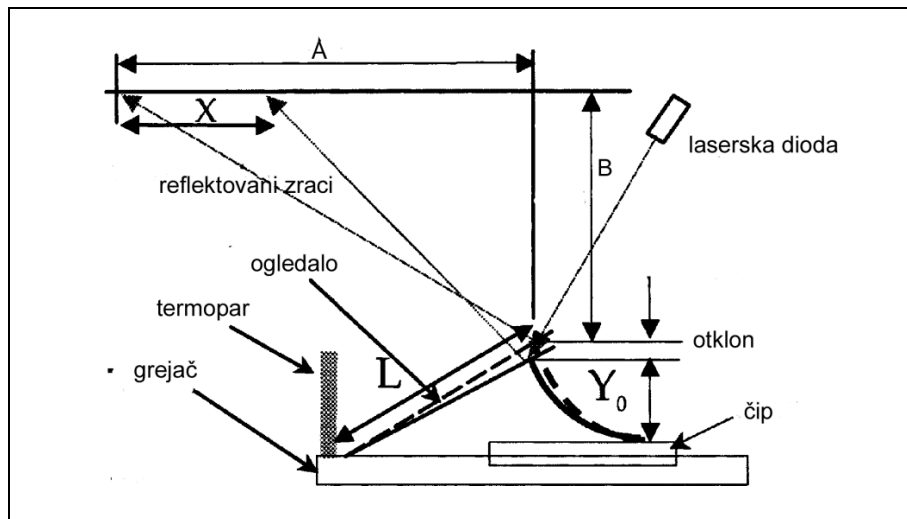
Slika 4.2. Optički mikroskop i prikaz čipa sa 384 polimerne mikrokonzole (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., Science and Technology Facilities Centre (STFC), Južni Oksfordšir)

#### 4.4.5. Termičko testiranje bimorfni mikrokonzola

##### a) Statički odziv bimorfni mikrokonzola

Ispitivanje statičkog odziva Au - PI i PI - PI mikrokonzola tokom toplotne pobude praćeno je na dva načina (uz linearnu kontrolu pozicije mikrokonzole):

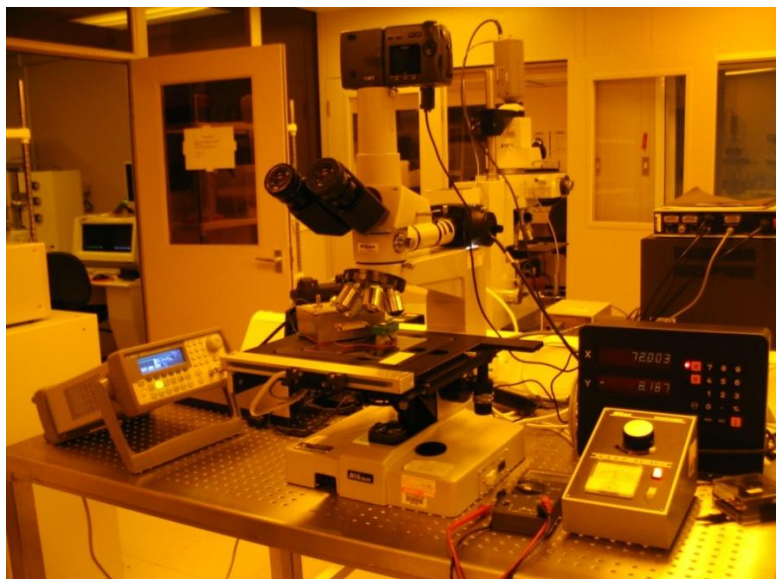
Aparatura je shematski prikazana na slici 4.3.



Slika 4.3. Shematski prikaz aparature za praćenje pomeraja mikrokonzole pri statičkoj toplotnoj pobudi - metoda 1

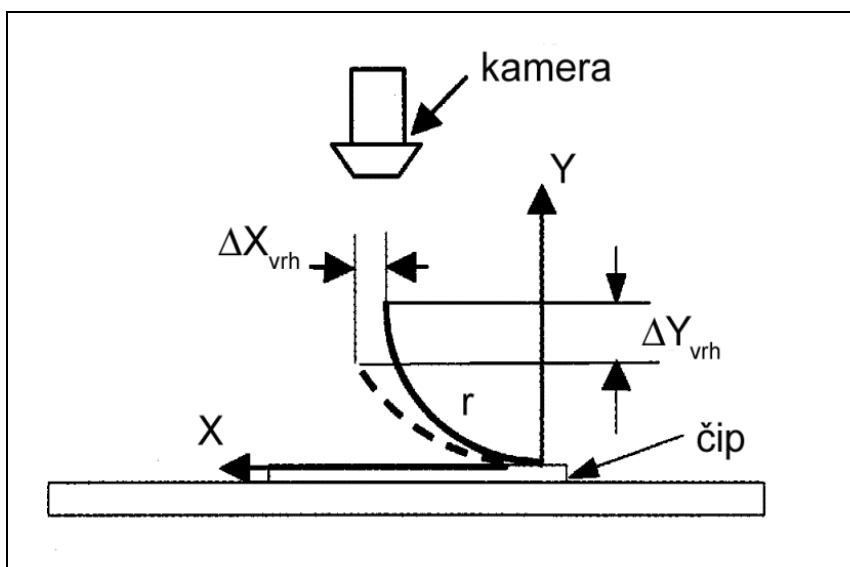
Praćenje pomeraja mikrokonzola se realizuje pomoću laserskog zraka i mikroogledala (na silikonskoj pločici) koja je postavljena na sam vrh mikrokonzole. Mikrokonzole se stavljaju na ploču koja se programirano zagreva. Mikrokonzola se savija pri dejstvu toplote, laserski zrak se reflektuje od mikroogledala na ekran iznad aparature, a pozicija je pomerena u odnosu na polaznu (za dužinu  $X$ ). Urađene su serije merenja rastojanja rasute svetlosti ( $X$ ) za Au - PI1, Au - PI3, PI2 - PI1 i PI2 - PI3 mikrokonzole u temperaturnom intervalu od 25°C do 100°C. Otkloni konzola su dobijeni iz analitičke zavisnosti koja je dobijena na osnovu rezultata merenja rastojanja rasute svetlosti ( $X$ ) u temperaturnom intervalu od 25°C do 100°C i geometrije eksperimentalne aparature (slika 4.3). Aparatura je prikazana na slici 4.4.





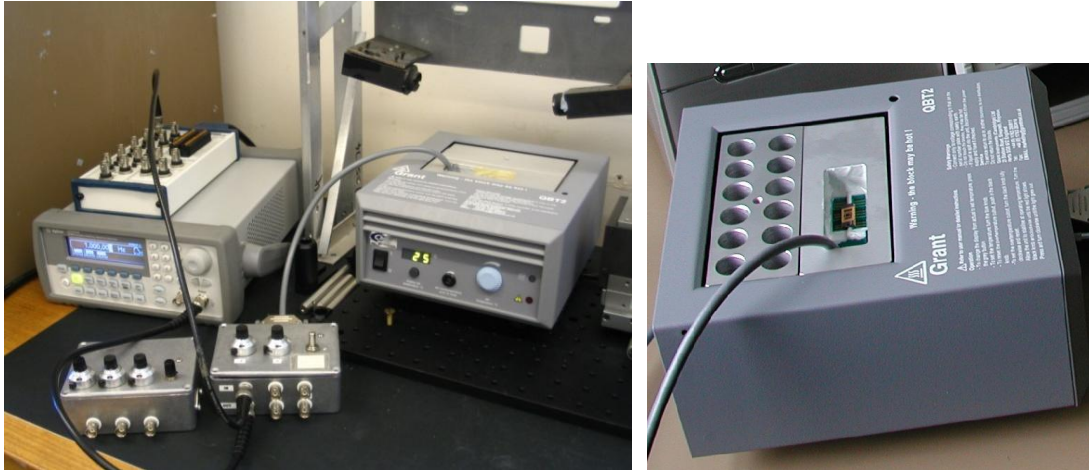
Slika 4.4. Aparatura za testiranje konzola (otklon u z pravcu pod toplotnim opterećenjem) (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Digitalna kamera (Canon Powershot S5X 500/Nikon D 3100) je montirana na fotocevu optičkog mikroskopa (Nikon Labophot). Kamera beleži horizontalne pomeraje pobuđenih konzola ( $\Delta X_{vrh}$ ). Druga digitalna kamera snima vertikalne pomeraje mikrokonzola ( $\Delta Y_{vrh}$ ). Na slici 4.5. je dat shematski prikaz aparature.



Slika 4.5. Shematski prikaz aparature za praćenje pomeraja mikrokonzole pri statičkoj toplotnoj pobudi - metoda 2

Mikrokonzole su temperirane u toplotno kontrolisanoj komori na definisanoj temperaturi pre svakog merenja. Na slici 4.6. prikazana je aparatura za temperiranje mikrokonzola pre merenja otklona.



Slika 4.6. Aparatura za termičko temperiranje konzola (pre merenja otklona) (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

Eksperimentalna aparatura, kao i procesiranje slika je kompjuterski kontrolisana pomoću LabView softverskog paketa.

#### **b) Dinamički odziv bimorfnih mikrokonzola**

Ispitivanje dinamičkog odziva Au - PI i PI - PI mikrokonzola pri toplotnoj pobudi praćeno je pomoću eksperimentalne aparature sa digitalnom kamerom (Canon Powershot S5X 500), koja je postavljena na fotocev optičkog mikroskopa (slika 4.4.) Za merenje efikasnosti aktivacije, otklon vrha konzole je prvo meren na naponu od 0 mW, a zatim je napon povećavan sa korakom 2 do 12 mW (pri frekvenci od 4Hz i pulsevima od 100 ms). Za pobudu je korišćen direktno povezan generator funkcije (Agilent, 33210A). Srednja vrednost tri merenja je uzeta sa ciljem da se poveća preciznost. Aparatura korišćena za merenja i procesiranje slika je kompjuterski kontrolisana pomoću LabView softverskog paketa.

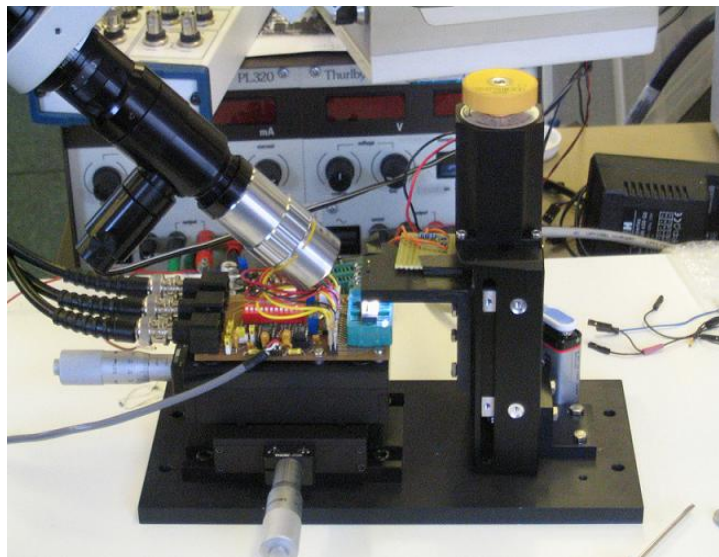
#### 4.4.6. Modelovanje toplotnog odziva mikrokonzola

##### a) Analitički model za statički i dinamički odziv bimorfnih konzola pri toplotnoj pobudi

Postavljen je analitički model koji opisuje statički i dinamički odziv bimorfnih konzola duž neutralne ose. Upoređeni su rezultati koji su dobijeni eksperimentom sa rezultatima dobijenim iz analitičkog modela.

##### b) Dinamički model za prenos toplote kod bimorfnih konzola

Izvedeni su preliminarni proračuni i postavljen je dinamički model za prenos toplote za Au - PI i PI - PI mikrokonzole na osnovu bilansa energije i Furijeovog zakona. Osetljivost odabranih Au - PI i PI - PI bimorfnih mikrokonzola je testirana pomoću aparature prikazane na slici 4.7.



Slika 4.7. Aparatura za pojedinačno testiranje osetljivosti mikrokonzola (Micro and Nano Technology Centre u Rutherford Appleton Lab., STFC, Južni Oksfordšir)

## **IV REZULTATI**

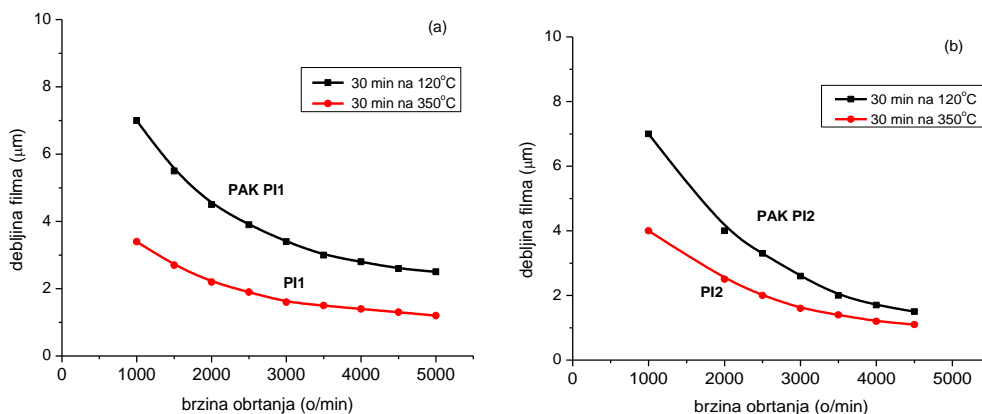
## 5. TANKI PI FILMOVI

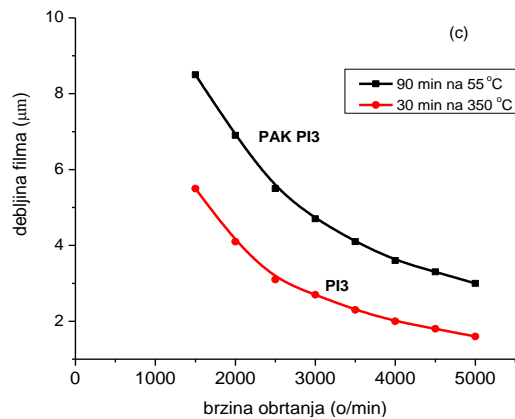
Poliimidi (HD Microsystems) iz Serija PI2500 (PI1), PI2600 (PI2) i PI2700 (PI3) koji su odabrani na osnovu karakteristika datih u Tabeli 4.1. su ispitivani u formi tankih filmova. Urađene su serije polimerizacija za sva tri odabrana PI za željene četiri debljine filma iz opsega 2  $\mu\text{m}$  do 10  $\mu\text{m}$ , uz variranje krajnje temperature imidizacije, u dva temperaturna režima zagrevanja do krajnje temperature imidizacije (linearnom i stepenastom). Izabrano je pet temperatura do kojih je vođen proces imidizacije - 275°C, 300°C, 325°C, 350°C i 375°C. Dva temperaturna režima (linearni i stepenast) su primenjena pri imidizaciji PI filmova kako bi se ispitaio uticaj različitih temperaturnih uslova na svojstva tankih PI filmova.

### 5.1. Karakterisanje tankih PI filmova

#### 5.1.1. Debljina PI filma u funkciji brzine obrtanja diska (spin tehnika)

Dobijene su serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova uz variranje brzine rotiranja u intervalu od 1000 do 5000 o/min, kako bi se odredile master krive zavisnosti debljine filma od brzine rotiranja diska, pre i posle procesa imidizacije. Sa dobijenih grafika zavisnosti debljina filma - brzina obrtaja odabrane su po četiri brzine rotiranja za svaki od PI1, PI2 i PI3, kako bi se dobile željene dimenzije filmova (2  $\mu\text{m}$  - 10  $\mu\text{m}$ ).



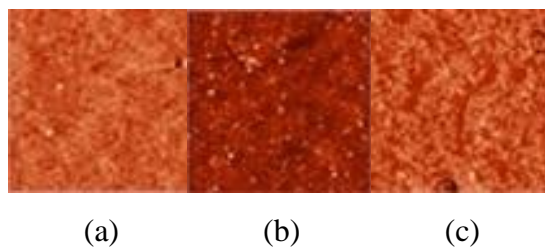


Slika 5.1. Zavisnost debljina filma-brzina obrtaja za PI filmove imidizovane na 350°C  
(a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Dijagrami na slici 5.1. su korišćeni u daljem radu, kao radni, pri izboru brzine obrtaja diska za željenu debljinu PI filmova. Sa slike 5.1. se može videti da se debljina PI filma posle finalnog umrežavanja na 350°C smanjila na 50-70% od početne vrednosti.

### 5.1.2. Organoleptička svojstva

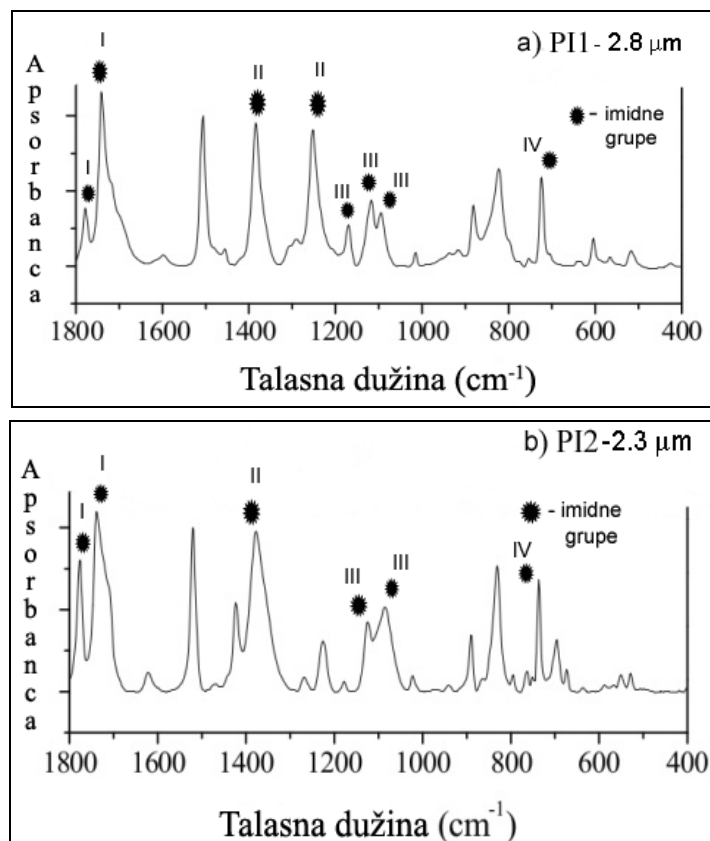
Boja poliimidnih filmova u celom opsegu temperatura bila je za PI1 svetlo do tamno narandžasta, za PI2 narandžasto braon do tamno braon, dok su PI3 filmovi bili tamnožuti. Topografski snimci površina PI filmova su izgledali veoma slično za svaku grupu PI, pa je na slici 5.2. dat prikaz 2D topografije odabranih filmova PI1, PI2 i PI3 dobijenih na 350°C stepenastim zagrevanjem.



Slika 5.2. Topografska slika (2D) površine tankih filmova imidizovanih na 350°C stepenastim zagrevanjem (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

### 5.1.3. FTIR spektroskopija

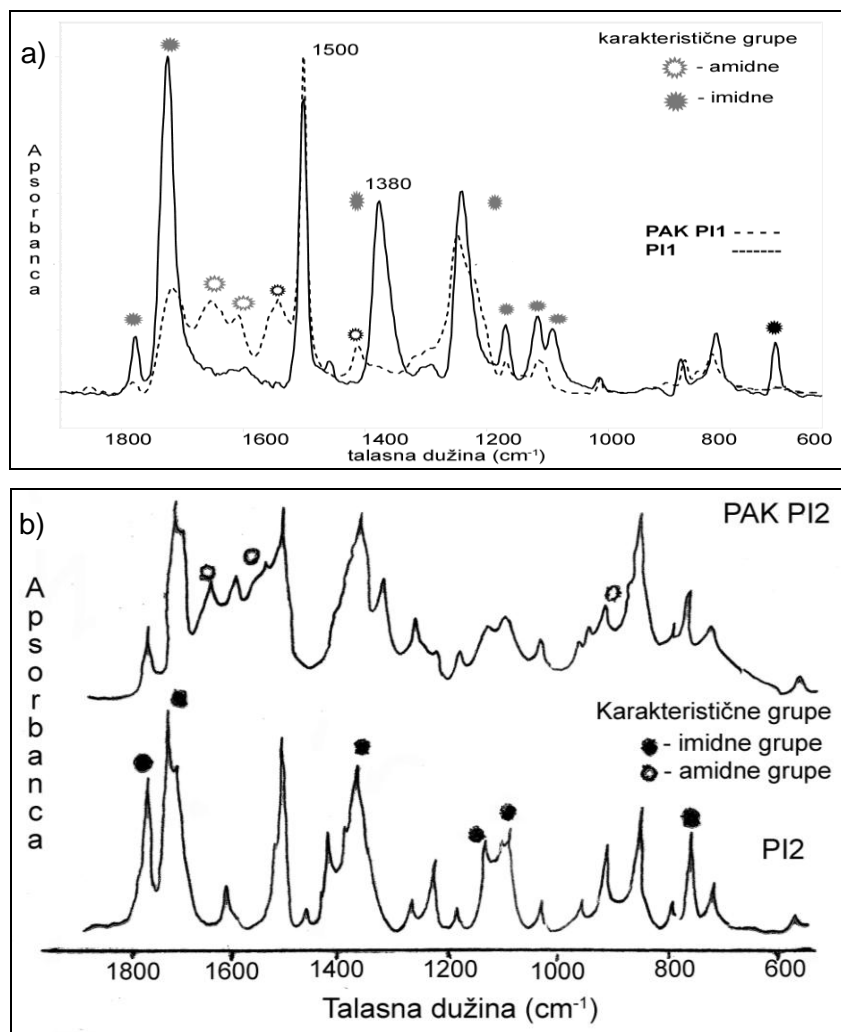
Reakcija imidizacije za odabrane PI filmove praćena je korišćenjem FTIR spektroskopije. Na slici 5.3. su prikazani karakteristični FTIR spektri reprezentativnih uzoraka tankih PI1 i PI2 filmova koji su termički imidizovani na 350°C.



Slika 5.3. FTIR spektri tankih PI filmova termički imidizovanih na 350°C

(a) PI1 (b) PI2

Na oba PI spektra prikazana na slici 5.3. mogu da se uoče 4 grupe apsorpcionih traka koje se odnose na vibracije vezane za imidne grupe. Na slici 5.4. (a) je prikazan karakterističan FTIR spektar tankog PI1 filma (15 mas%) na silikonskom supstratu pre i posle termičke imidizacije na 350 °C. Apsorpcione trake na 1780 cm<sup>-1</sup> i 1720 cm<sup>-1</sup> potiču od kiselinskih grupa (simetrično i asimetrično vibraciono istežanje, >C=O, imidni prsten). Trake na 1660 cm<sup>-1</sup> i 1540 cm<sup>-1</sup> potiču od istežanja vezanih za amidne grupe (>C=O iz CONH grupe i vibracije C - NH grupe). Apsorpcione trake koje se odnose na kiselinske i amidne grupe su nestale posle imidizacije. Karakteristične apsorpcione trake za imidne grupe (na 1780 cm<sup>-1</sup>, 1724 cm<sup>-1</sup>, 1380 cm<sup>-1</sup>, 721 - 725 cm<sup>-1</sup>) su se pojavile u spektru.



Slika 5.4. FTIR spektri tankih PI filmova pre i posle termičke imidizacije na 350°C

(a) PI1 (b) PI2

Na slici 5.4. (b) prikazan je reprezentivni FTIR spektar odabranog PI2 tankog filma (15 mas%) na silikonskom supstratu pre i posle finalnog očvršćavanja na 350°C. Apsorpcione trake na 1665  $\text{cm}^{-1}$  (amid I - istezanje,  $>\text{C}=\text{O}$  iz CONH grupe) i 1550  $\text{cm}^{-1}$  (amid II - vibracija, C-NH) su nestale, dok su se pojavile nove apsorpcione trake na 1780  $\text{cm}^{-1}$ , 1720  $\text{cm}^{-1}$  (imid I,  $>\text{C}=\text{O}$ , simetrično i asimetrično istezanje), 1380  $\text{cm}^{-1}$  (imid II, C-N istezanje), 1080  $\text{cm}^{-1}$ , 1130  $\text{cm}^{-1}$  (imid III, C-H savijanje), 730  $\text{cm}^{-1}$  (imid IV,  $>\text{C}=\text{O}$ , savijanje), što jasno ukazuje na odigravanje reakcije imidizacije.



### 5.1.4. Stepen imidizacije (SI)

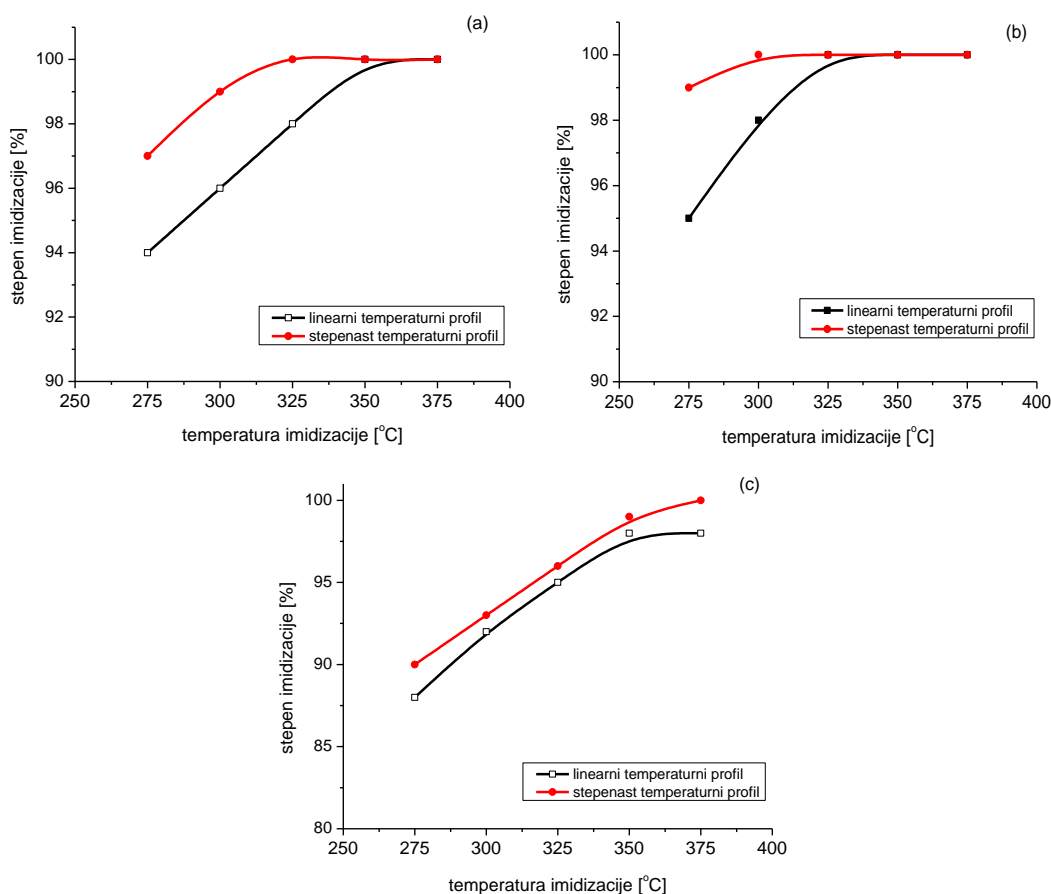
Ispitan je i uticaj debljine tankih filmova filma na stepen imidizacije. Stepen imidizacije je određen korišćenjem izraza :

$$SI (\%) = [(A_{1380 \text{ cm}^{-1}}/A_{1500 \text{ cm}^{-1}})_T / (A_{1380 \text{ cm}^{-1}}/A_{1500 \text{ cm}^{-1}})_{400^\circ\text{C}}] \cdot 100$$

gde  $A_{1380 \text{ cm}^{-1}}$  i  $A_{1500 \text{ cm}^{-1}}$  predstavljaju optičke gustine apsorpcije karakterističnih pikova [48,49, 147 - 156].

Apsorpciona traka na  $1380 \text{ cm}^{-1}$  se odnosi na vibraciono istežanje C-N grupe, dok apsorpciona traka na  $1500 \text{ cm}^{-1}$  potiče od C - C vibracionog istežanja aromatičnih prstenova iz osnovnog lanca (ODA i PDA) monomernih jedinica. Ove dve trake su korišćene kao referentne za izračunavanje stepena imidizacije za sva tri poliimida.

Na osnovu rezultata dobijenih pomoću FTIR spektara odabranih PI filmova dobijene su zavisnosti stepena imidizacije od temperature imidizacije za PI1, PI3 i PI2 za filmove debljine 2 - 3  $\mu\text{m}$  koje su prikazane na slici 5.5.

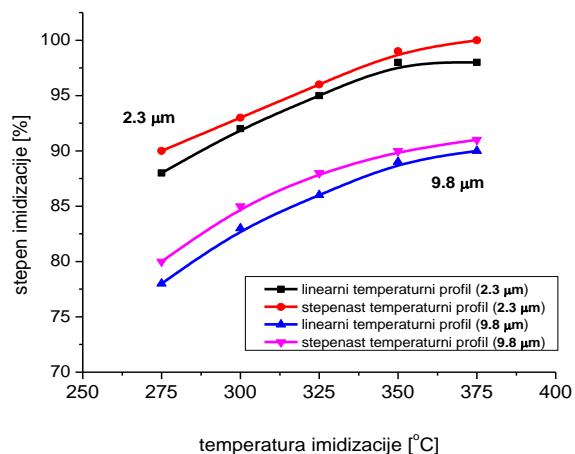


Slika 5.5. Zavisnost stepena imidizacije od temperature imidizacije za tanke PI filmove

(a) PI1-2,8  $\mu\text{m}$  (b) PI3-2,5  $\mu\text{m}$  (c) PI2-2,3  $\mu\text{m}$

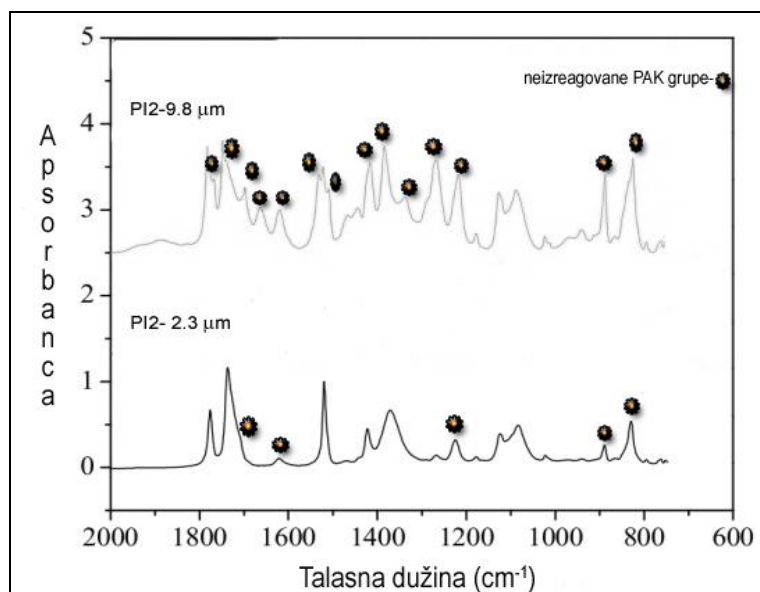
Kod PI tipa PMDA - ODA (PI1 i PI3) je uočeno da stepen imidizacije ne zavisi od debljine filma. Proces imidizacije se završava na temperaturama preko 320°C za sve ispitivane PI1 i PI3 filmove, pri čemu je proces ranije završen kod filmova koji su zagrevani u stepenastom režimu do krajnje temperature imidizacije nego kod onih filmova koji su zagrevani u linearnom režimu. Kod stepenastog zagrevanja filmova dolazi do boljeg uklanjanja rastvarača i vode nastale tokom procesa imidizacije, pa je i stepen umreženja bolji. Radne temperature su uglavnom više od temperature prelaza u staklasto stanje, pa je mobilnost inače fleksibilnih lanaca PI1 i PI3 dodatno uvećana, što za rezultat ima veći stepen umreženja. Poređenjem temperatura na kojima je imidizacija završena, uočava se da su kod dobijenih PI3 filmova vrednosti niže nego kod PI1 filmova. Objašnjenje za raniju potpunu imidizaciju PI3 filmova leži u samoj pripremi uzoraka za imidizaciju. Prekursor PI3 je PAK tipa PMDA - ODA sa estarskim grupama u osnovnom nizu, koje su fotoosetljive. Tanki PAK filmovi se pre termičke imidizacije, izlažu dejstvu Hg lampe, pri čemu se jedan deo strukture umreži (preko fotoosetljivih grupa), pa je samim tim stepen umreženja veći pri termičkoj imidizaciji.

Kod PI2 postoji zavisnost stepena imidizacije od debljine filma, a proces imidizacije nije završen osim u slučaju filma PI2 - 2,3  $\mu\text{m}$  koji je stupnjevito zagrevan do 375°C. Ovaj profil zagrevanja filmova se kao i kod PI1 i PI3 pokazao efikasnijim, stepeni imidizacije svih filmova imaju veće vrednosti nego oni PI2 filmova koji su zagrevani u linearnom režimu. Na slici 5.6. je prikazana zavisnost stepena imidizacije PI2 filmova različitih debljina od temperature imidizacije. Stepen imidizacije PI filmova raste sa smanjenjem debljine filma i njegove vrednosti se kreću u intervalu od 80-90% za film debljine 9,8  $\mu\text{m}$  do 90 - 100% za film debljine 2,3  $\mu\text{m}$ . Bez obzira na krajnju temperaturu imidizacije i režim zagrevanja uzoraka nije bilo moguće dovesti proces imidizacije do kraja.



Slika 5.6. Zavisnost stepena imidizacije od temperature imidizacije za PI2 filmove različitih debljina

U cilju provjere i/ili potvrde ovih rezultata urađeni su FTIR spektri PI2 filmova debljine 2,3 μm i 9,8 μm, koji su dobijeni posle termičke imidizacije PI2 na 350°C (veća osetljivost instrumenta) (slika 5.7.).



Slika 5.7. FTIR spektar PI2 posle termičke imidizacije na 350°C

Kao što sa slike 5.7. može da se uoči, količina i intenzitet neizreagovanih amidnih grupa raste sa debljinom PI2 filma. Za filmove veće debljine, na konverziju PAK u PI može veoma da utiče slaba difuzija toplote unutar slojeva tokom procesa imidizacije kao i teško uklanjanje sporednih proizvoda reakcije imidizacije (molekula

vode) i/ili molekula prisutnog zaostalog rastvarača. S obzirom da su radne temperature ispod temperature prelaza u staklasto stanje ( $380^{\circ}\text{C}$ ), krutost strukture PI2 takođe utiče na manju pokretljivost lanaca i samim tim manju mobilnost unutar slojeva, pa se proces imidizacije ne odvija do kraja, bez obzira na temperaturu imidizacije. Što je debljina filma manja prenos toplote je bolji, kao i uklanjanje sporednih proizvoda, pa raste i stepen umreženja.

## **5.2. Mehanička svojstva tankih PI filmova**

Naprezanja koja se javljaju u umreženim poliimidnim filmovima mogu da potiču od unutrašnjih i toplotnih naprezanja. Unutrašnja naprezanja se javljaju kao posledica skupljanja filma, dok toplotna naprezanja potiču od različitih koeficijenata toplotnog širenja materijala.

Unutrašnja naprezanja koja se javljaju usled različitih svojstava (gustine i viskoznosti) rastvarača mogu, ali i ne moraju da igraju značajnu ulogu u zavisnosti od specifičnosti samog procesa umrežavanja (uslova pri kojima se dobijaju završne forme očvrstlog PI).

Ako se PI samo delimično umrežava ili je proces očvršćavanja previše brz, može da dođe do zadržavanja značajne količine rastvarača unutar slojeva PI filma. Ukoliko sav rastvarač ne ispari već ostane zarobljen unutar umrežene strukture, mogu da se jave naprezanja kada se film vrati na sobnu temperaturu. Ova naprezanja su mnogo veća od onih koja su prisutna kada se temperatura filma prvo postepeno povećava do  $375^{\circ}\text{C}$ , a zatim lagano vraća do sobne temperature. Razlog leži u činjenici da postoje oslabljeni delovi strukture (oni u kojima je ostao zarobljen neispareni rastvarač), a rezultat su više vrednosti koeficijenta toplotnog širenja. Naprezanja su veća što je film tanji. Dva temperaturna režima zagrevanja filmova do krajnje temperature imidizacije (linearni i stepenast, Tabela 4.2.), su primenjene pri imidizaciji PI filmova kako bi se ispitaio uticaj različitih temperaturnih uslova na svojstva tankih PI filmova. Krajnja temperatura imidizacije je varirana u intervalu od  $275^{\circ}\text{C}$  do  $375^{\circ}\text{C}$ , sa korakom  $25^{\circ}\text{C}$ .

## **5.3. Toplotna svojstva tankih PI filmova**

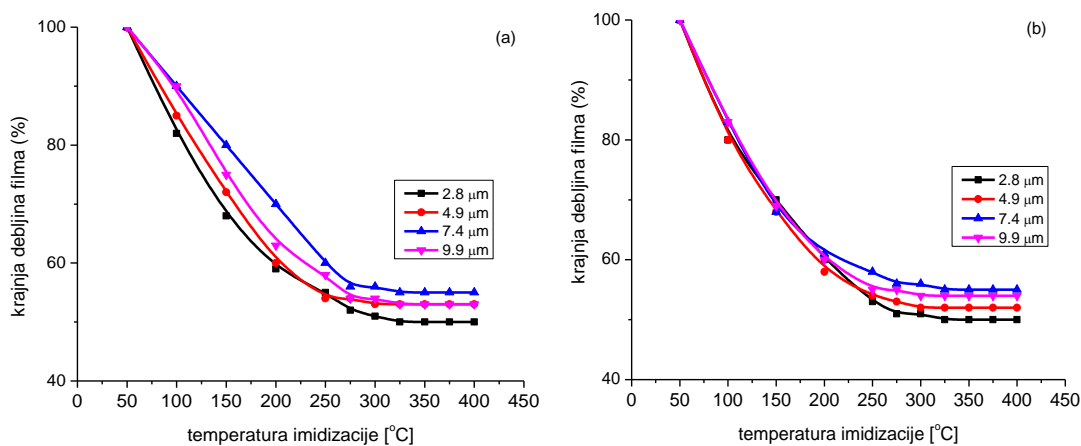
Za sve serije tankih PI1, PI2 i PI3 u cilju ispitivanja uticaja debljine filma i procesnih parametara na toplotna svojstva filmova dobijene su sledeće zavisnosti:

- a) debljina filma - temperatura imidizacije
- b)  $\alpha$  - temperatura imidizacije i  $\alpha$  - debljina filma (standardna TMA)
- c)  $T_g$  - temperatura imidizacije (standardna TMA i lokalna LTA)
- d)  $T_g$  - debljina filma (standardna TMA i lokalna LTA)

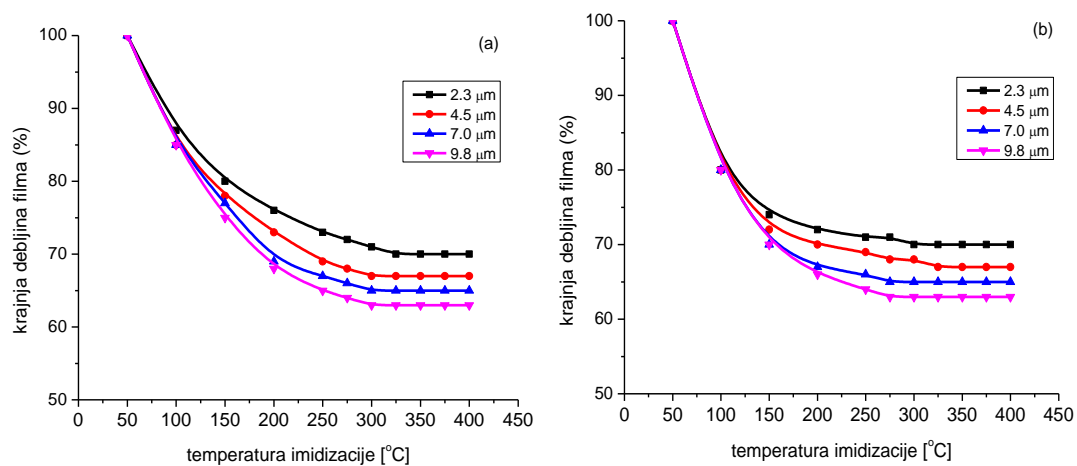
### 5.3.1. Zavisnost debljine PI filma od temperature imidizacije

Dobijene su krive zavisnosti debljina filma-temperatura imidizacije za sve tri serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova (temperatura imidizacije varirana od 275°C do 375°C) sa ciljem da se ustanovi da li temperatura na kojoj se filmovi umrežavaju ima uticaja na debljinu PI filma. Dva temperaturna režima (linearni i stepenast) su primenjena pri imidizaciji filmova kako bi se ispitaio uticaj različitih procesnih uslova na svojstva tankih PI filmova.

PI1 i PI3 su pokazali isto ponašanje, što je bilo očekivano, s obzirom da oba poliimida strukturno pripadaju PI tipa PMDA - ODA, pa su na slikama 5.8. i 5.9. prikazane dobijene zavisnosti debljine filma od krajnje temperature umrežavanja za PI1 i PI2.



Slika 5.8. Zavisnost debljine PI1 filmova od temperature umrežavanja (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil



Slika 5.9. Zavisnost debljine PI2 filmova od temperature umrežavanja (a) linearni temperaturni profil (b) stupnjeviti temperaturni profil

Na umerenim temperaturama (60°C - 120°C) dolazi do oslobađanja rastvarača i početka procesa imidizacije (stvaranje imidnih prstenova uz oslobađanje 2 molekula vode po imidnoj jedinici). Proces sušenja i umrežavanja se preklapaju, jer imidizacija počinje na relativno niskim temperaturama (120°C - 200°C). Proces sušenja se naziva i proces pri blagim temperaturnim uslovima i odvija se u pećnici na 120°C tokom 30 min u struji inertnog gasa (N<sub>2</sub>) kako bi se uklonio sav rastvarač. Ako se PI samo delimično umrežava ili je proces očvršćavanja previše brz, dolazi do zadržavanja značajne količine rastvarača unutar slojeva PI filma. Ukoliko sav rastvarač ne ispari već ostane zarobljen unutar umrežene strukture, javljaju se naprezanja kada se film vrati na sobnu temperaturu. Ova naprezanja su mnogo veća od onih koja su prisutna kada se temperatura filma prvo postepeno povećava do 400°C, a zatim lagano vraća do sobne temperature. Razlog leži u činjenici da postoje oslabljeni delovi strukture (oni u kojima je ostao zarobljen neispareni rastvarač), a rezultat su više vrednosti koeficijenta toplotnog širenja.

Temperaturni profil nije imao uticaja na vrednosti krajnje debljine PI1 i PI2 filmova. Sa povećanjem temperature, debljina filmova se postupno smanjuje do 250°C da bi zatim u temperaturnom intervalu 275°C - 400°C filmovi imali konstantne vrednosti (promena debljine do 1%). Tokom procesa termičke imidizacije, simultano i konkurentno se odigravaju i procesi ciklizacije sa dehidratacijom, isparavanje i kristalizacija [157]. Smanjenje debljine filma tokom termičke imidizacije nastaje

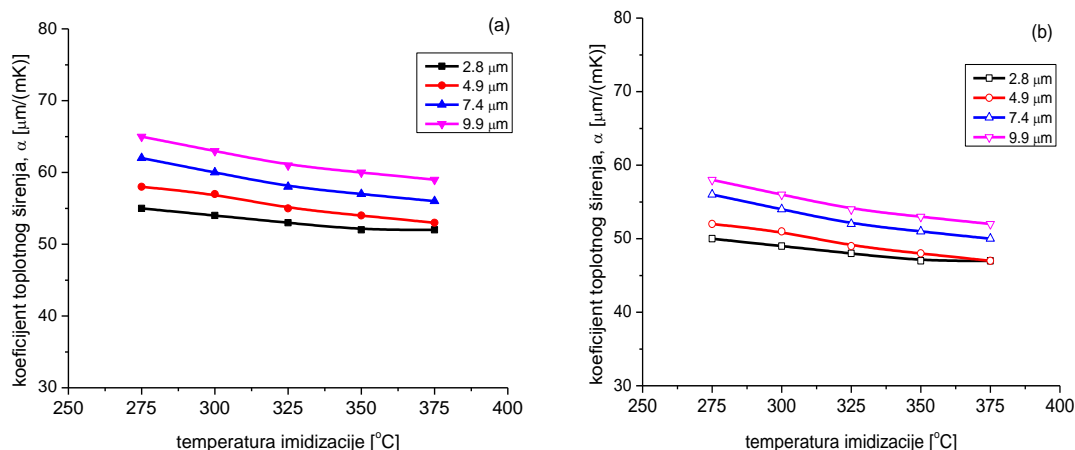
najvećim delom usled isparavanja rastvarača. Oblik krivih ukazuje na to da je kod obe serije PI filmova (PI1 i PI2) koji su stepenasto zagrevani, došlo do boljeg uklanjanja rastvarača (filmovi su držani na 200°C u intervalu od 30 minuta). Debljina PI1 filmova se posle termičke imidizacije na visokim temperaturama smanjila na 50 - 54% vrednosti koje su imali tanki filmovi PI1 prekursora i 63 - 70% vrednosti koje su imali tanki filmovi PI2 prekursora po nanošenju spin tehnikom. Kod PI1 nije uočena veza između smanjenja debljine i početne debljine nanesenog PAK filma, dok se kod PI2 uočava da se deblji filmovi više stanjuju (30% film od 2,3  $\mu\text{m}$ , 33% film od 4,5  $\mu\text{m}$ , 35% film od 7,0  $\mu\text{m}$  i 37% film od 9,9  $\mu\text{m}$ ).

### 5.3.2. Koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$

Na osnovu rezultata termomehničke analize (TMA) dobijene su krive zavisnosti  $\alpha$  - temperatura imidizacije i  $\alpha$  - debljina filma sa ciljem da se ispita da li na toplotne karakteristike PI, odnosno koeficijent toplotnog širenja,  $\alpha$ , utiču temperatura imidizacije i debljina samog filma.

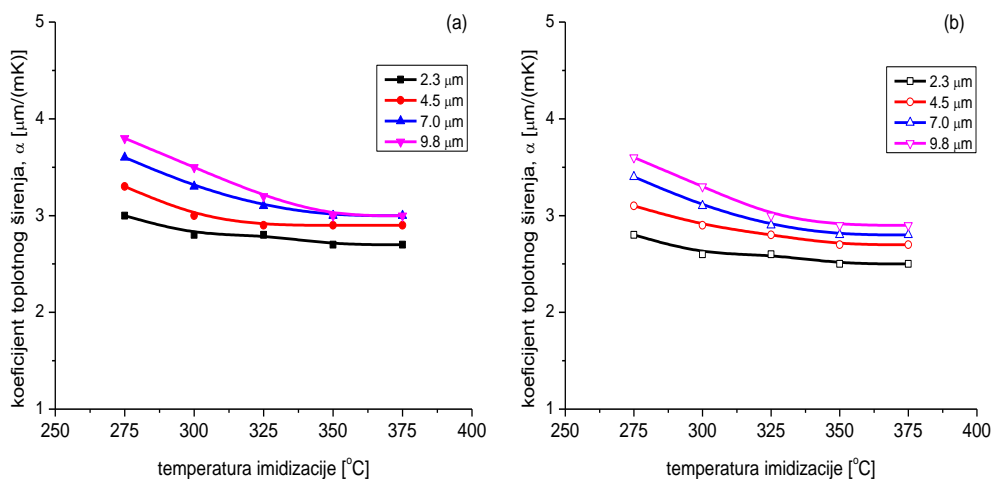
#### a) Uticaj temperature imidizacije na koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$

U cilju ispitivanja uticaja temperature imidizacije na toplotne karakteristike PI filmova, za sve serije filmova PI1, PI2 i PI3 određene su vrednosti koeficijenta,  $\alpha$ . Na slikama 5.10., 5.11. i 5.12. prikazane su dobijene zavisnosti koeficijenta toplotnog širenja PI1, PI2 i PI3 od temperature imidizacije.



Slika 5.10. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI1 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Na slici 5.10. je prikazana zavisnost koeficijenta  $\alpha$  od temperature imidizacije za filmove PI1. Kao što se sa slike 5.10. vidi, vrednosti  $\alpha$  nisu konstantne, već lagano opadaju za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem temperature imidizacije, kao i sa povećanjem debljine filma.

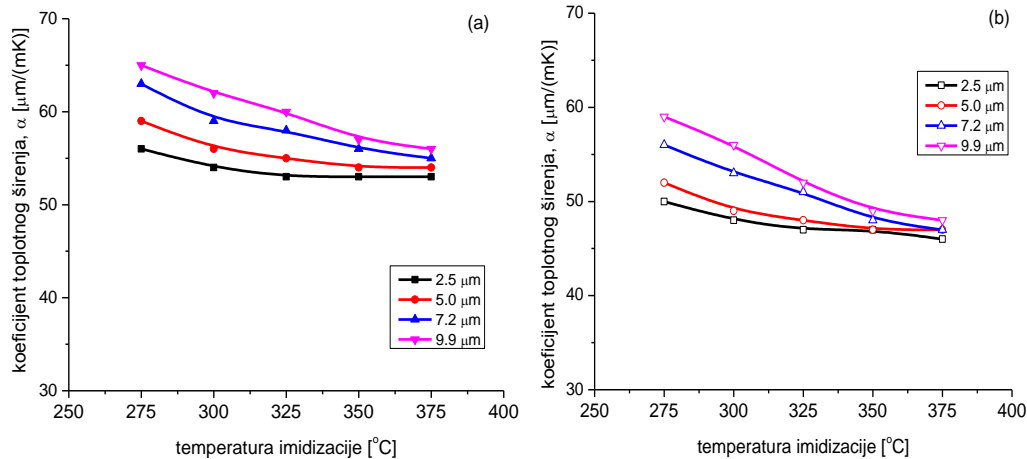


Slika 5.11. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI2 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Na slici 5.11. je prikazana zavisnost koeficijenta  $\alpha$  od temperature imidizacije za filmove PI2. Kao što se sa slike 5.11. vidi, vrednosti  $\alpha$  nisu konstantne, već njihova vrednost postupno opada sa povećanjem temperature imidizacije, kao i sa povećanjem debljine filma. Vrednosti  $T_g$  za PI1 opadaju sa povećanjem debljine filma za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti), s tim da su vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem više za desetak stepeni od vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju.

Na slici 5.12. je prikazana zavisnost koeficijenta  $\alpha$  od temperature imidizacije za filmove PI3. Kao što se sa slike 5.12. vidi, slično kao kod PI1 i PI2, vrednosti  $\alpha$  nisu konstantne, već opadaju za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem temperature imidizacije, kao i sa povećanjem debljine filma. Kao i kod PI2, i kod PI3 se uočava intenzivniji pad vrednosti koeficijenta  $\alpha$  kod filmova čija je debljina veća. Ovaj trend nije uočen kod PI1 filmova.





Slika 5.12. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije za PI3 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

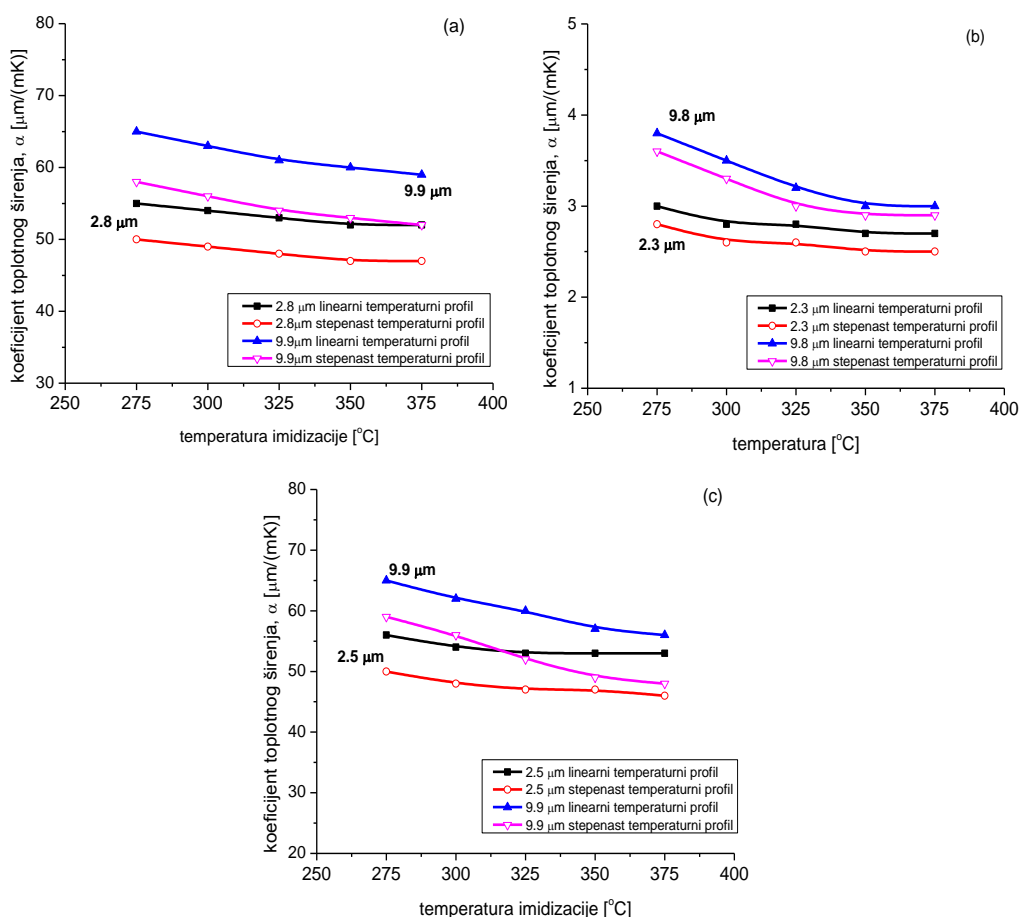
Literaturne vrednosti koeficijenta  $\alpha$  iznose  $60 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za PI1,  $3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za PI2 i  $57 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za PI3 na temperaturi imidizacije od  $350^\circ\text{C}$ .

Kao što se sa slika 5.10., 5.11. i 5.12. može videti, vrednosti  $\alpha$  tankih PI filmova nemaju konstantnu vrednost, već postoji opadajući trend sa povećanjem temperature imidizacije i smanjenjem debljine filma za sva tri PI.

Koeficijent  $\alpha$  je manji kod filmova koji su dobijeni imidizacijom pri stepenastom zagrevanju kod sva tri PI filma, od  $\alpha$  filmova dobijenih imidizacijom uz linearno zagrevanje. Ovo ukazuje na to da su molekulske interakcije između polimernih lanaca jače usled veće orijentisanosti lanaca duz ravni, do koje dolazi tokom stepenastog grejanja na  $200^\circ\text{C}$ . S obzirom da su filmovi tanki, dolazi do kompresije strukture u pravcu koji je upravan na ravan filma, pa je orijentacija polimernih lanaca dodatno favorizovana u pravcu ravni.

Na slici 5.13. data je zavisnost koeficijenta  $\alpha$  odabranih filmova PI1, PI2 i PI3, koji su imidizovani u dva temperaturna režima od temperatura imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Vrednosti koeficijenta toplotnog širenja opadaju sa smanjenjem debljine PI filma i to izraženije kod filmova koji su imidizovani na nižim temperaturama. Tokom imidizacije u stepenastom temperaturnom režimu, rastvarač se bolje uklanja iz filma, pa dolazi do bolje orijentacije lanaca u pravcu filma i manja su naprezanja unutar polimernih lanaca. Za film PI1 debljine  $2,8 \mu\text{m}$  vrednosti  $\alpha$  lagano

opadaju (od  $55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $47 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil) pri promeni završne temperature imidizacije od  $275^\circ\text{C}$  do  $375^\circ\text{C}$ , dok je pad vrednosti  $\alpha$  nešto izraženiji kod filma PI1 debljine  $9,9 \mu\text{m}$  (od  $65 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $59 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $58 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil). Kod PI2 filmova se uočava manji uticaj različitog toplotnog režima tokom imidizacije filmova (u temperaturnom intervalu od  $275^\circ\text{C}$  do  $375^\circ\text{C}$ ) na vrednosti koeficijenta  $\alpha$  od onog koji se javlja kod PI1 filmova. Kada se radi o uticaju debljine filma na koeficijent  $\alpha$  trend je isti kao kod PI1, vrednosti  $\alpha$  lagano opadaju kod PI3 filma debljine  $2,3 \mu\text{m}$  (od  $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $2,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $2,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil), dok je pad vrednosti koeficijenta  $\alpha$  izraženiji kako debljina filma raste (za PI2 -  $9,8 \mu\text{m}$  – od  $3,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $3,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $2,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil).

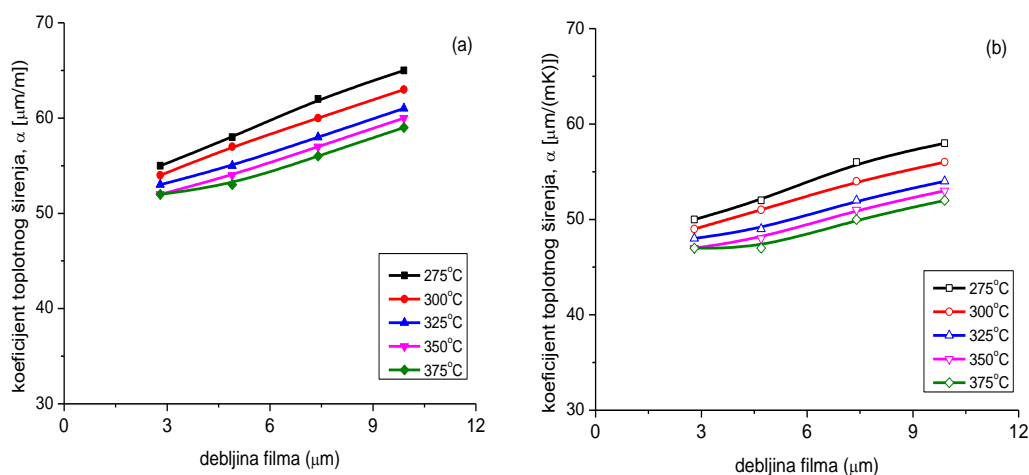


Slika 5.13. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od temperature imidizacije pri linearnom i stepenastom temperaturnom režimu (a) PI1 (b) PI2 i (c) PI3

Ponašanje slično PI1 i PI2 filmovima pokazuju i PI3 filmovi. Koeficijenti  $\alpha$  PI3 filmova koji su dobijeni na temperaturama imidizacije u intervalu od 275°C do 375°C pokazuju sledeće ponašanje - za film debljine 2,5  $\mu\text{m}$  vrednost  $\alpha$  opada lagano (od  $56 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $53 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $46 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil), dok je pad vrednosti  $\alpha$  sa povećanjem debljine filma (9,9  $\mu\text{m}$ ) izraženiji (od  $65 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $56 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za linearni profil i  $59 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $48 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za stepenast profil).

### b) Uticaj debljine filma na koeficijent toplotnog širenja, $\alpha$

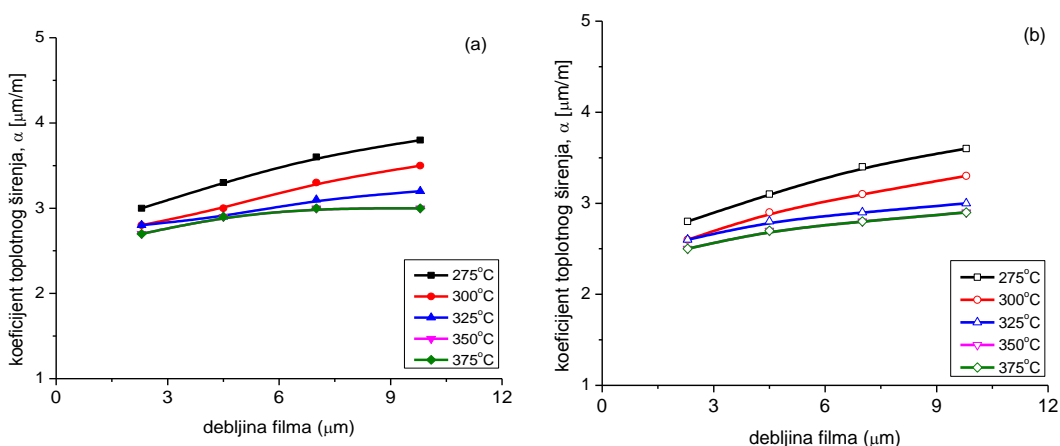
Na slikama 5.14., 5.15. i 5.16. prikazane su dobijene zavisnosti koeficijenta toplotnog širenja PI1, PI2 i PI3 od debljine filma. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  opadaju sa smanjenjem debljine filma za sva tri PI, kao i sa povećanjem temperature imidizacije.



Slika 5.14. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI1 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Na slici 5.14. je prikazana zavisnost koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  od debljine tankog PI1 filma. Kao što se sa slike 5.14. vidi, vrednost koeficijenta  $\alpha$  nije konstantna, već zavisi i od debljine filma i od temperature imidizacije. Vrednost  $\alpha$  raste za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem debljine filma, a opada sa povećanjem temperature imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Za linearni toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI1 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  -9,9  $\mu\text{m}$ ) se kreću u intervalu od  $55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $65 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C,

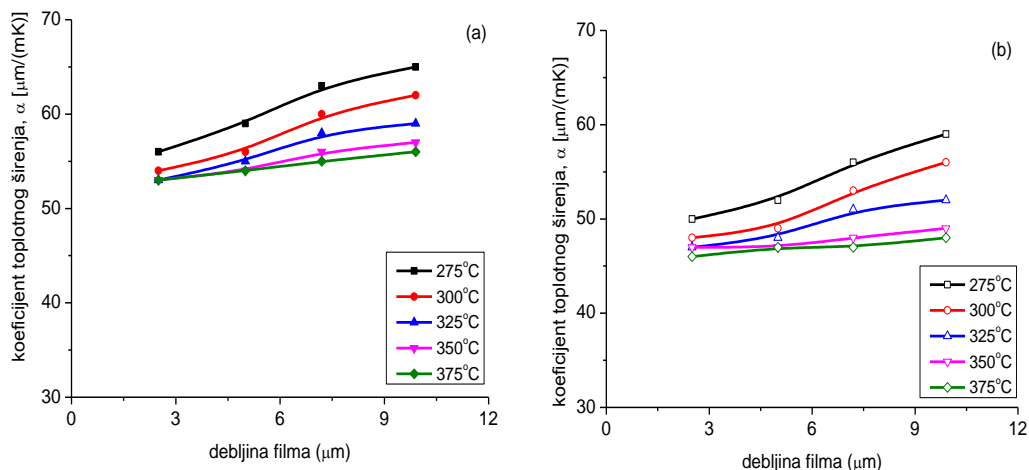
dok se za filmove PI1 imidizovane na 375°C koeficijent  $\alpha$  kreće od  $52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $59 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . S druge strane, za stepenasti toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI1 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  - 9,9  $\mu\text{m}$ ) se kako debljina filma raste kreću u intervalu od  $50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $58 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C, dok za filmove PI1 imidizovane na 375°C vrednost koeficijenta  $\alpha$  raste od  $47 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .



Slika 5.15. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI2 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Na slici 5.15. je prikazana zavisnost koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  od debljine tankog PI2 filma. Kao i kod PI1, i kod PI2 se uočava da vrednost koeficijenta  $\alpha$  nije konstantna, već zavisi i od debljine filma i od temperature imidizacije. Vrednost  $\alpha$  raste za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem debljine filma, a opada sa povećanjem temperature imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  PI2 filmova dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  PI2 filmova dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  tankih PI2 filmova rastu sa povećanjem debljine filma, ali je taj rast blaži kod filmova imidizovanih na višim temperaturama (od 325°C - 375°C) za oba temperaturna profila. Za linearni toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI1 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  - 9,9  $\mu\text{m}$ ) se kreću u intervalu od  $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $3,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C, dok za filmove PI1 imidizovane na 375°C koeficijent  $\alpha$  raste od  $2,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . S druge strane, za stepenasti toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI2 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  - 9,9  $\mu\text{m}$ ) se kako debljina filma raste, kreću u intervalu od  $2,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $3,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C, dok za

filmove PI1 imidizovane na 375°C vrednost koeficijenta  $\alpha$  raste od  $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $2,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

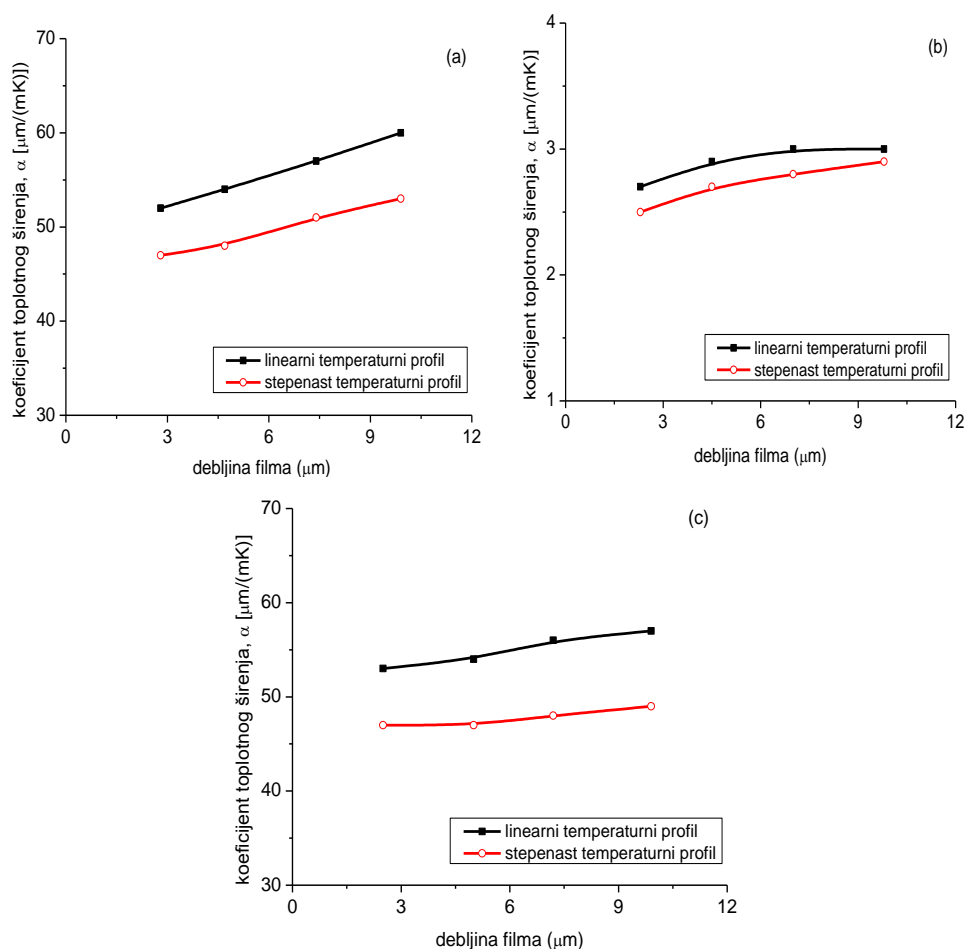


Slika 5.16. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma za PI3 (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Na slici 5.16. je prikazana zavisnost koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  od debljine tankog PI3 filma. Kao i kod PI1 i PI2, i kod PI3 filmova vrednost koeficijenta  $\alpha$  nije konstantna, već zavisi i od debljine filma i od temperature imidizacije. Vrednost  $\alpha$  raste za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem debljine filma, a opada sa povećanjem temperature imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  tankih PI3 filmova rastu sa povećanjem debljine filma, ali je taj rast blaži kod filmova imidizovanih na višim temperaturama (350°C i 375°C) za oba temperaturna profila. Za linearni toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI1 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  - 9,9  $\mu\text{m}$ ) se kreću u intervalu od  $56 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $65 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C, dok za filmove PI1 imidizovane na 375°C koeficijent  $\alpha$  laganije raste (od  $53 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $56 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). Za stepenasti toplotni profil, vrednosti  $\alpha$  tankih PI3 filmova (2,8  $\mu\text{m}$  - 9,9  $\mu\text{m}$ ) se sa porastom debljine filma kreću od  $50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $59 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  za temperaturu imidizacije od 275°C, dok za filmove PI1 imidizovane na 375°C vrednost koeficijenta  $\alpha$  raste od  $46 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  do  $48 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

S obzirom da su PI1, PI2 i PI3 filmovi pokazali isti trend u ponašanju kada je reč o temperaturnim režimima imidizacije, odnosno da su vrednosti koeficijenta  $\alpha$  filmova

dobijenih stepenastim zagrevanjem niže od vrednosti koeficijenta  $\alpha$  filmova koji su linearno zagrevani pri imidizaciji, na slici 3.18. su upoređene vrednosti koeficijenta  $\alpha$  odabranih filmova PI1 (a), PI2 (b) i PI3 (c) dobijenih imidizacijom na 350°C u dva temperaturna režima.



Slika 5.17. Zavisnost koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , od debljine filma dobijenih u linearnom i stepenastom temperaturnom režimu do 350°C (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Kao što se sa slike 5.17. vidi, vrednosti koeficijenta  $\alpha$  lagano rastu sa povećanjem debljine PI2 i PI3 filmova, dok je kod PI1 filma taj rast izraženiji. Kada se radi o linearnom i stepenastom temperaturnom profilu, filmovi PI1 i PI3 pokazuju veoma slično ponašanje, dok je kod PI2 uticaj zagrevanja uzoraka tokom imidizacije manje izražen.

Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju za sva tri PI, pri čemu filmovi PI1 i PI3 pokazuju veoma slično ponašanje ( $5 - 7 \text{ K}^{-1}$  za PI1 i  $6 - 8 \text{ K}^{-1}$  za PI3), dok je kod filmova PI2 uticaj režima zagrevanja uzoraka tokom imidizacije mali ( $0,1 - 0,2 \text{ K}^{-1}$ ).

Kod polimernih molekula postoji velika uređenost dugačkih lanaca, sa orijentacijom lanaca duž ravni filma. Pri grejanju poliimidnih molekula javljaju se međutim i izduženja koja doprinose izduženjima i u pravcima van ravni filma. Ovo je objašnjenje zašto se PI1 i PI2 koji imaju fleksibilne osnovne lance odlikuju većim vrednostima koeficijenta toplotnog širenja nego PI2.

Molekulske sile i hemijska struktura polimernog jedinjenja doprinose vrednosti koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ . Međumolekulske sile, intra- i inter- molekulske, koje vladaju u polimernim molekulima u značajnoj meri utiču na vrednosti koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ . Kada u molekulima preovlađuju slabe Van der Walsove sile (VdW), vrednosti koeficijenta  $\alpha$  su veće i reda veličine je  $10^{-4} \text{ K}^{-1}$ , odnosno nekoliko stotina ppm/°C [158]. Ukoliko su u molekulu dominantne jake kovalentne veze, vrednost  $\alpha$  je znatno manja i reda veličine je  $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , odnosno nekoliko ppm/K.

Polimerni molekuli su sastavljeni od dugih molekulskih lanaca unutar kojih vladaju jake intramolekulske (kovalentne) veze (u pravcu polimernih lanaca). Intermolekulske sile koje vladaju van polimernih lanaca predstavljaju slabe Van der Walsove sile i one se prostiru u pravcu van ravni dugih polimernih lanaca. S obzirom da se tanki polimerni filmovi dobijaju spin tehnikom (brzim rotiranjem na ploči), ovim procesom je favorizovana orijentacija u ravni. Duž polimernog filma preovlađuju intramolekulske sile (jake kovalentne veze), dok su u pravcu van ravni dominantne intermolekulske sile (slabe VdW veze). Ovde leži objašnjenje zbog čega su vrednosti  $\alpha_z$  za sva tri PI mnogo veća od  $\alpha_x$  i  $\alpha_y$ .

Anizotropija koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , odnosno odnos  $\alpha_x/\alpha_z$  i/ili  $\alpha_y/\alpha_z$  se smanjuje sa povećanjem debljine filma. Zavisnost debljine strukture od anizotropije kod  $\alpha$  je u direktnoj vezi sa orijentacijom molekulskih lanaca u pravcu ravni. S obzirom da PI2 ima krutu strukturu osnovnog lanca, ovaj PI ima bolju orijentaciju lanaca duž ravni i veću anizotropiju  $\alpha$  od PI1 i PI3 [159].

Kod filmova dobijenih primenom stepenastog temperaturnog režima, naprezanja koja se javljaju duž ravni (x- y pravac) i upravno na nju (z pravac) su smanjena,

odnosno anizotropija je manja. Zaostala naprezanja u filmovima su manja, pa se očekuju više vrednosti koeficijenta  $\alpha$ . Sa slika 5.13. - 5.17. se, međutim, vidi da filmovi dobijeni primenom stepenastog režima imaju niže vrednosti koeficijenta  $\alpha$  u odnosu na filmove dobijene primenom linearnog temperaturnog režima. Ovo ukazuje na to da su molekulske interakcije između polimernih lanaca izraženije usled dobre orijentacije molekula u pravcu ravni, dok su i pravcu upravnom na ravan interakcije između molekula komprimovane. Anizotropija naprezanja koja se javljaju u polimernim lancima značajno zavisi od molekulske strukture. S obzirom da je kod tankih filmova vrednost aspekt odnosa, tj. odnosa dužina/debljina i širina/debljina, velika i reda je veličine  $10^2 - 10^3$ , efekat toplotnog širenja materijala u pravcu van ravni je zanemarljiv u odnosu na ukupno toplotno širenje materijala.

Pored molekulskih sila i hemijska struktura doprinosi vrednosti  $\alpha$ . Posle procesa nanošenja tankog sloja spin tehnikom i finalnog umrežavanja, nisu svi poliimidni lanci orijentisani u pravcu ravni, već se neki nalaze orijentisani upravno na nju. Pri grejanju PI dolazi do širenja i polimernih lanaca upravnih na pravac ravni. Kod poliimidnih uzoraka PI1 i PI3 (tip PMDA - ODA) na  $150^\circ\text{C}$  dolazi do dodatnog intermolekularnog povezivanja, odnosno do značajnijeg uređenja u strukturi PI filma. Određen broj veza se gubi (analiza X-zracima) [150, 154, 157], jer su veze inicijalno sterno favorizovane, ali termodinamički nestabilne. Polimerni lanci se kod tanjih filmova nalaze na manjim rastojanjima nego polimerni lanci kod filmova veće debljine. Sa smanjenjem debljine filma dolazi do boljeg pakovanja polimernih lanaca upravnih na pravac ravni. PI1 i PI3 koji imaju fleksibilnije osnovne lance od krutog lanca PI2, imaju i znatno veće vrednosti  $\alpha$ . Dok su kod PI2 moguće rotacije samo oko C - C veza između fenilnih prstenova i C - N veza između fenilnih i imidnih prstenova, kod PI1 i PI3 su pored ovih, moguće i rotacije oko -O- veze iz osnovnog polimernog lanca, što čini ove strukture dodatno pokretljivim. S obzirom da PI2 ima krutu strukturu osnovnog lanca, kod ovog PI je bolja orijentacija lanaca u pravcu ravni i vrednosti  $\alpha$  su manje nego kod PI1 i PI3.



### 5.3.3. Temperatura prelaza u staklasto stanje, $T_g$

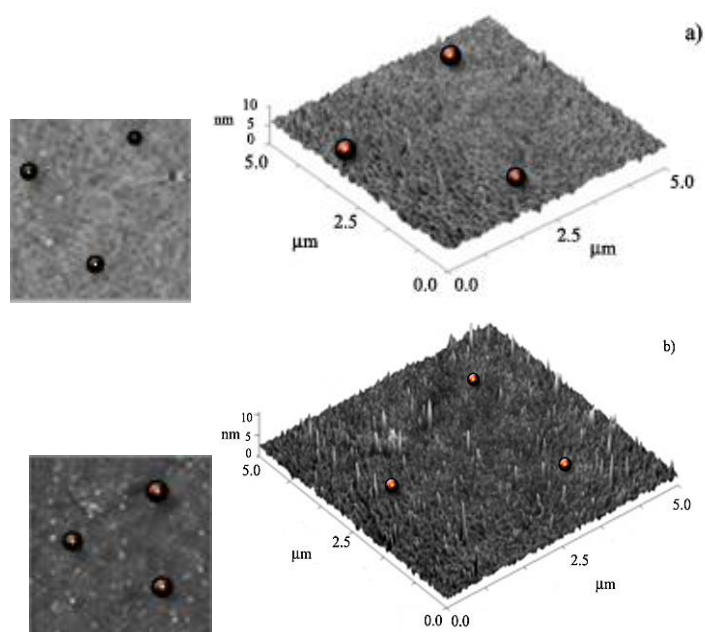
Za sve serije PI1, PI2 i PI3 filmova određene su vrednosti temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$  pomoću termomehaničke analize (TMA) i lokalne termo analize. Urađena je uporedna analiza rezultata koji su dobijeni za  $T_g$  pomoću ove dve metode - standardne termomehaničke analize (TMA) i nove lokalne termo analize (LTA).

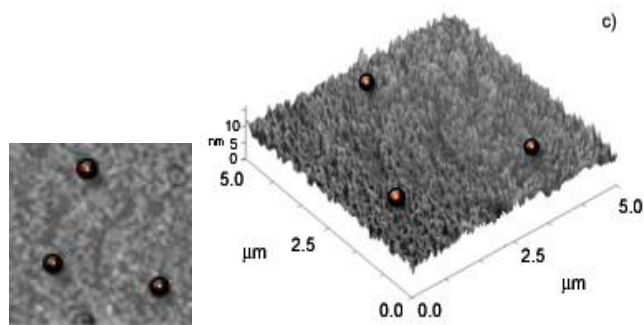
#### a) Termomehanička analiza (TMA)

Svim serijama tankih PI filmova određena je temperatura prelaza u staklasto stanje termomehaničkom analizom. Na osnovu rezultata TMA, a sa ciljem da se ispita da li na toplotne karakteristike PI, odnosno temperaturu prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , utiču temperatura imidizacije i debljina samog filma dobijene su krive zavisnosti  $T_g$  - temperatura imidizacije i  $T_g$  - debljina filma.

#### b) Lokalna termo analiza (LTA)

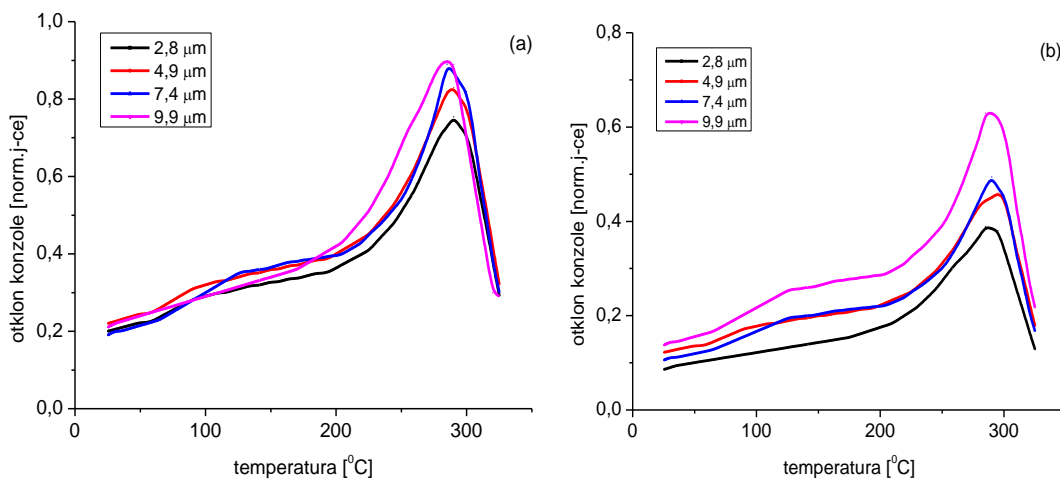
Svi uzorci tankih filmova PI1, PI2, PI3 su snimljeni AFM tehnikom u kontaktnom režimu. Topografski snimci površina PI filmova su izgledali veoma slično za svaku grupu PI. Na površini ispitivanih uzoraka su izabrane po 3 tačke u kojima su merene temperature  $T_g$ . Vrednost  $T_g$  je određena kao srednja vrednost merenja. Na slici 5.18. dat je prikaz 2D i 3D topografije odabranih filmova PI1, PI2 i PI3 na 350°C (sa tačkama u kojima je merena  $T_g$ ).



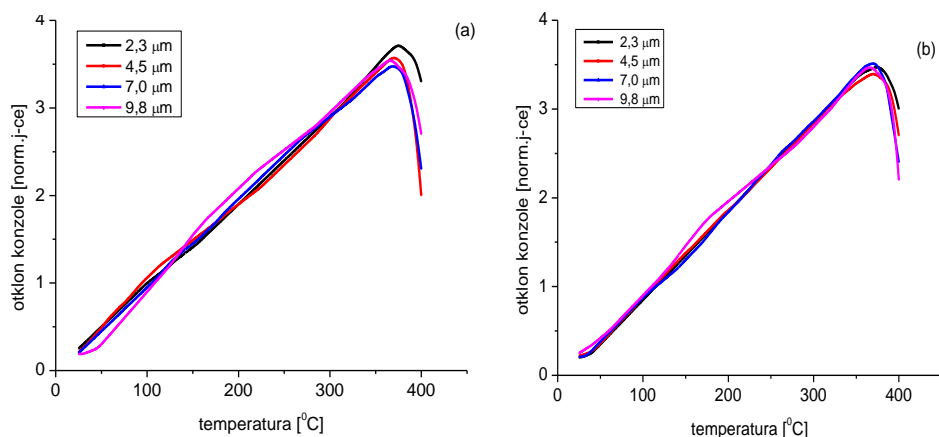


Slika 5.18. Topografski prikaz (2D i 3D) površine tankih filmova imidizovanih na 350°C stepenastim zagrevanjem (a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Za sve serije uzoraka tankih PI1, PI2 i PI3 filmova dobijene su temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , kao srednja vrednost merenja u tri izabrane tačke na površini filma. Reproductivnost dobijenih rezultata je odlična, odstupanja su za sva merenja iznosila do 1°C. Na slikama 5.19. i 5.20. su prikazani karakteristični dijagrami otkona konzole - temperatura za odabranu seriju filmova PI1 i PI2 (350°C) u dva temperaturna režima, dok su se PI3 filmovi ponašali veoma slično kao PI1 filmovi, odnosno oblik krivih je bio isti.



Slika 5.19. Dijagram otklon konzole - temperatura uzorka za tanke PI1 filmove imidizovane na 350°C (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil



Slika 5.20. Dijagram otklon konzole - temperatura uzorka za tanke PI2 filmove imidizovane na 350°C (a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

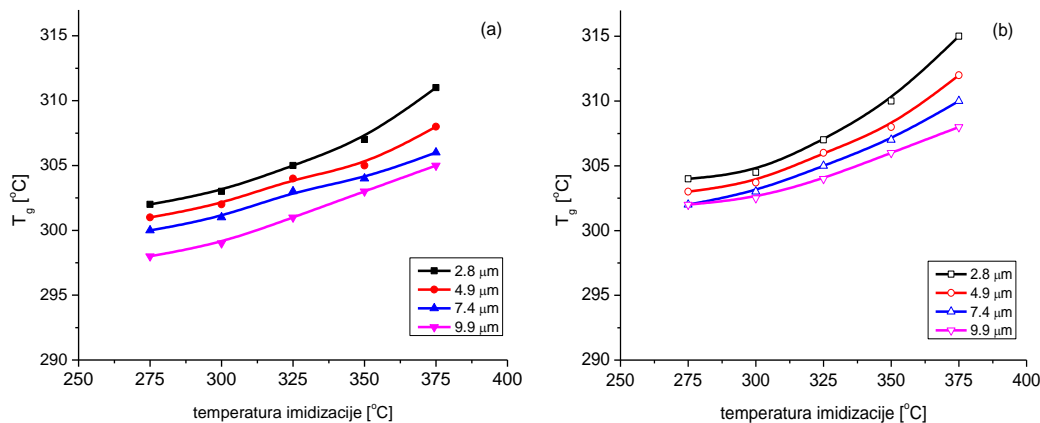
Na osnovu rezultata lokalne termo analize (LTA), a sa ciljem da se ispita da li na toplotne karakteristike PI, odnosno temperaturu  $T_g$ , utiču temperatura imidizacije, kao i debljina filma dobijene su krive zavisnosti  $T_g$  - temperatura imidizacije i  $T_g$  - debljina filma.

#### 5.3.4. Uticaj temperature imidizacije na temperaturu prelaza u staklasto stanje, $T_g$

U cilju ispitivanja uticaja temperature imidizacije na toplotne karakteristike PI filmova, za sve serije filmova PI1, PI2 i PI3 određene su vrednosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ .

##### a) Termomehanička analiza (TMA)

Na slikama 5.21., 5.22. i 5.23. su prikazane dobijene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , PI1, PI2 i PI3 od temperature imidizacije, pri čemu su  $T_g$  vrednosti dobijene termomehaničkom analizom. Literaturne vrednosti temperatura  $T_g$  su 300°C za PI1, 380°C za PI2 i 310°C za PI3.

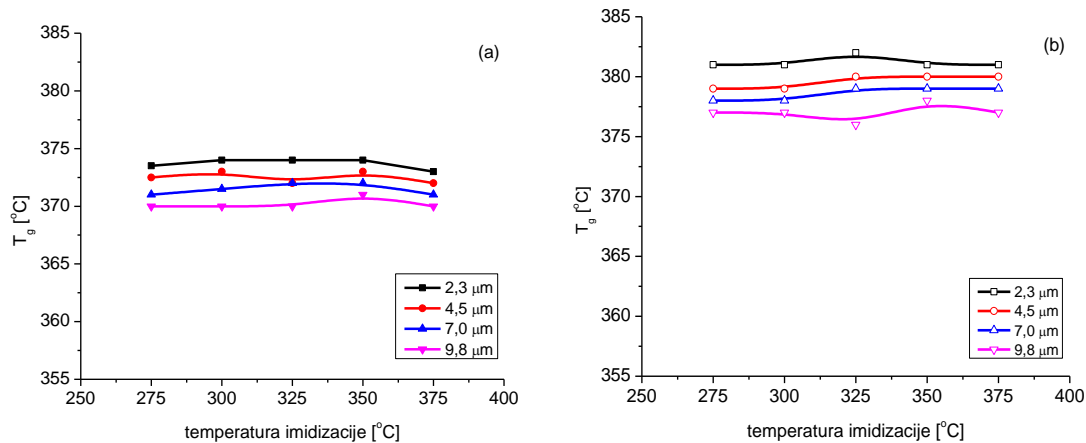


Slika 5.21. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Na slici 5.21. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI1 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije. Temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , nema konstantnu vrednost, već za oba temperaturna režima raste sa povećanjem temperature imidizacije i sa smanjenjem debljine filma za sve PI1 filmove. Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. Objašnjenje leži u boljem uklanjanju rastvarača i većoj uređenosti polimernih lanaca u tankom filmu kod stepenasto zagrevanih uzoraka. S obzirom da je proces imidizacije PI1 filмова završen u ispitivanom temperaturnom intervalu, efekat povećanja temperature  $T_g$  može da potiče od uslova pod kojima su filmovi umrežavani. Optimalno je da temperatura imidizacije na kojoj se postiže finalno očvršćavanje PI filma bude bliska temperturi prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Na samoj temperaturi  $T_g$  pokretljivost lanaca je najveća, pa ukoliko se proces imidizacije nije završio na temperaturi nižoj od  $T_g$ , pri dostizanju  $T_g$  usled velike fleksibilnost lanaca, proces umrežavanja je favorizovan. Posledica ovoga je pomeranje vrednosti  $T_g$  krajnje umreženog filma ka vrednostima koje su veće od predviđenih.

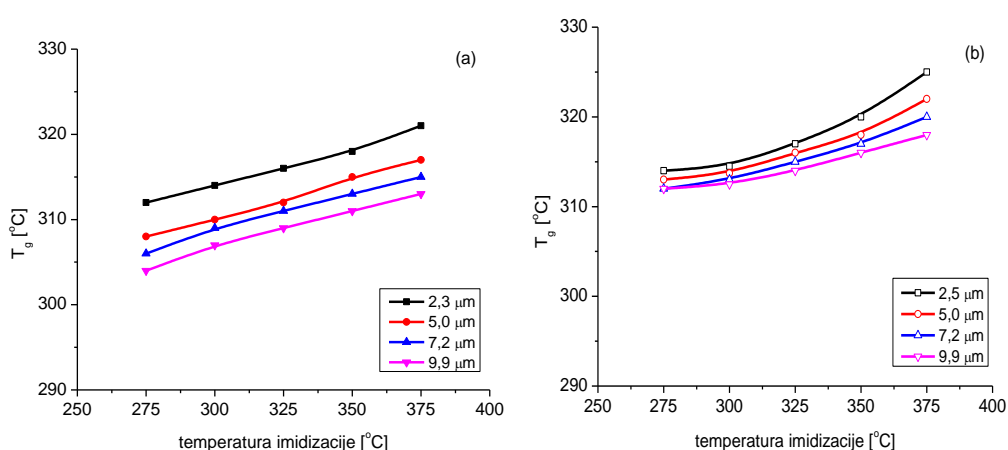
Na slici 5.22. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI2 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije.



Slika 5.22. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI2 filmove

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Kao što se sa slike 5.22. vidi, temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , imaju konstantne vrednosti za sve PI2 filmove, i ne zavise od temperature na kojoj se imidizacija odvija. Sa smanjenjem debljine PI2 filma rastu vrednosti temperature  $T_g$  i ovaj trend važi za filmove iz oba temperaturna režima. Temperatura prelaza u staklasto stanje PI2 filмова koji su umrežavani u stepenastom temperaturnom režimu su više od  $T_g$  filмова imidizovanih u linearnom temperaturnom režimu. Razlike u vrednostima temperatura prelaza u staklasto stanje za PI2 filmove koji su dobijeni stepenastim i linearnim zagrevanjem su oko  $10^\circ\text{C}$ .



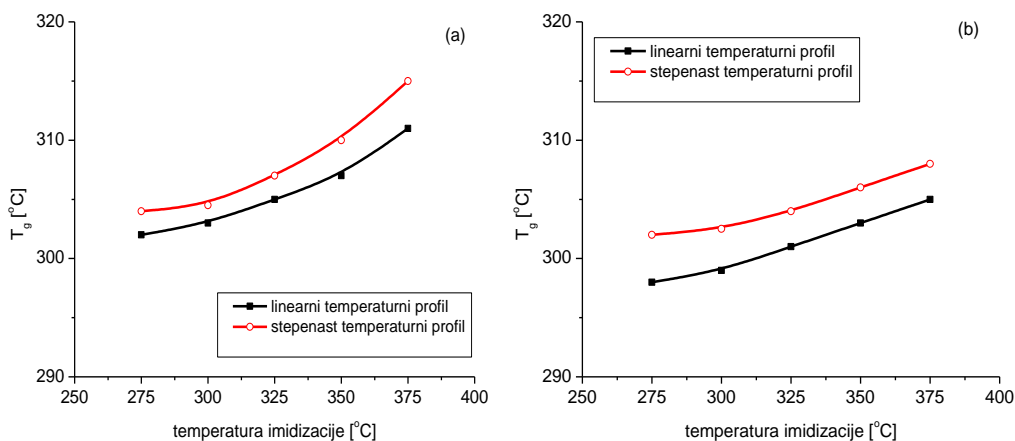
Slika 5.23. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Na slici 5.23. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , za PI3 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije. Kao što sa slike 5.23. može da se vidi, kod PI3 filmova javlja se sličan trend kao i kod PI1 filmova, što je i očekivano s obzirom na isti tip PI.

Temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , tankih PI3 filmova nema konstantnu vrednost, već raste sa povećanjem temperature imidizacije, kao i sa smanjenjem debljine filma za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti). Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. Razlike u vrednostima temperatura prelaza u staklasto stanje za PI2 filmove koji su dobijenih stepenastim i linearnim zagrevanjem iznose 5-10°C.

Na slikama 5.24., 5.25. i 5.26. date su zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za dva temperaturna režima tankih PI1, PI2 i PI3 filmova.

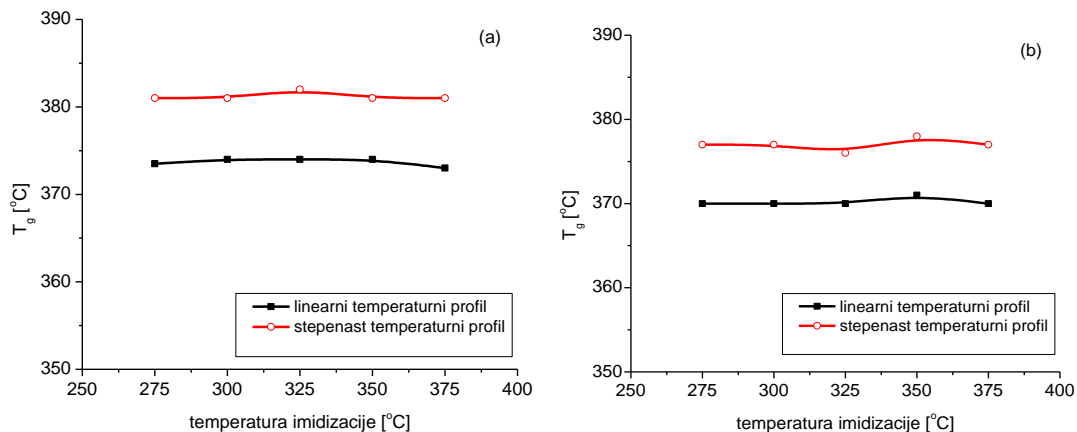


Slika 5.24. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima  
(a) 2,8 μm (b) 9,9 μm

Na slici 5.24. prikazana je zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI1 filmove debljine 2,8 μm i 9,9 μm koji su dobijeni u dva temperaturna režima. Uočava se da filmovi dobijeni stepenastim grejanjem imaju veće vrednosti  $T_g$ , pri čemu je povećanje  $T_g$  sa temperaturom imidizacije nešto izraženije za tanji film. Rast  $T_g$  vrednosti je i za linearni i za stepenast temperaturni

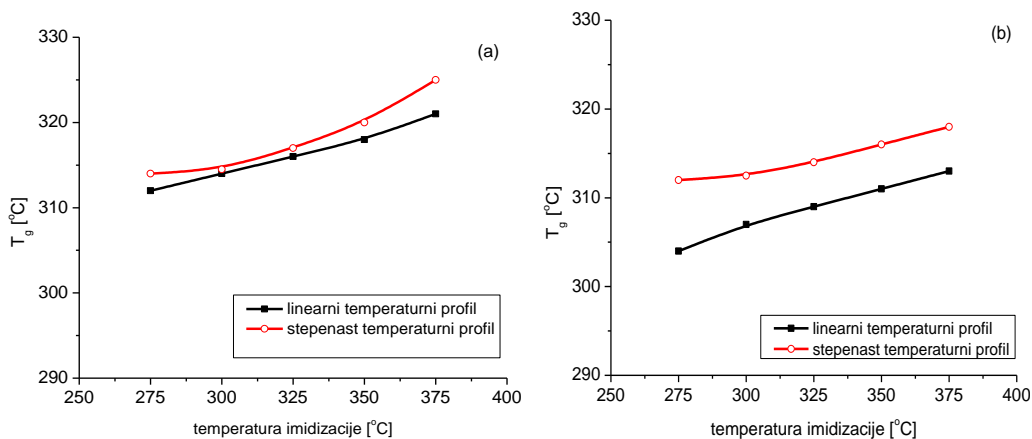
režim izraženiji posle 300°C za oba PI1 filma. Tanji film ima višu temperaturu  $T_g$ .

Radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija je viša od literaturne vrednosti  $T_g$  (300°C), pa su molekuli PI1 tokom procesa imidizacije pokretljiviji, i dolazi do boljeg pakovanja lanaca duž ravni filma. Kao rezultat se javljaju više vrednosti  $T_g$  tankih filmova od literaturne vrednosti.



Slika 5.25. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima  
**(a)** 2,3 μm **(b)** 9,8 μm

Na slici 5.25. prikazana je zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI2 filmove debljine 2,3 μm i 9,8 μm koji su dobijeni u dva temperaturna režima. Uočava se da temperatura imidizacije ne utiče na vrednost  $T_g$ , koja ima konstantnu vrednost u celom ispitivanom opsegu temperatura (275°C - 375°C) za oba temperaturna profila. Kao i kod PI1 filmova i PI2 filmovi dobijeni stepenastim grejanjem imaju veće vrednosti  $T_g$  od filmova PI2 dobijenih pri linearnom zagrevanju. Tanji film ima nešto višu temperaturu  $T_g$  od filma veće debljine. Tokom stepenastog zagrevanja uzoraka, na 200°C dolazi do bolje difuzije i uklanjanja molekula rastvarača, pa je uređenje lanaca PI2 duž ravni filma bolje. Ponašanje PI2 filmova je veoma slično bez obzira na debljinu filma. S obzirom da su lanci PI2 kruti, temperatura imidizacije ne prelazi literaturnu vrednost  $T_g$  (380°C) i imidizacija nije potpuna, ograničenja u pokretljivosti lanaca i dalje postoje tokom procesa imidizacije, pa sama temperatura imidizacije nema uticaja na vrednosti  $T_g$ .



Slika 5.26. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove dobijene u dva temperaturna režima

(a) 2,5 μm (b) 9,9 μm

Na slici 5.26. prikazana je zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI3 filmove debljine 2,5 μm i 9,9 μm koji su dobijeni u dva temperaturna režima. Ponašanje PI3 filмова je slično kao PI1, filmovi dobijeni u stepenastom temperaturnom režimu imaju veće vrednosti  $T_g$ , pri čemu je povećanje  $T_g$  sa temperaturom imidizacije nešto izraženije za tanji film. Tanji film kao i kod PI1 i PI2 ima višu temperaturu  $T_g$ . Radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija je viša od literaturne vrednosti  $T_g$  (310°C), pa su molekuli PI3 tokom procesa imidizacije pokretljiviji, i dolazi do boljeg pakovanja lanaca duž ravni filma. Kao rezultat se javljaju više vrednosti  $T_g$  tankih filмова od literaturne vrednosti.

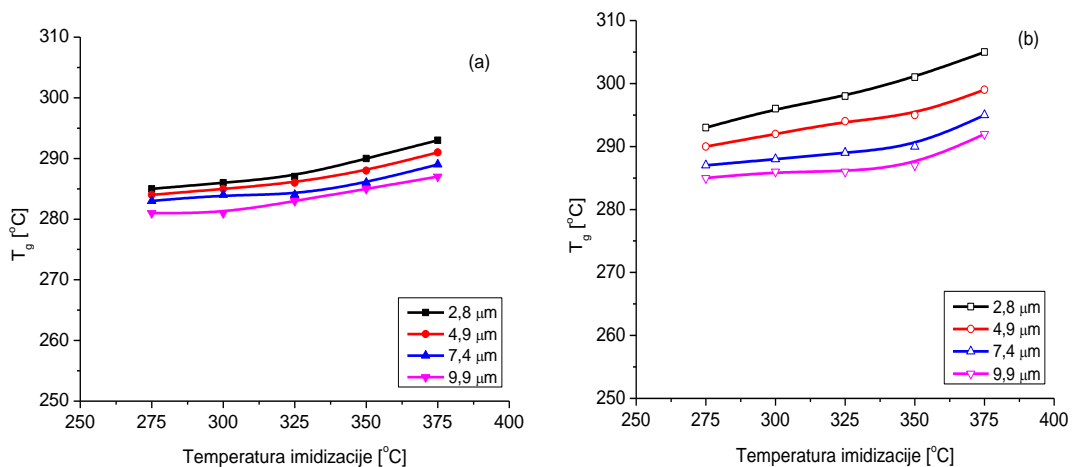
Veći efekat porasta  $T_g$  se uočava kod PI1 i PI3, što se može objasniti većom fleksibilnošću lanaca ova dva PI u odnosu na krute osnovne lance PI2. Sva tri poliimida (PI1, PI2 i PI3) imaju isti broj benzenovih prstena (po tri) u osnovnoj monomernoj jedinici, ali je termički PI2 znatno stabilniji od PI1 i PI3 - temperatura na kojoj se izgubi 10% mase,  $T_d$ , je viša za skoro 50°C u struji inerta i za 100°C u struji vazduha, u poređenju sa  $T_d$  za PI1 [160]. Odsustvo nestabilne C-O-C etarske grupe u strukturi PI2 direktno utiče na povećanje termičke stabilnosti [161].

#### b) Lokalna termo analiza (LTA)

Na slikama 5.27., 5.28. i 5.29. su prikazane dobijene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , PI1, PI2 i PI3 od temperature imidizacije, pri čemu su  $T_g$



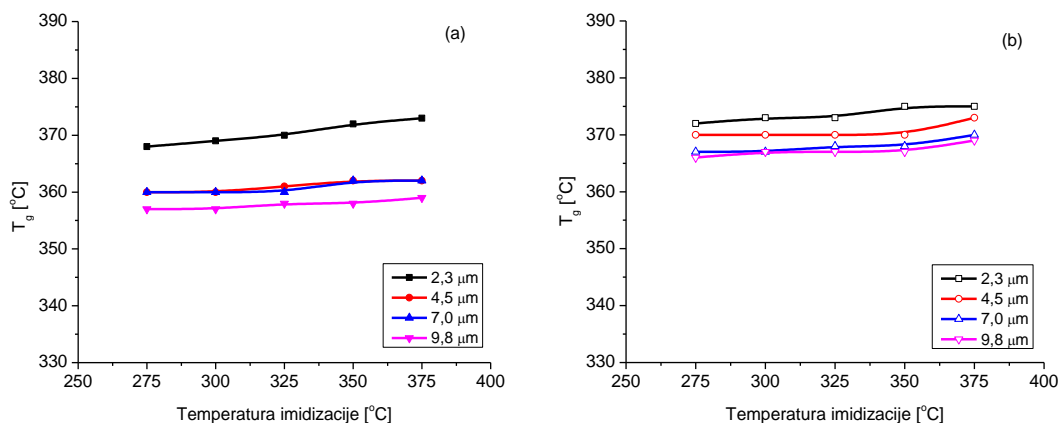
vrednosti dobijene lokalnom termo analizom (LTA). Literaturne vrednosti temperatura  $T_g$  su 300°C za PI1, 380°C za PI2 i 310°C za PI3.



Slika 5.27. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Na slici 5.27. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI1 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije. Temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , nema konstantnu vrednost, već za oba temperaturna režima raste sa povećanjem temperature imidizacije i sa smanjenjem debljine filma za sve PI1 filmove. Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. Razlike u vrednostima temperatura prelaza u staklasto stanje za PI1 filmove koji su dobijenih stepenastim i linearnim zagrevanjem se kreću od 3°C za najdeblji film (9,9  $\mu\text{m}$ ) do 8°C za najtanji film (2,8  $\mu\text{m}$ ). Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehantičke analize, vidi se da su rezultati u dobroj saglasnosti. Vrednosti  $T_g$  dobijene preko mikro(nano) termo analize su nešto niže od onih dobijenih standardnom termomehantičkom analizom.

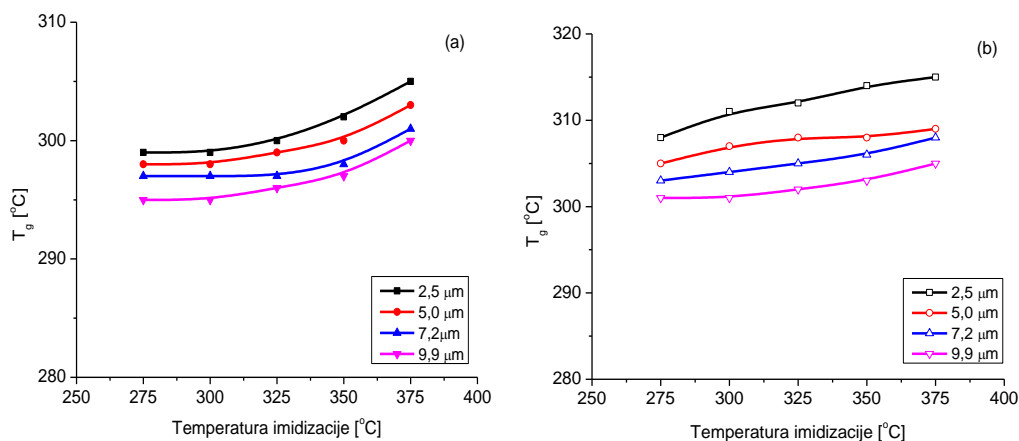


Slika 5.28. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI2 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Na slici 5.28. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI2 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije. Temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , ima približno konstantnu konstantnu vrednost za oba temperaturna režima sa povećanjem temperature imidizacije, osim kod najtanjeg PI2 filma (2,3 μm), kod kog se javlja blagi rast  $T_g$  vrednosti sa povećanjem temperature imidizacije. Sa druge strane, debljina filma ima uticaj na vrednosti  $T_g$  svih PI2 filmova i to u oba temperaturna režima -  $T_g$  raste sa smanjenjem debljine filma  $T_g$ . Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. Razlike u vrednostima temperatura prelaza u staklasto stanje za PI2 filmove koji su dobijeni stepenastim i linearnim zagrevanjem iznose 5°C za najtanji film (2,3 μm) do 10°C za najdeblji film (9,8 μm).

Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehaničke analize, vidi se da su rezultati u dobroj saglasnosti. Kao i kod PI1, vrednosti  $T_g$  dobijene preko lokalne termo analize su nešto niže od onih dobijenih standardnom termomehaničkom analizom.



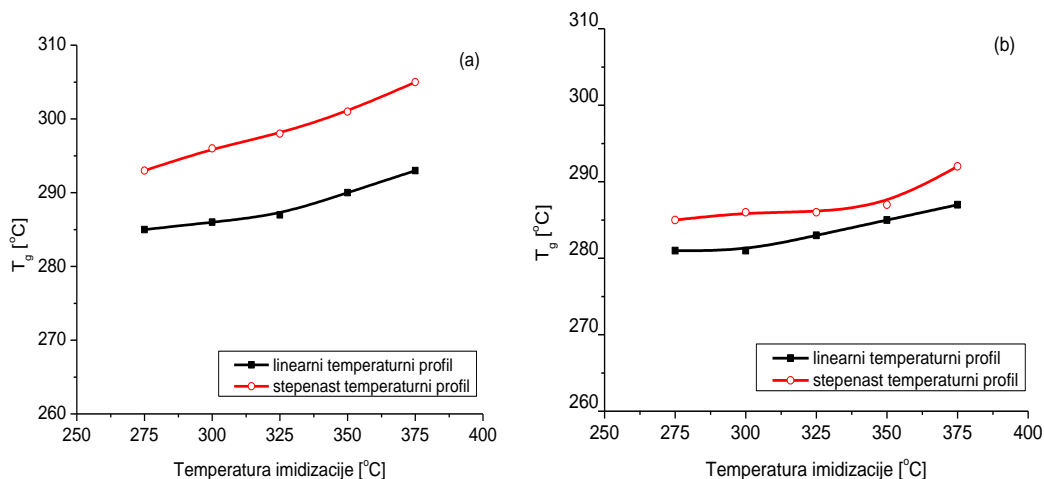
Slika 5.29. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

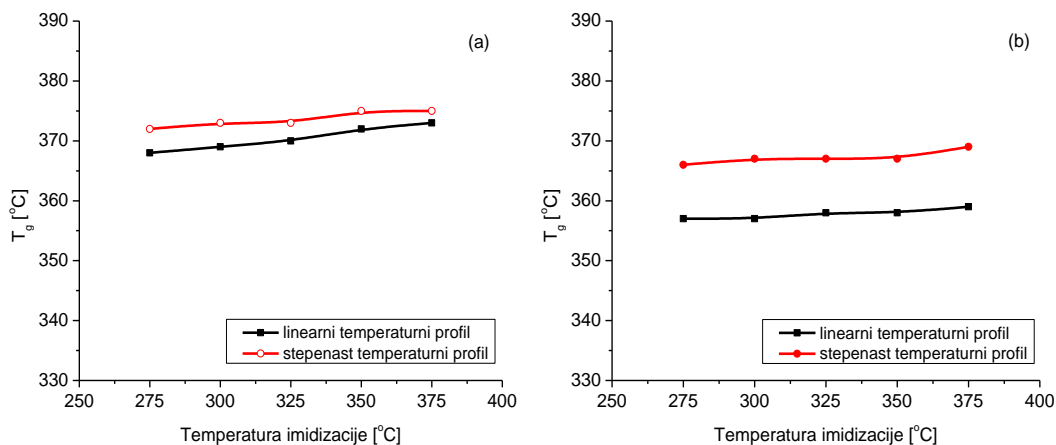
Na slici 5.29. su prikazane zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI3 filmove koji su dobijeni linearnim i stepenastim zagrevanjem do krajnje temperature imidizacije. Kao i kod PI1, temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , nema konstantnu vrednost, već za oba temperaturna režima raste sa povećanjem temperature imidizacije i sa smanjenjem debljine filma za sve PI3 filmove. Vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem su više od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu za 6°C (najdeblji film - 9,9 μm) do 10°C (najtanji film - 2,5 μm). Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehaničke analize, vidi se da su rezultati u dobroj saglasnosti (razlike do 5%).

U cilju boljeg sagledavanja uticaja temperature imidizacije na temperaturu prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , na slikama 5.30., 5.31. i 5.32. su prikazane zavisnosti  $T_g$ , od temperature imidizacije u dva temperaturna režima za po dva tanka PI1, PI2 i PI3 filma.

Na slici 5.30. je prikazana zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI1 filmove debljine 2,8 μm i 9,9 μm dobijene u dva temperaturna režima. Temperatura  $T_g$  raste sa temperaturom imidizacije, kao i sa smanjenjem debljine filma za oba temperaturna režima (linearni i stepenast). Uticaj je izraženiji kod tanjeg filma (8 - 12°C za 2,8 μm), dok je rast  $T_g$  vrednosti znatno blaži kod debljeg filma (do 5°C za 9,9 μm).



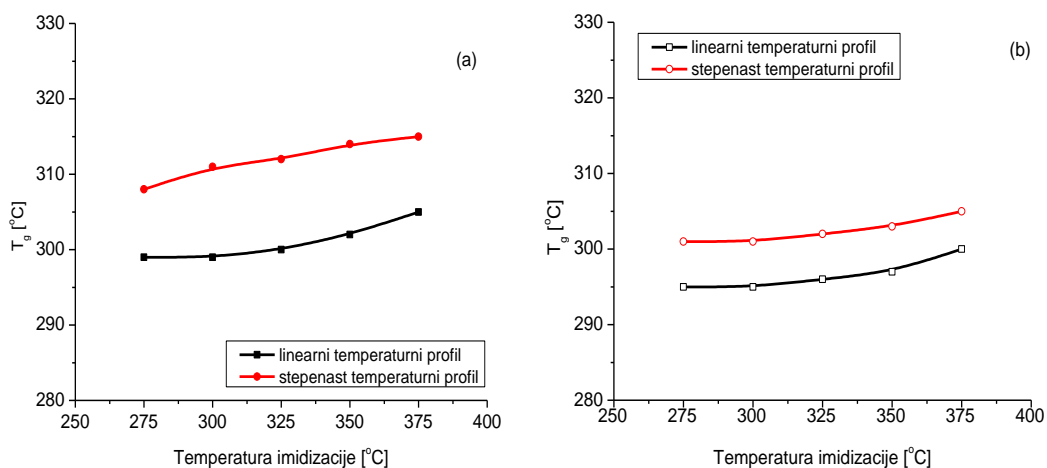
Slika 5.30. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI1 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA  
(a) 2,8 μm (b) 9,9 μm



Slika 5.31. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI2 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA  
(a) 2,3 μm (b) 9,8 μm

Na slici 5.31. je prikazana zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI2 filmove debljine 2,3 μm i 9,8 μm dobijene u dva temperaturna režima. Uočava se postojanje zavisnosti temperature  $T_g$  od debljine filma-  $T_g$  raste kako se debljina filma smanjuje. Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. S druge strane, kod 9,8 μm PI2 filma  $T_g$ , ima

približno konstantnu vrednost sa povećanjem temperature imidizacije i za linearni i za stepenast temperaturni profil, odnosno temperatura na kojoj se odvija umrežavanje nema uticaja na  $T_g$  vrednosti. Kod PI2 filma debljine 2,3  $\mu\text{m}$  vidi se blagi rast  $T_g$  vrednosti sa povećanjem temperature imidizacije. Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu. Razlike u vrednostima temperatura prelaza u staklasto stanje za PI2 filmove koji su dobijenih linearnim i stepenastim zagrevanjem iznose do 5°C za tanji film (2,3  $\mu\text{m}$ ) i 10°C za deblji film (9,8  $\mu\text{m}$ ).



Slika 5.32. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za tanke PI3 filmove dobijene u dva temperaturna režima - LTA

(a) 2,5  $\mu\text{m}$  (b) 9,9  $\mu\text{m}$

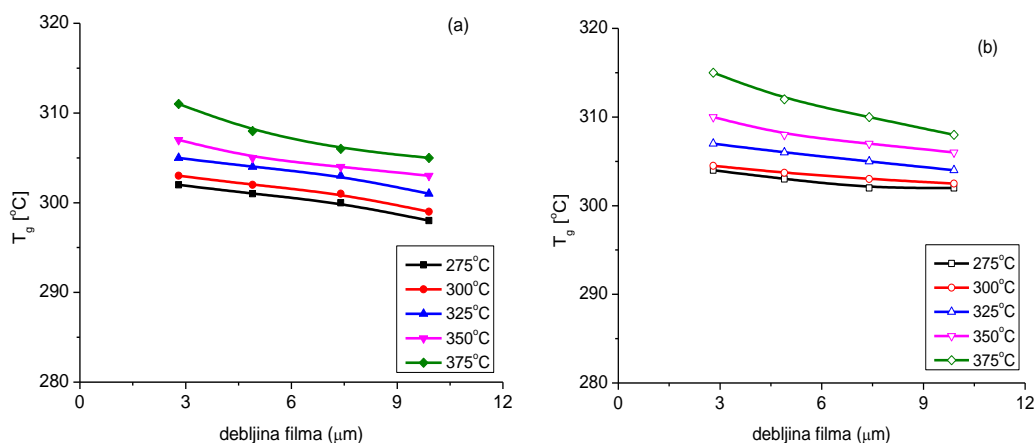
Na slici 5.32. je prikazana zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od temperature imidizacije za PI3 filmove debljine 2,5  $\mu\text{m}$  i 9,9  $\mu\text{m}$  dobijene u dva temperaturna režima. Ponašanje filmova je slično onom koje imaju PI1 filmovi - temperatura  $T_g$  raste sa temperaturom imidizacije, kao i sa smanjenjem debljine filma za oba temperaturna režima (linearni i stepenast). Uticaj je izraženiji kod tanjeg filma (8 - 10°C za 2,8  $\mu\text{m}$ ), dok je rast  $T_g$  vrednosti znatno blaži kod debljeg filma (5 - 7°C za 9,9  $\mu\text{m}$ ).

### 5.3.5. Uticaj debljine filma na temperaturu prelaza u staklasto stanje, $T_g$

U cilju ispitivanja uticaja debljine filma na toplotne karakteristike PI filmova, za sve serije filmova PI1, PI2 i PI3 određene su vrednosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ .

#### a) Termomehanička analiza (TMA)

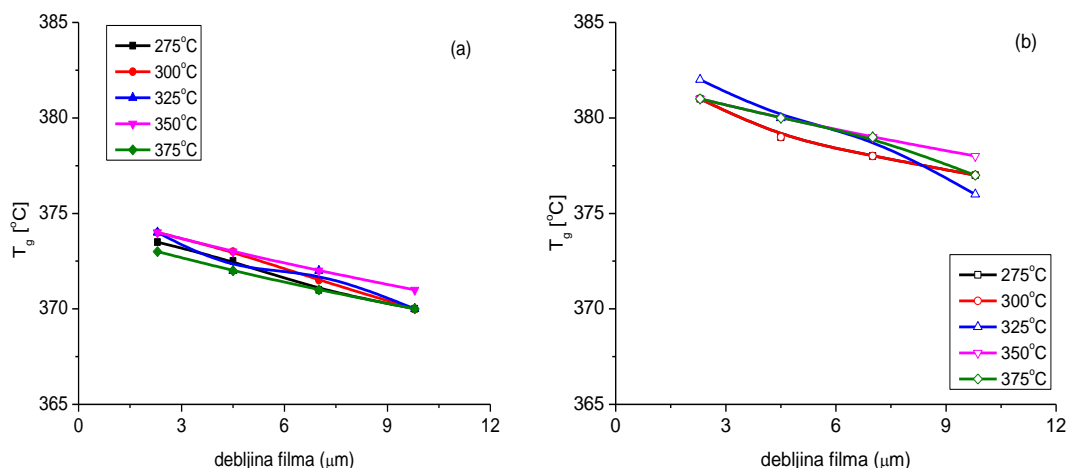
Na slikama 5.33., 5.34. i 5.35. su prikazane dobijene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , PI1, PI2 i PI3 od debljine filma, pri čemu su  $T_g$  vrednosti dobijene pomoću standardne termomehaničke analize (TMA).



Slika 5.33. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI1 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

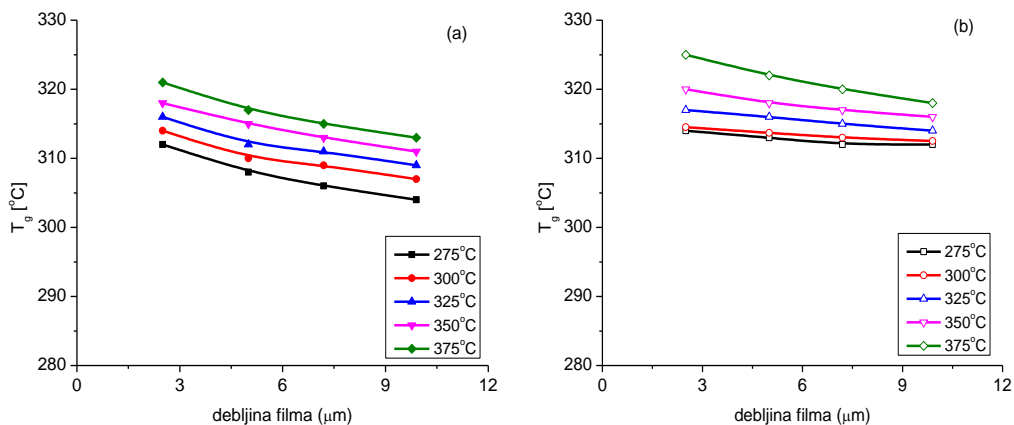
Kao što sa slike 5.33. može da se vidi, temperatura prelaza u staklasto stanje  $T_g$  za PI1 nema konstantnu vrednost kako debljina filma raste, već za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) lagano opada, s tim da su vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem niže za 5 - 10°C od vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju, pri čemu je rast izraženiji kod filmova koji su imidizovani na višim temperaturama. Literaturna vrednost  $T_g$  za PI1 (debljine  $\geq 50 \mu\text{m}$ ) je 300°C. Kod filmova koji su imidizovani na temperaturama nižim i/ili bliskim literaturnoj vrednosti  $T_g$  (275°C i 300°C) pad  $T_g$  sa povećanjem debljine filma je najblaži, a  $T_g$  se asimptotski približava konstantnoj vrednosti. Na temperaturama koje su više od literaturne vrednosti  $T_g$  (325°C - 375°C), uočava se intenzivniji pad vrednosti  $T_g$  kako debljina filma raste.

Radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija ima uticaja na vrednosti  $T_g$ . - ukoliko je viša od  $T_g$  molekuli su tokom procesa imidizacije pokretljiviji, dolazi do bolje uređenosti i pakovanja lanaca duž ravni filma, i to je izraženije kod tanjih filmova. Kao rezultat se javljaju više vrednosti  $T_g$  umreženih filmova od očekivanih.



Slika 5.34. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI2 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Vrednosti  $T_g$  za PI2 nisu konstantne sa povećanjem debljine filma, već za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) opadaju, s tim da su vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem niže za 7 - 10°C od vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Za razliku od PI1 filmova, radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija nema velikog uticaja na vrednosti  $T_g$ , koje su za sve temperature imidizacije (275°C - 375°C) kod tankih PI2 filmova varirale u opsegu 1 - 2°C. Objašnjenje bi moglo da leži u činjenici da je radna temperatura bila niža od literaturne vrednosti  $T_g$  (380°C za film debljine 50  $\mu\text{m}$  i više), pa je pokretljivost inače krutih lanaca PI2 bila dodatno ograničena.



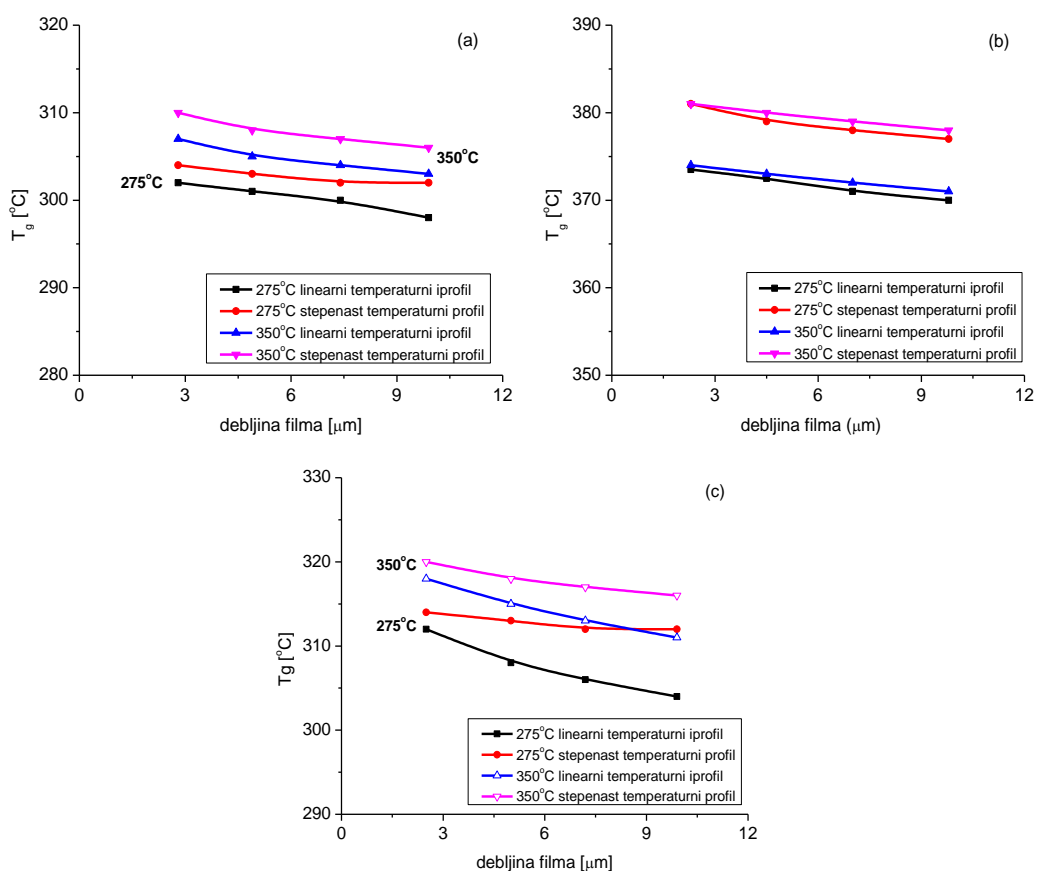
Slika 5.35. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine za PI3 filmove koji su dobijeni na različitim temperaturama imidizacije (a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Kao što sa slika 5.33. i 5.35. može da se vidi, ponašanje PI1 i PI3 filmova je veoma slično-vrednosti  $T_g$  za PI3 opadaju sa povećanjem debljine filma za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti). Kod PI3 filmova, kao i kod PI1 filmova,  $T_g$  uzoraka dobijenih stepenastim zagrevanjem imaju nešto više vrednosti od uzoraka dobijenih pri linearnom zagrevanju, pri čemu je rast izraženiji kod filmova koji su imidizovani na višim temperaturama. Temperatura  $T_g$  raste sa povećanjem temperature na kojoj se odvijala imidizacija. Literaturna vrednost  $T_g$  za PI1 (debljine 50  $\mu\text{m}$  i više) je 310°C. Kod filmova PI3 dobijenih linearnim zagrevanjem ponašanje filmova je isto bez obzira na temperaturu na kojoj se imidizacija odvijala - uočava se pad  $T_g$  vrednosti sa povećanjem debljine filma. Kod filmova koji su imidizovani u stepenastom režimu na temperaturama nižim i/ili bliskim literaturnoj vrednosti  $T_g$  (275°C i 300°C) pad  $T_g$  sa povećanjem debljine filma je blaži, a  $T_g$  se asimptotski se približava konstantnoj vrednosti. Na temperaturama koje su više od literaturne vrednosti  $T_g$  (325°C - 375°C), uočava se intenzivniji pad vrednosti  $T_g$  kako debljina filma raste. Radna temperatura kod stepenastog režima ima uticaja na vrednosti  $T_g$ . - ukoliko je viša od  $T_g$  molekuli su tokom procesa imidizacije pokretljiviji, dodatno dolazi do bolje uredenosti i pakovanja lanaca duž ravni filma, i to je izraženije kod tanjih filmova. Kao rezultat se javljaju više vrednosti  $T_g$  umreženih filmova od očekivanih.



Za razliku od filmova čija je debljina veća od 50  $\mu\text{m}$ , kod sva tri tanka PI1, PI2 i PI3 filma vrednosti  $T_g$  nisu konstantne već zavise od debljine filma. Postoji jasan trend povećanja  $T_g$  vrednosti sa smanjenjem debljine filma kod PI1, PI2 i PI3 s time da je efekat povećanja  $T_g$  kod PI1 i PI3 izraženiji, što se može objasniti većom fleksibilnošću lanaca ova dva PI u odnosu na krute osnovne lance PI2.

Sa ciljem da se utvrdi da li temperturni režim, u kojem su tanki PI1, PI2 i PI3 filmovi imidizovani, utiče na temperaturu prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , na slici 5.36. su upoređene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine PI1, PI2 i PI3 filmova za oba temperturna profila na dve temperature imidizacije (275°C i 350°C).



Slika 5.36. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za oba temperturna profila na dve temperature imidizacije (275°C i 350°C)

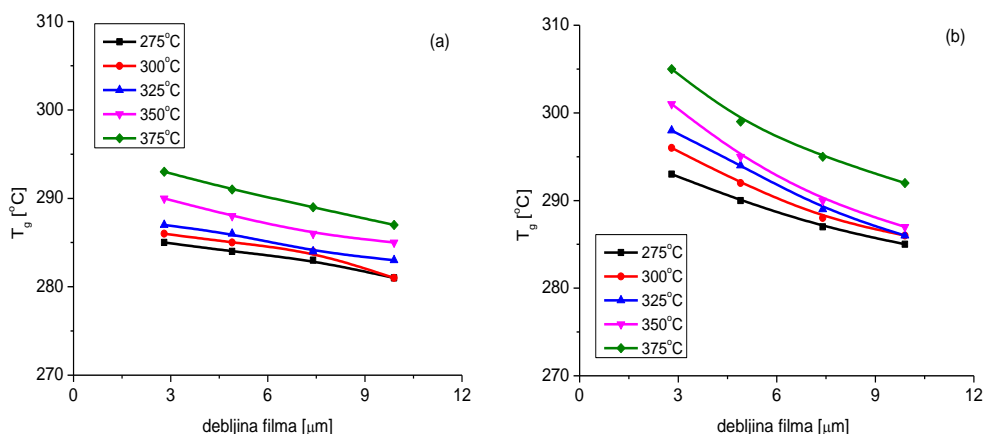
(a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Kao što se sa slike 5.36. vidi, i temperturni profil i temperatura imidizacije imaju uticaja na vrednost  $T_g$ . Kod PI1 i PI3 filmova, temperturni režim ima uticaja na  $T_g$  vrednosti- tokom stepenastog zagrevanja na 200°C (30 min) dolazi do boljeg

uklanjanja molekula rastvarača i sporednih produkata (vode) nego kod linearnog zagrevanja, pa je bolje pakovanje lanaca i  $T_g$  vrednosti su više. Kod PI2 filmova uticaj temperaturnog režima na vrednosti  $T_g$  je skoro zanemarljiv. Temperatura imidizacije utiče na vrednost temperature  $T_g$  kod sva tri PI, sa porastom temperature imidizacije raste  $T_g$ .

### b) Lokalna termo analiza (LTA)

Na slikama 5.37., 5.38. i 5.39. su prikazane dobijene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , PI1, PI2 i PI3 od debljine filma, pri čemu su  $T_g$  vrednosti dobijene mikro(nano) termo analizom. Literaturne vrednosti temperatura  $T_g$  su 300°C za PI1, 380°C za PI2 i 310°C za PI3.

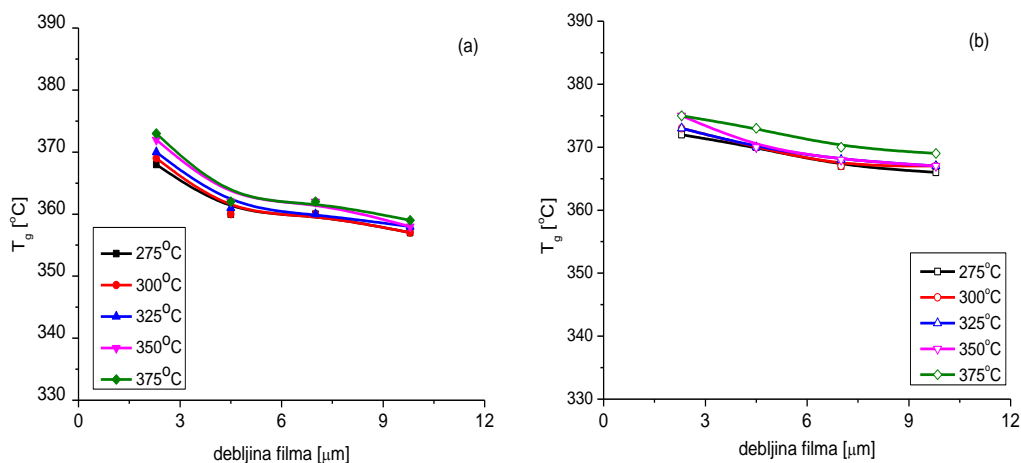


Slika 5.37. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI1 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Temperatura prelaza u staklasto stanje  $T_g$  za PI1 nema konstantnu vrednost već za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) opada sa povećanjem debljine filma, s tim da su vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem niže za 8 - 15°C od vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju, pri čemu je rast izraženiji kod filmova koji su imidizovani na višim temperaturama. Vrednosti  $T_g$  rastu sa povećanjem temperature na kojoj su prekursori PAK PI2 imidizovani. Kod filmova koji su imidizovani na temperaturama nižim i/ili bliskim literaturnoj vrednosti  $T_g$  (275°C - 325°C) uočava se blagi pad  $T_g$  sa povećanjem debljine filma, pri čemu se  $T_g$  asimptotski

približava konstantnoj vrednosti. Na temperaturama koje su više od literaturne vrednosti  $T_g$  ( $350^{\circ}\text{C}$  i  $375^{\circ}\text{C}$ ), uočava se intenzivniji pad vrednosti  $T_g$  kako debljina filma raste. Ovo je posebno izraženo kod filmova koji su imidizovani pri stepenastom zagrevanju. Radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija ima uticaja na vrednosti  $T_g$ . - ukoliko je viša od  $T_g$ , molekuli su tokom procesa imidizacije pokretljiviji, dolazi do bolje uređenosti i pakovanja lanaca duž ravni filma, i to je izraženije kod tanjih filmova.

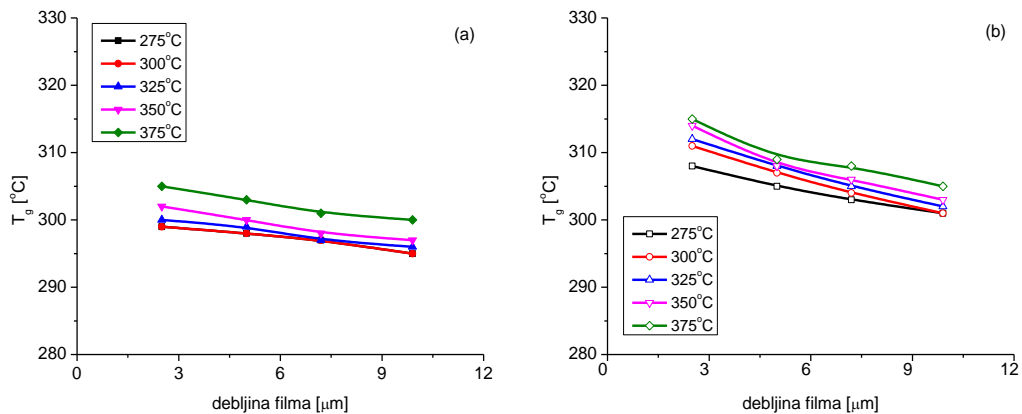


Slika 5.38. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI2 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Vrednosti  $T_g$  za PI2 nisu konstantne sa povećanjem debljine filma, već za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) opadaju, s tim da su vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem niže za 7 -  $10^{\circ}\text{C}$  od vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju. Za razliku od PI1 filmova, radna temperatura na kojoj se odvija imidizacija nema velikog uticaja na vrednosti  $T_g$ , koje su za sve temperature imidizacije ( $275^{\circ}\text{C}$  -  $325^{\circ}\text{C}$ ) kod tankih PI2 filmova varirale u opsegu 1 -  $2^{\circ}\text{C}$ , osim za najtanji film ( $2,5 \mu\text{m}$ ) kod kog je taj pad  $T_g$  vrednosti  $5^{\circ}\text{C}$ . Objašnjenje leži u činjenici da je radna temperatura bila niža od literaturne vrednosti  $T_g$  ( $380^{\circ}\text{C}$  za film debljine  $50 \mu\text{m}$  i više), pa je pokretljivost inače krutih lanaca PI2 bila veoma ograničena.

Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehaničke analize, svi rezultati su u dobroj saglasnosti. Kao i kod PI1, vrednosti  $T_g$  dobijene preko lokalne termo analize su nešto niže od onih dobijenih standardnom termomehaničkom analizom.



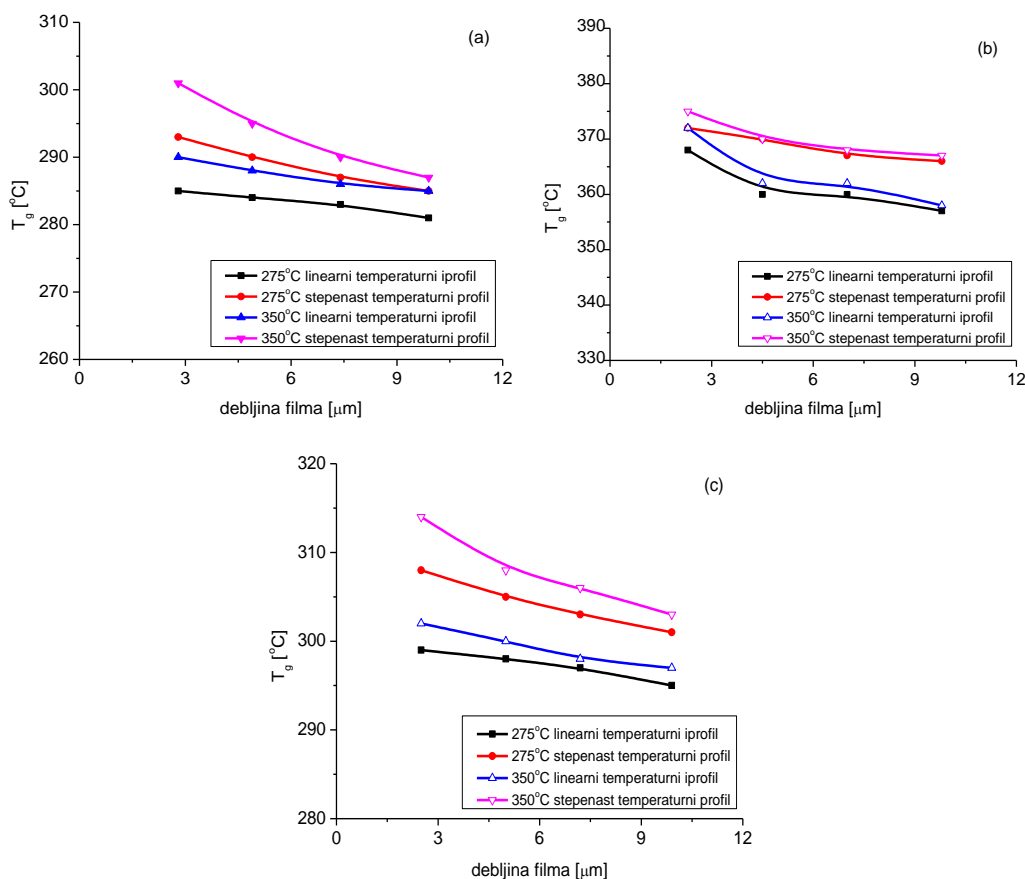
Slika 5.39. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za tanke PI3 filmove - LTA

(a) linearni temperaturni režim (b) stepenast temperaturni režim

Kao što sa slike 5.39. može da se vidi, ponašanje PI3 filmove je slično ponašanju PI1 i PI2 filmove-vrednosti  $T_g$  za PI3 sa povećanjem debljine filma nisu konstantne, već lagano opadaju za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti). Kod PI3 filmove, kao i kod PI1 filmove,  $T_g$  uzoraka dobijenih stepenastim zagrevanjem imaju više vrednosti (u proseku za 10°C) od uzoraka dobijenih pri linearnom zagrevanju. Temperatura  $T_g$  raste sa povećanjem temperature na kojoj se odvijala imidizacija. Literaturna vrednost  $T_g$  za PI3 (debljine 50 μm i više) je 310°C. Kod filmove koji su imidizovani u linearnom režimu na 375°C nešto je veći skok  $T_g$  vrednosti u odnosu na filmove imidizovane na temperaturama od 275°C do 350°C.

Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehaničke analize, vidi se da su rezultati u dobroj saglasnosti. Kao i kod PI1 i PI2, vrednosti  $T_g$  dobijene preko lokalne termo analize su nešto niže od onih dobijenih standardnom termomehaničkom analizom.

Sa ciljem da se utvrdi da li temperaturni režim, u kojem su tanki PI1, PI2 i PI3 filmove imidizovani, utiče na temperaturu prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , na slici 3.41. su upoređene zavisnosti temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine PI1, PI2 i PI3 filmove za oba temperaturna profila na dve temperature imidizacije (275°C i 350°C).



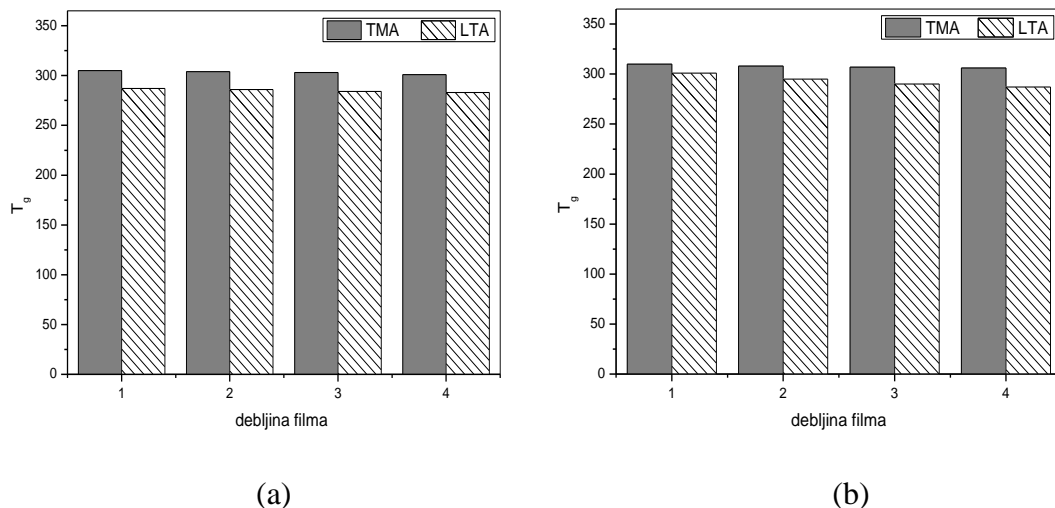
Slika 5.40. Zavisnost temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , od debljine filma za oba temperturna profila na dve temperature imidizacije (275°C i 350°C) - LTA

(a) PI1 (b) PI2 (c) PI3

Kao i kod rezultata koji su dobijeni pomoću klasične termomehantičke analize, i  $T_g$  vrednosti dobijene pomoću lokalne termo analize pokazuju opadajuću zavisnost od debljine filma. Filmovi PI1, PI2 i PI3 koji su imidizovani pri stepenastom zagrevanju imaju više vrednosti  $T_g$  od filmova PI1, PI2 i PI3 koji su linearno zagrevani pri umrežavanju, pri čemu PI1 i PI3 pokazuju veoma slično ponašanje. Uticaj temperaturnog režima je izraženiji kod tanjih PI1 i PI3 filmova koji su imidizovani na 350°C (veće razlike u  $T_g$  vrednostima) od filmova PI1 i PI3 imidizovanih na 275°C i smanjuje se kako debljina filma raste. Kod PI2 filmova je situacija obrnuta, odnosno uticaj temperaturnog režima je izraženiji kod debljih filmova, a razlike u  $T_g$  vrednostima između filmova dobijenih pomoću dva temperaturna režima opadaju, sa smanjenjem debljine filma. Uticaj temperature imidizacije na vrednosti  $T_g$  je skoro zanemarljiv.

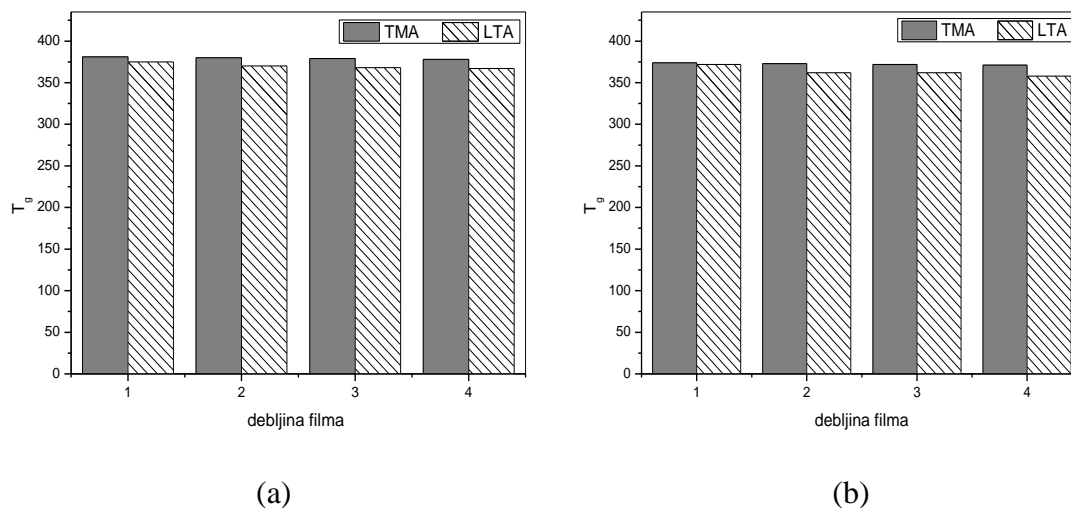
**c) Poređenje vrednosti temperature prelaza u staklasto stanje  $T_g$  dobijenih pomoću TMA i LTA**

Temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , za sve serije PI1, PI2 i PI3 tankih filmova koje su dobijene pomoću TMA i LTA analize su upoređeni i analizirani. Na slikama 5.41., 5.42. i 5.43. su prikazane uporedne vrednosti  $T_g$  za PI1, PI2 i PI3 koji su imidizovani na 350°C pri linearnom (a) i stepenastom (b) temperaturnom profilu.



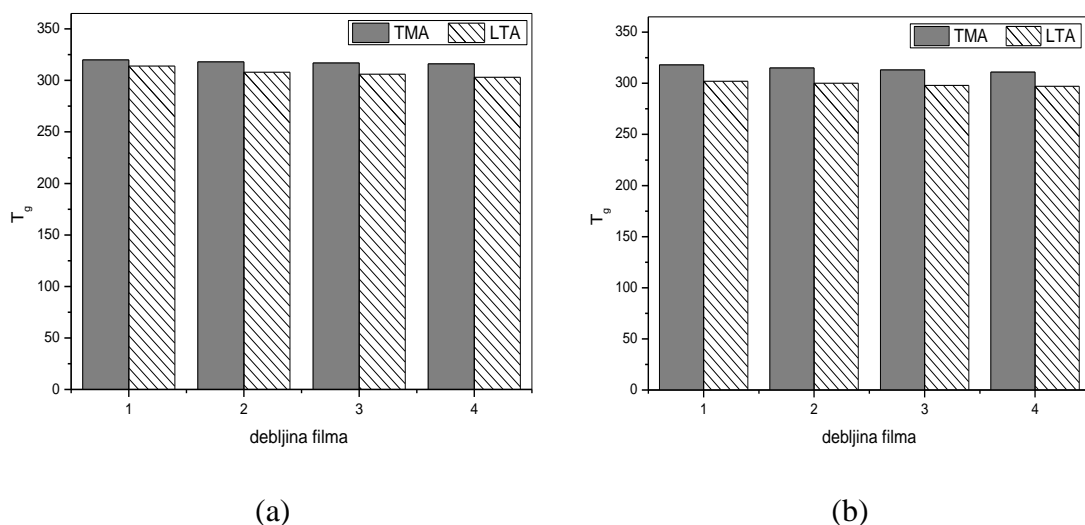
Slika 5.41. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI1, temperatura imidizacije 350°C

(a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil



Slika 5.42. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI2, temperatura imidizacije 350°C

(a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil



Slika 5.43. Poređenje  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA analize, PI3, temperatura imidizacije 350°C

(a) linearni temperaturni profil (b) stepenast temperaturni profil

Kao što se sa dijagrama 5.41. - 5.43. može videti, slaganje  $T_g$  rezultata dobijenih pomoću standardne TMA metode i nove LTA metode je veoma dobro (u intervalu od 94% do 97,6%, Tabela 5.1). Ostali rezultati poređenja  $T_g$  vrednosti dobijenih pomoću TMA i LTA metode pokazuju slične trendove, a prikazani su u Tabeli 5.1. (po temperaturama imidizacije) i Tabeli 5.2. (po debljini PI filma).

Tabela 5.1. Poređenje vrednosti  $T_g$  dobijenih pomoću TMA i LTA metode - po temperaturi imidizacije

Temperatura imidizacije °C	PI1		PI2		PI3	
	Linearni profil	Stepenast profil	Linearni profil	Stepenast profil	Linearni profil	Stepenast profil
275	0,943	0,954	0,972	0,979	0,973	0,973
300	0,943	0,959	0,972	0,975	0,959	0,976
325	0,940	0,955	0,974	0,974	0,955	0,972
350	0,943	0,953	0,976	0,975	0,952	0,969
375	0,943	0,957	0,980	0,980	0,954	0,963

Tabela 5.2. Poređenje vrednosti  $T_g$  dobijenih pomoću TMA i LTA metode - po debljini PI filma

Debljina filma $\mu\text{m}$	PI1		PI2		PI3	
	Linearni profil	Stepenast profil	Linearni profil	Stepenast profil	Linearni profil	Stepenast profil
~2,5	0,942	0,969	0,991	0,980	0,952	0,980
~5	0,943	0,959	0,969	0,976	0,959	0,971
~7	0,942	0,949	0,971	0,972	0,959	0,968
~10	0,941	0,943	0,967	0,974	0,960	0,961

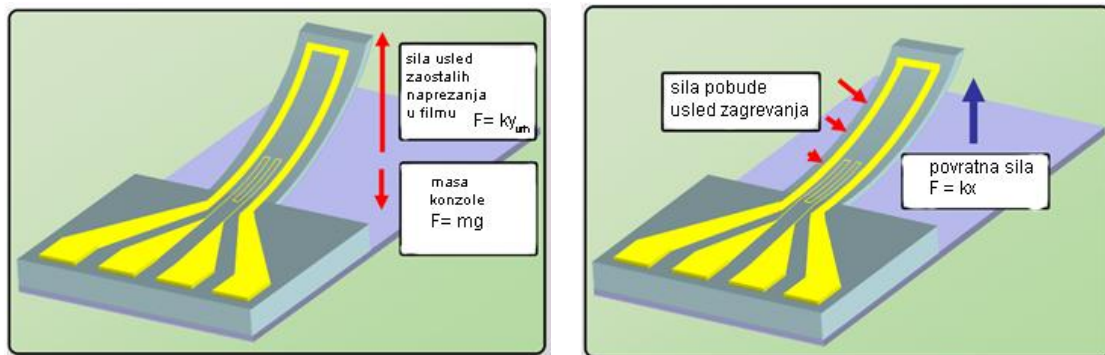
Kao što se sa slika 5.41.-5.43. i iz tabela 5.1. i 5.2. vidi, slaganja rezultata dobijenih pomoću ove dve metode su odlična (preko 94%), pa se nova LTA metoda može predložiti kao dopuna ili alternativa standardnoj TMA analizi kada se radi o PI1, PI2 i PI3 filmovima.

## 6. MIKRO KONZOLE

### 6.1. Krutost konzola

Za konzolu čija se krutost definiše sa  $k$ , može da se aproksimira da su naprezanja koja su zaostala analogna sili koja deluje na konzolu, a usled čega dolazi do početnog otklona konzole (pozicija „y”). Što su veća zaostala naprezanja u strukturi (usled viših temperatura umrežavanja PI), konzola će imati veći početni otklon od ravni. Sila koja je potrebna da bi se konzola savila je ista sila koja deluje protiv povratne sile koja izaziva savijanje „x” (slika 6.1.). Što je krutost konzole veća, veća je i potrebna snaga da bi se konzola pomerila. Sila koja je nastala usled zaostalih naprezanja se izražava kao  $F = ky_{vrh}$ . Da bi došlo do otklona konzole mora da se savlada sila  $F = kx$ , gde je  $k$ - konstanta opruge. Zbog toga je poželjno da je krutost konzola mala, jer će tada za otklon (savijanje) biti potrebna manja sila.

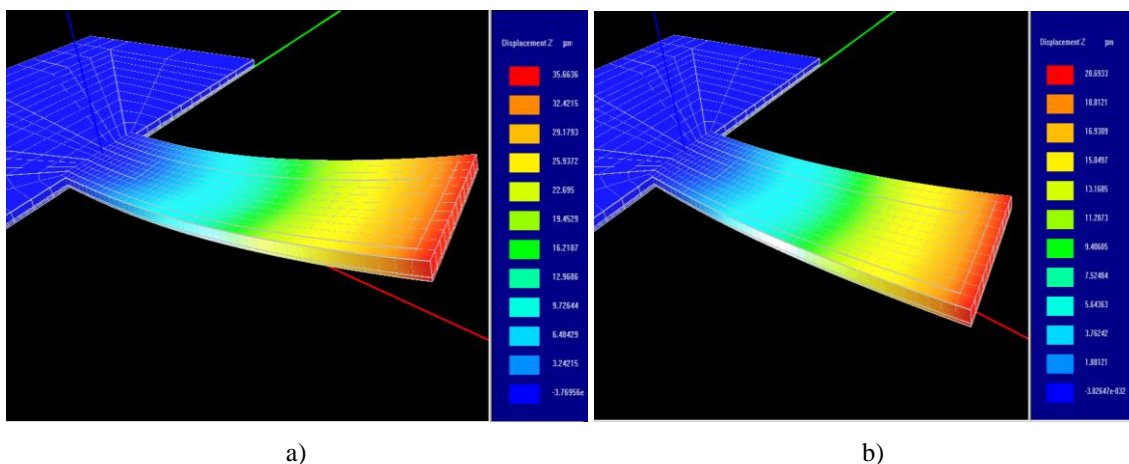




Slika 6.1. Grafički prikaz raspodele sila koje deluju na mikrokonzolu pri toplotnoj pobudi

### 6.2. Simulacija mikrokonzola

Intelsuite termo-elektro-mehanički (TEM) simulacioni paket je korišćen sa ciljem da se dobiju preliminarne vrednosti početnog otklona, kao i dinamičko ponašanje mikrokonzola od izabranih PI1 i PI3 strukturnih slojeva. Za dobijanje 3D modela u simulacioni paket su uneseni podaci koji se odnose na svojstva materijala, granične uslove i naprezanja (toplotna i mehanička). U simulaciji su korišćene sledeće dimenzije za mikrokonzole: dužina 550  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  širina i ukupna debljina 7  $\mu\text{m}$ . Trodimenzionalni modeli (3D) jednoslojnih PI1 i PI3 mikrokonzola koji su dobijeni simulacijom pomoću Intellisuite TEM paketa prikazani su na slici 6.2.

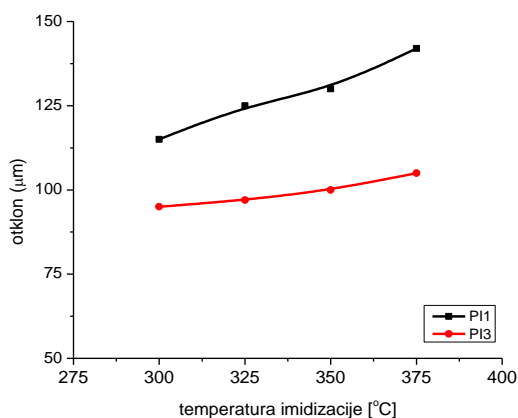


Slika 6.2. Mikrokonzole - trodimenzionalni (3D) modeli - dobijeni simulacijom pomoću Intellisuite Termo-Elektro-Mehaničkog paketa: početni otklon i raspodela toplote (a) PI1 (b) PI3 (statički otklon) [162]

Kao što sa slike 6.2. može da se vidi, obe poliiimidne mikrokonzole imaju dobar početni otklon van ravni, pri čemu je kod PI1 konzole on veći nego kod PI3. Na osnovu

rezultata simulacije - preliminarno dobijenih vrednosti početnog otklona i raspodele temperatura jednoslojnih mikrokonzola, oba poliimidna materijala mogu da se primene kao strukturni slojevi kod bimorfni mikrokonzola.

Naprezanje u završnoj bimorfnoj strukturi u direktnoj je vezi sa temperaturom na kojoj se PAK imidizuje u PI - što je temperatura viša, veća su izduženja oba materijala u bimorfu, pa se pri hlađenju javlja naprezanje usled istežanja u strukturi. Poželjno je da se ostvare veća naprežanja u tankim PI filmovima. U cilju ispitivanja uticaja temperature imidizacije izabranih PI na početni otklon konzola, urađena je serija simulacija za PI1 i PI3 mikrokonzole (koje su imidizovane u intervalu od 300°C do 375°C). U simulacioni paket su unete vrednosti toplotnih karakretistika tankih PI filmova, koje su dobijene u ovom doktoratu (poglavlje 5). Rezultati dobijeni simulacijom pomoću Intellisuite TEM paketa (metodom konačnih elemenata) su prikazani na slici 6.3.



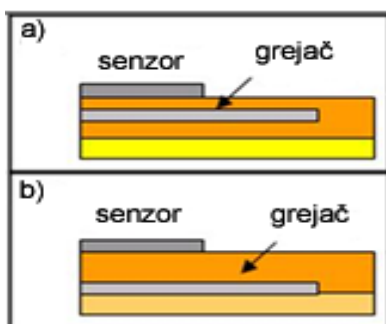
Slika 6.3. Početni otklon PI1 i PI3 konzola u zavisnosti od temperature imidizacije - simulacioni paket Intellisuite (TEM)

Kao što sa slike 6.3. može da se vidi, rezultati dobijeni simulacijom pokazuju da početni otklon konzola raste sa povećanjem temperature imidizacije, jer su naprežanja tokom umrežavanja u samoj strukturi veća. Za obe strukture je zadovoljen postavljen uslov da se početni otklon struktura kreće u intervalu od 75 - 150 µm.

### 6.3. Dizajn za bimorfne mikrokonzole

Na osnovu rezultata ispitivanja tankih PI filmova i rezultata simulacije PI1 i PI3 konzola, odabran je dizajn za mikrokonzole na bazi bimorfni struktura metal - poliimid (Au - PI) i poliimid - poliimid (PI - PI) (slika 6.4.): gornji sloj je Au ili PI2, a donji sloj

PI1 ili PI3. Mikrobimorfi su napravljeni po proceduri opisanoj pod 2.2.1 i testirani u statičkom i dinamičkom režimu pri toplotnoj pobudi.

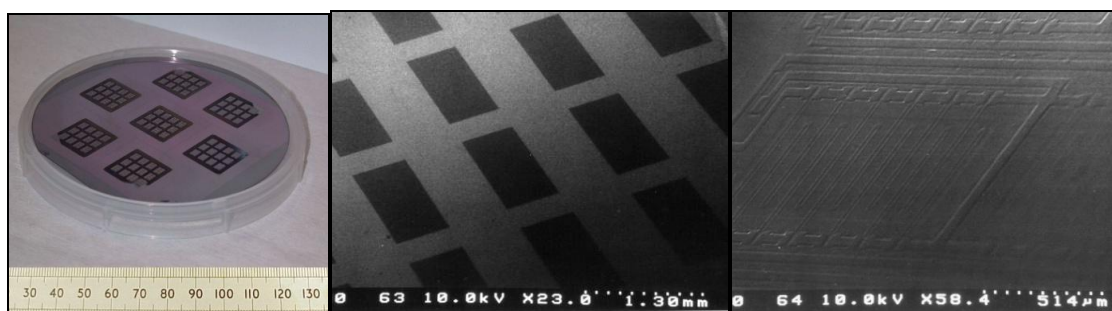


Slika 6.4. Dizajn za mikrokonzole na bazi bimorfne strukture (a) Au - PI (b) PI - PI

Optimalni odnos debljine bimorfne materijala i integrisanih traka treba da omogući upotrebu manje krutih konzolnih struktura, pri čemu se ne bi ugrozilo funkcionisanje konzola (mali početni otklon, moment savijanja koji nije dovoljan da se savlada krutost metalnih traka). Polimeri su materijali koji zadovoljavaju ovaj uslov, jer imaju male vrednosti krutosti.

#### 6.4. Dobijanje bimorfne strukture metal - PI i PI - PI

Fabrikovane Au - PI i PI - PI mikrokonzole na 4'' Si nosaču su prikazane na slici 6.5.(a).



a)

b)

c)

Slika 6.5. (a) Fabrikovane Au - PI mikrokonzole na 4'' Si nosaču (b) šablonizovana površina nosača (tamni pravougaonici - ogoljene SiO<sub>2</sub> površine, svetli ram - metalni sloj Cr/Au) i (c) utisnute signalne linije

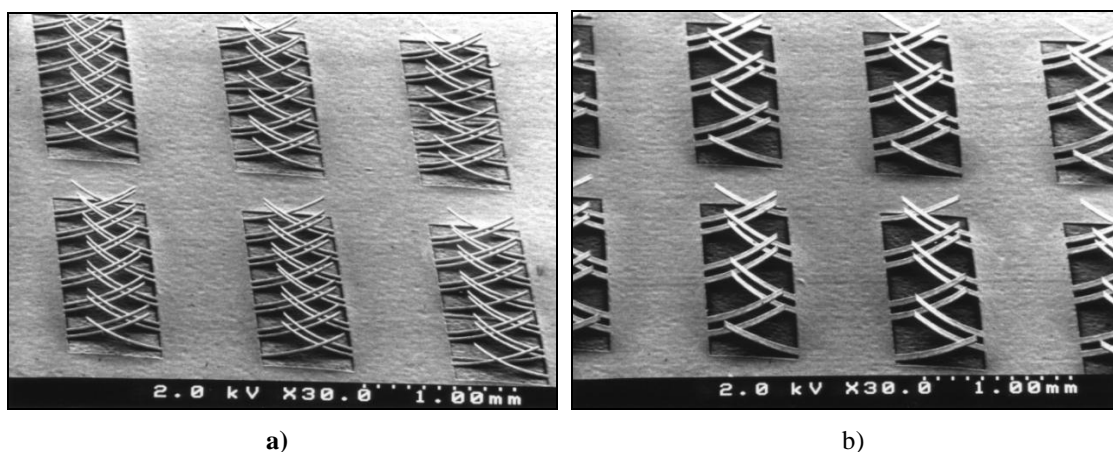
Šablonizovana površina supstrata sa odabranim adhezionim svojstvima je prikazana na slici 6.5.(b) - tamni pravougaonici predstavljaju ogoljene SiO<sub>2</sub> površine, dok je svetli okvir Cr/Au metalni sloj. Za alternativni PI - PI dizajn mikrokonzola

korišćen je obrnuti šablon „negativne slike” koji definiše žrtvenu površinu. Integrisane signalne trake prikazane su na slici 6.5.(c).

Konzole su napravljene upotrebom mikrofabrikacionih tehnika na Si supstratu. Dobijene konzole se sastoje od različitih kombinacija tankih metalnih i polimernih filmova, između kojih se nalaze senzorske trake i trake za grejanje. Kao posledica procesa fabrikacije, tanki filmovi materijala koji su korišćeni kao strukturni slojevi u polimernim konzolama imaju zaostala naprezanja.

Ova zaostala naprezanja koja postoje u bimorfnoj strukturi dovode do početnog uvrtanja tj. krivljenja na gore, pri „oslobađanju” odnosno odvajanju od supstrata. Zbog postojanja ovog početnog otklona nije potrebno dodatno pozicioniranje van ravni. Kako se materijal nagriza, konzole se usled unutrašnjih naprezanja oslobađaju od SiO<sub>2</sub> supstrata na mestima gde je adhezija slaba. Ram oko konzola je još uvek čvrsto zalepljen za prethodno definisanu Cr/Au metalnu površinu na supstratu, sa minimalnim zasecanjem ivica usled mokrog nagrivanja.

Fabrikovane mikrokonzole imaju sledeću geometriju: dužina 550  $\mu\text{m}$ , širina u opsegu 40 - 80  $\mu\text{m}$  (slika 6.6.), debljina  $\sim 7 \mu\text{m}$  za oba tipa poliimidnih bimorfa i Au - PI i PI - PI. Kao što sa slike 6.6. može da se vidi konzole imaju dobar početni otklon van ravni.



Slika 6.6. Oslobodene Au - PI mikrokonzole dužine 550  $\mu\text{m}$ :

(a) širine 40  $\mu\text{m}$  i (b) širine 80  $\mu\text{m}$

Veličina polaznog otklona polimernih bimorfnih konzola zavisi od mikrofabrikacionih uslova - debljine filma, temperature i profila finalnog umrežavanja.

Relativno velika razlika u koeficijentima toplotnog širenja odabranih strukturnih slojeva u bimorfu (poliimid - zlato i poliimid - poliimid) omogućava polazne otklone konzola od 75 - 150  $\mu\text{m}$  pri malim opterećenjima (2 - 3V, 10mA). S obzirom da konzole imaju početni otklon od ravni, nema potrebe za konstantnim napajanjem (opterećenjem).

### **6.5. Toplotno testiranje bimorfnih PI mikrokonzola**

Toplotno pobuđeni mikropokretači - metal - poliimid (Au - PI1 / Au - PI3) i poliimid - poliimid (PI2 - PI1 / PI2 - PI3) bimorfne mikrokonzole se zasnivaju na strukturnim materijalima kod kojih postoji velika razlika u koeficijentima toplotnog širenja,  $\alpha$ . Poliimid PI3 je predložen kao moguća zamena za PI1 s obzirom da je fotoosetljiv, pa je njegovo procesiranje (umrežavanje) brže i ekonomski povoljnije. Ovi poliimidi su izabrani zbog svojstva da dobro zadržavaju toplotu, čime se obezbeđuje veći otklon po jedinici dovedene energije, a gubici u okolinu su smanjeni (što je od posebnog značaja kada su osetljivi bio-molekulski testovi u pitanju).

Sve ispitivane bimorfne konzole su  $\sim 7 \mu\text{m}$  debljine. Zlato ili poliimid PI2 čine donji sloj debljine 1.5  $\mu\text{m}$ , dok je gornji sloj poliimidni - PI1 ili PI3. Odabrano je da odnos između debljine strukturnih slojeva bude  $\sim 4:1$ , kako bi se ostvarili početni otkloni mikrokonzola u intervalu od 75  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$ . Početni otklon zavisi od temperature imidizacije i temperaturnog profila koji se primenjuje tokom imidizacije PI filmova. Integrisani metalni grejači i piezootporne senzorne trake su šablonizovani i hermetički zatvoreni na istom sloju. Zlato je izabrano kao najbolje rešenje zbog male otpornosti, dobre savitljivosti (slaganje Young-ovog modula je bolje sa poliimidima od krućih metala) i odličnog faktora proporcionalnosti za metale (promena otpornosti usled geometrijske deformacije) (Tabele 4.3. i 4.4.).

#### **6.5.1. Statički odziv bimorfnih mikrokonzola**

Ispitivanje statičkog odziva Au - PI i PI - PI mikrokonzola tokom toplotne pobude praćeno je na dva načina (uz linearnu kontrolu pozicije mikrokonzole).

### a) Metoda 1

Na osnovu rezultata serija merenja rastojanja rasute svetlosti ( $X$ ) u temperaturnom intervalu od  $25^{\circ}\text{C}$  do  $100^{\circ}\text{C}$  i geometrije eksperimentalne aparature (shema na slici 2.3) dobijena je analitička zavisnost (6.1) za otklon Au - PI i PI - PI bimorfni konzola:

$$\text{otklon} = f(X, L, Y_0, A, B) = Y_0 - L \left\{ \tan \left[ \sin^{-1} \left( \frac{Y_0}{L} \right) + \frac{1}{2} \left[ \tan^{-1} \left( \frac{B}{A} \right) - \tan^{-1} \left( \frac{B}{A-X} \right) \right] \cdot \left[ \cos \left( \sin^{-1} \frac{Y_0}{L} \right) \right] \right\} \quad (6.1)$$

gde su:

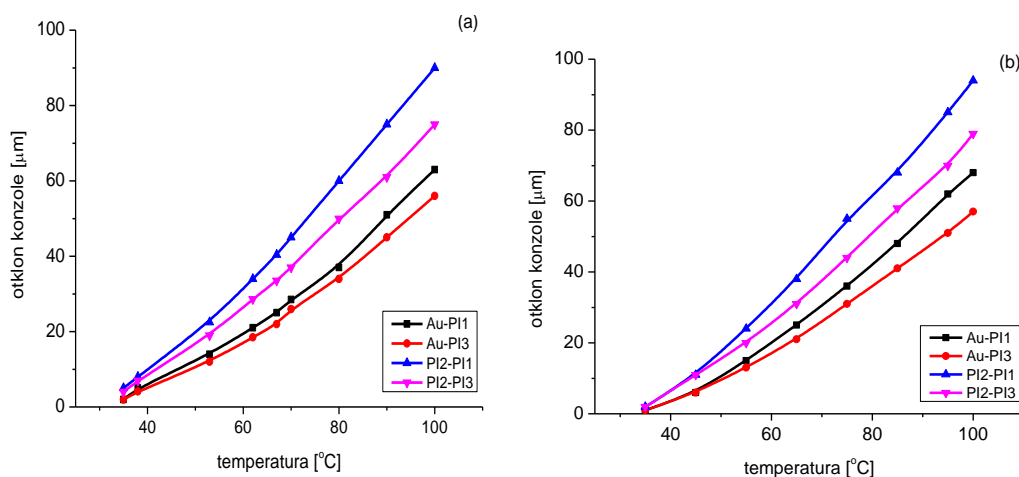
$Y_0$  - početni otklon konzole,  $L$  - rastojanje od termopara do početnog položaja otklona mikrokonzole,  $X$  - rastojanje rasute svetlosti,  $A$  - dužina određena zrakom koji je reflektovan od početnog otklona konzole,  $B$  - visina od otklona konzole do ekrana

### b) Metoda 2

Na osnovu analize digitalnih snimaka pomeraja konzola ( $\Delta X_{\text{vrh}}$  i  $\Delta Y_{\text{vrh}}$ ) i sistema nelinearnih jednačina (1.6 - 1.11) dobijeni su otkloni konzola u temperaturnom intervalu  $25^{\circ}\text{C}$  do  $100^{\circ}\text{C}$ .

### c) Odziv

Statički odziv Au - PI i PI - PI mikrokonzola koji je analitički dobijen iz merenja pomeraja laserskog zraka i analize digitalnih snimaka su data na slici 6.7.



Slika 6.7. Statički odziv toplotno pobuđenih Au - PI i PI - PI

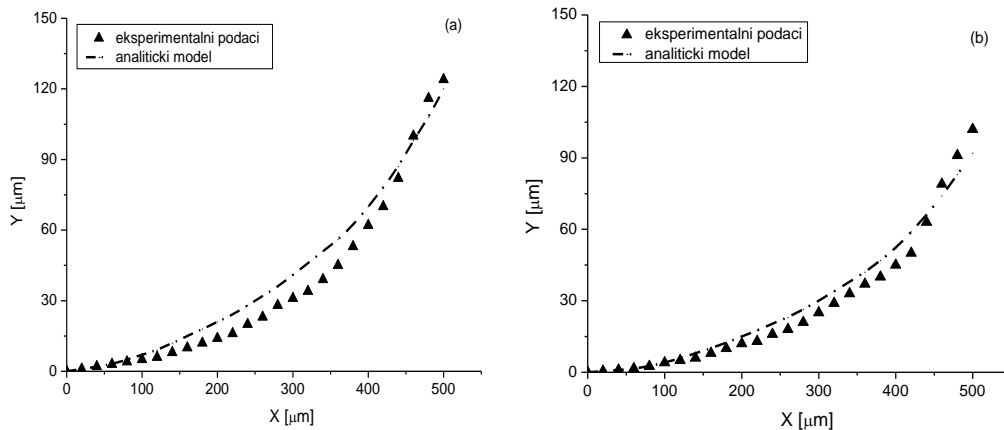
(a) metoda 1 (b) metoda 2

Kao što sa slike 6.7. može da se vidi, rezultati dobijeni pomoću obe metode su u dobroj saglasnosti. Vrednosti otklona konzola koji su dobijeni iz merenja skretanja laserskog zraka imaju za 5-10% niže vrednosti od vrednosti dobijenih pomoću analize digitalnih snimaka. Mikrokonzole koje čine dva poliiimidna sloja (PI2/PI1 i PI2/PI3) imaju veće otklone pri toplotnoj pobudi od mikrokonzola koje su sačinjene metala i poliiimida (Au - PI1 i Au - PI3). Poliiimidne strukture PI2 - PI1 i PI2 - PI3 imaju veću sposobnost da zadrže toplotu s obzirom na jako malo provođenje toplote strukturnih slojeva. Dva poliiimida (PI1 i PI3) koja imaju slične toplotne karakteristike (Tabela 4.1) su izabrana da budu gornji slojevi bimorfne strukture zbog toga što imaju visoke vrednosti koeficijenta toplotnog širenja,  $\alpha$ , kao i velike razlike u odnosu na koeficijent toplotnog širenja zlata ( $141 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ ). Kod metal-poliiimid mikrokonzola, toplota se najvećim delom gubi kroz metalni strukturni sloj (zlato), trake za grejanje i kontaktna mesta. Važno je razumeti uticaj ostalih toplotnih i mehaničkih svojstava na prenos energije unutar strukture. Poliiimidi su manje elastični od metala, a u nekim slučajevima mogu da imaju značajno manje koeficijente toplotnog širenja, što za rezultat daje bolji otklon kao posledicu toplotnih naprezanja pri grejanju (toplotnoj pobudi). Poliiimidni bimorfi bolje zadržavaju energiju što kao rezultat daje njihovu veću osetljivost pri dejstvu toplote (veći otkloni konzola van ravni) (slika 6.7.).

### **6.5.2. Otklon mikrokonzola - oblik duž neutralne ose**

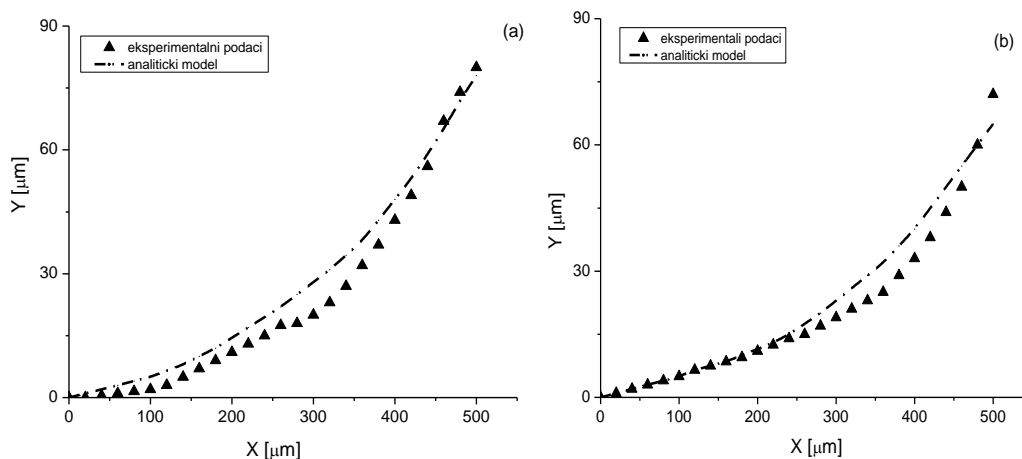
Tokom merenja početnog otklona konzola i otklona pri toplotnoj pobudi, bilo je moguće dobiti oblik zakrivljenosti strukture duž same konzole.

Na slikama 6.8. i 6.9. je dat 2D prikaz Au - PI i PI - PI mikrokonzola pri naponu od 0 mW (početni otklon) - kriva predstavljena punim trouglovima je dobijena iz eksperimentalnih podataka, a kriva predstavljena linijom crta - tačka je dobijena iz analitičkog modela. Analitičke krive početnog otklona testiranih mikrokonzola duž neutralne ose su dobijene kombinacijom jednačina 3.7, 3.8, 3.13. i 3.14.



Slika 6.8. Početni otklon Au - PI mikroKonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) - eksperimentalni podaci i analitički model:

(a) Au - PI1 (b) Au - PI3



Slika 6.9. Početni otklon PI - PI mikroKonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) - eksperimentalni podaci i analitički model:

(a) PI2 - PI1 (b) PI2 - PI3

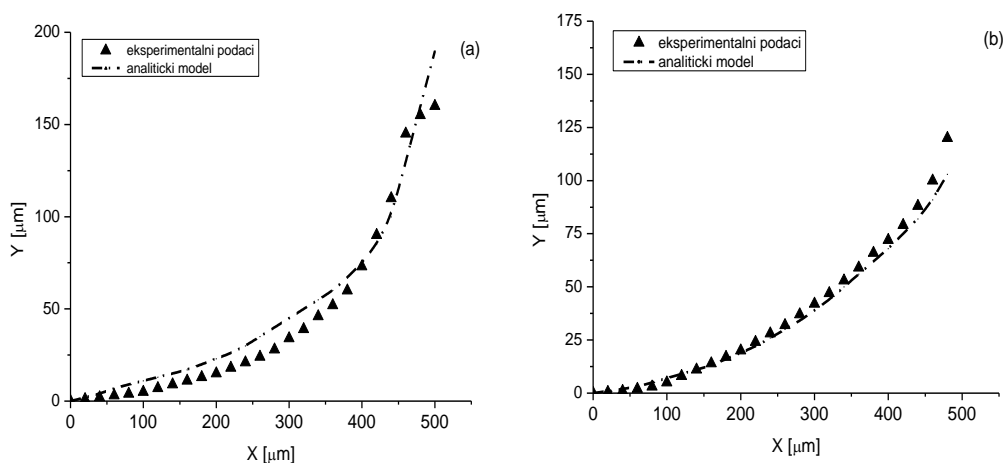
Oblik oslobođenih višeslojnih konzola duž neutralne ose je dobijen pomoću jednačine 3.13 (i analitičkog modela). Kriva linija (tačka - crta) je dobijena uz aproksimaciju da je zakrivljenost konzole konstantna. Kao što sa slika 6.8. i 6.9. može da se vidi, sve eksperimentalno određene vrednosti početnih otklona Au - PI i PI - PI mikroKonzola duž X ose su nešto niže od vrednosti dobijenih pomoću modela, ali je oblik krivih u veoma dobroj saglasnosti sa analitičkim rezultatom. Do ovog malog neslaganja (na poziciji od 100  $\mu\text{m}$  do 400  $\mu\text{m}$  duž X - ose mikroKonzole) dolazi zbog



inkapsuliranih grejača koji lokalno ukrućuju strukturu u oblasti gde su ugrađeni i ograničavaju širenje materijala iznad njih.

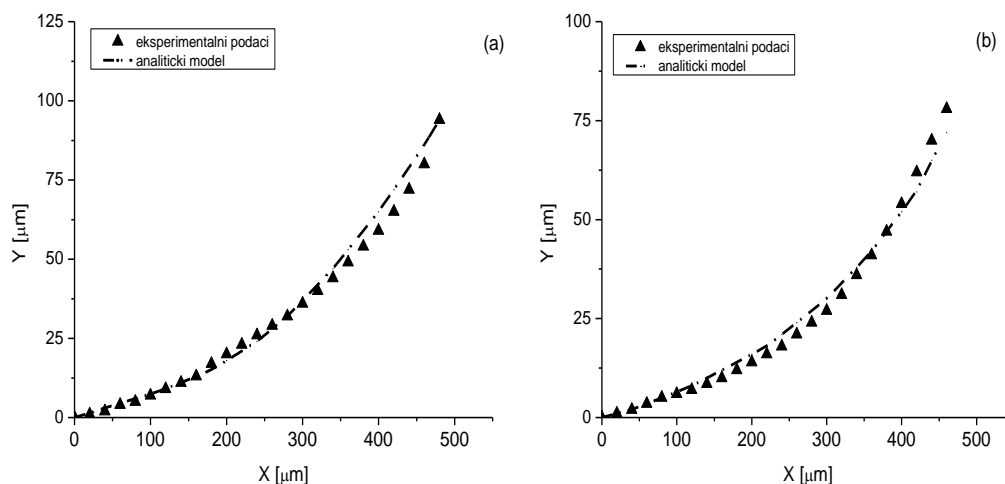
Početni otkloni Au - PI1, Au - PI3, PI2 - PI1 i PI2 - PI3 mikrokonzola su 124  $\mu\text{m}$ , 102  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$  and 72  $\mu\text{m}$ . Iz analitičkih rešenja za početni otklon bimorfnih Au - PI i PI - PI struktura, vrednosti početnih napreznja u slojevima iznose od 10 do 15 MPa. Ova indukovana napreznja potiču od uslova procesiranja samih PI (temperaturni profil imidizacije). Napreznja koja su zaostala u strukturi su analogna sili koja deluje na konzolu i krivi je u početni položaj van ravni. Ukoliko je prisutno više zaostalog napreznja u konzoli, koje uglavnom potiče od imidizacije na višoj temperaturi, konzola će imati veće otklone van ravni.

Na slikama 6.10. i 6.11. je dat 2D prikaz toplotnog odziva Au - PI i PI - PI mikrokonzola pri naponu od 16 mW za Au - PI strukture i 7 mW za PI - PI mikrostrukture (otklon pri dinamičkoj pobudi) - kriva predstavljena punim trouglovima je dobijena iz eksperimentalnih podataka, a kriva predstavljena linijom crta-tačka je dobijena iz analitičkog modela. Analitičke krive početnog otklona testiranih mikrokonzola duž neutralne ose su dobijene kombinacijom jednačina 3.7, 3.8, 3.13.-3.16.



Slika 6.10. Dinamički odziv Au - PI mikrokonzola -2D prikaz duž neutralne (X) ose pri pobudi od 16 mW - eksperimentalni podaci i analitički model:

(a) Au - PI1 (b) Au - PI3



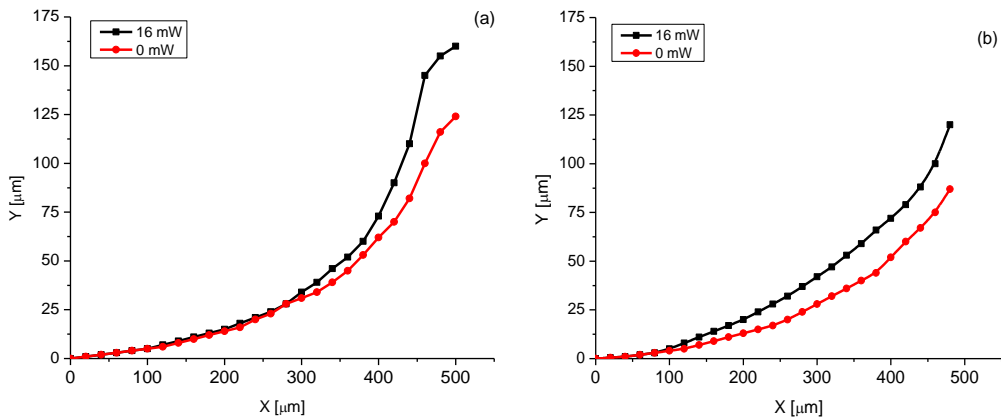
Slika 6.11. Dinamički odziv PI - PI mikroKonzola - 2D prikaz duž neutralne (X) ose pri pobudi od 7 mW - eksperimentalni podaci i analitički model:

(a) PI2 - PI1 (b) PI2 - PI3

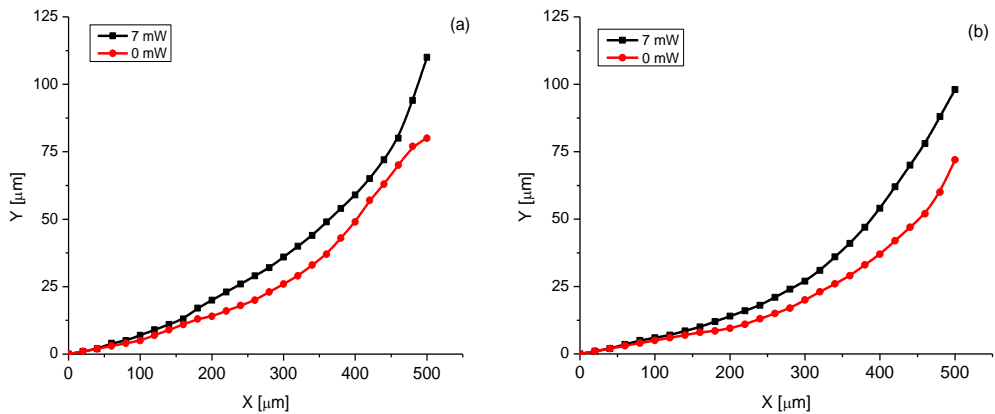
Oblik oslobođenih višeslojnih konzola duž neutralne ose je dobijen pomoću jednačina 3.13.-3.16 (analitičkog modela) 3.7, 3.8. i grafičke metode. Kriva linija (tačka - crta) je dobijena uz aproksimaciju da je zakrivljenost konzole konstantna. Kao što sa slika 6.10 i 6.11. može da se vidi, sve eksperimentalno određene vrednosti početnih otklona Au - PI i PI - PI mikroKonzola duž X ose pokazuju dosta dobro slaganje sa analitičkim modelom. Oblik krivih dobijenih iz eksperimentalnih podataka je u veoma dobroj saglasnosti (pogotovo za PI - PI mikroKonzole) sa oblikom krivih koje su dobijene modelovanjem.

### 6.5.3. Otklon bimorfnih konzola bez i sa dinamičkom pobudom

Na slikama 6.12. i 6.13. je dat 2D prikaz početnog otklona (0 mW) i dinamičkog odziva Au - PI i PI - PI konzola. Početni otklon je dobijen pri 0 mW, dok je toplotni odziv konzole dobijen pri dinamičkoj pobudi od 16 mW za Au - PI i 7 mW za PI - PI strukture. Krive na slikama 6.12. i 6.13. dobijene su korišćenjem podataka dobijenih iz eksperimenata.



Slika 6.12. Početni otklon i dinamički odziv Au - PI mikroKonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) i pri pobudi od 16 mW  
(a) Au - PI1 (b) Au - PI3



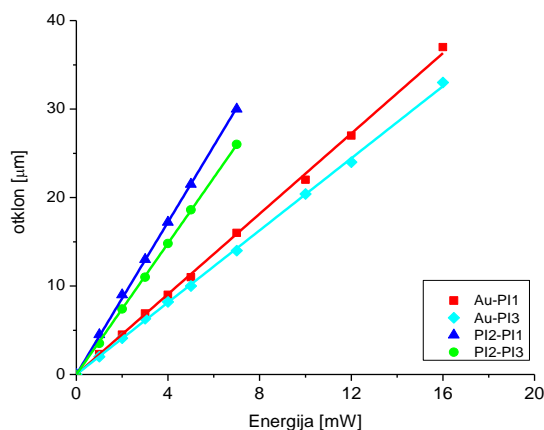
Slika 6.13. Početni otklon i dinamički odziv PI-PI mikroKonzola (2D) duž neutralne (X) ose pri statičkim uslovima (ulazni napon 0 mW) i pri pobudi od 7 mW  
(a) PI2 - PI1 (b) PI2 - PI3

Kao što sa slika 6.12. i 6.13. može da se vidi, sve Au - PI i PI - PI strukture pokazuju dobar odziv na dinamičku pobudu. Razlike u otklonu konzola pre i posle dinamičke pobude su od 30  $\mu\text{m}$  do 40  $\mu\text{m}$  za Au - PI mikroKonzole i oko 30  $\mu\text{m}$  za PI - PI mikroKonzole.

#### 6.5.4. Dinamički odziv bimorfnih mikroKonzola

Efikasnost otklona Au - PI i PI - PI konzola je dobijena korišćenjem podataka koji su dobijeni iz otklona 550  $\mu\text{m}$  dugačkih mikroKonzola koje su termički pobuđene

(preko integrisanih grejnih traka) (slika 6.14.). Položaj početnog otklona i efikasnost otklona su povezani sa krutošću konzola. Što je krutost strukture veća, potrebno je dovesti više energije da bi se konzola pomerila iz početnog položaja. Za manje krute konzole će trebati manje energije, s obzirom da je potrebno savladati i manju silu. S manjim vrednostima Youngovog modula, konstanta opruge PI1 je manja od konstante opruge PI3, što za posledicu ima veću osetljivost na dejstvo sile (amplitudu otklona).



Slika 6.14. Efikasnost otklona Au - PI i PI - PI mikrokonzola

Kao što sa slike 6.14. može da se vidi, zavisnost otklona Au - PI i PI - PI mikrokonzola i primenjenog napona (energije) je linearna. Efikasnost otklona kod PI - PI mikrostruktura je bolja nego kod Au-PI mikrostruktura i raste u sledećem nizu:

$Au - PI3 < Au - PI1 < PI2 - PI3 < PI2 - PI1$ .

Kod polimer - polimer bimorfnih struktura, efikasnost otklona je bolja od efikasnosti otklona zlato-polimer bimorfnih struktura (otprilike je dva puta veća). Ovo poboljšanje može da se dovede u vezu sa sposobnošću PI konzola da bolje zadrže toplotu usled veoma male provodljivosti strukturnih slojeva, i samim tim značajnog povećanja temperature. Moguće objašnjenje za veće vrednosti efikasnosti otklona PI2 - PI1 mikrokonzola od PI2 - PI3 mikrokonzola moglo bi da leži u razlici između PI1 i PI3. Kod PI3 je veće provođenje toplote (odvodi se od grejnih traka) i vrednosti specifične toplote su manje (veći porast temperature). Kod PI1 je manje provođenje toplote (toplota većim delom ostaje u strukturi i koncentrisana je u blizini grejnih traka). Drugim rečima, toplota se širi uniformnije, prenos toplote je brži i rasipanje energije je veće kod malih otklona u PI3 strukturama. PI1 ima veće vrednosti širenja materijala, ali

je potrebna i veća količina energije da bi se temperatura u sistemu podigla (toplotni kapacitet) i prenos toplote će biti sporiji. Kod upotrebe polimera kao strukturnog sloja, vremenske konstante imaju veće vrednosti. Razlog leži u provođenju toplote koje je sporije kroz polimerne slojeve. Glavni gubici toplote se javljaju kod traka za grejanje, kontaktnih tačaka i kroz sloj zlata kao strukturnog sloja.

Kod poliimida postoji ograničenje u minimalnoj debljini sloja koji može da se nanese. Kada su potrebne manje vrednosti krutosti kod bimorfne struktura, konzole metal - PI su bolje od PI - PI konzola, jer se metal može naneti u tanjem sloju. Debljina filma poliimida koji može da se nanese je ograničena na vrednosti do 4,0 μm, iako je moguće naneti i tanje filmove, ali je kod njih uočena slabija planarnost. S druge strane, s obzirom da postoji ograničenje u minimalnoj debljini polimernog filma koja može da se nanese, bolje je koristiti zlato koje je iako je kruće, može da se nanese u ultra tankom sloju.

Upotreba strukturnih materijala za mikrokonzole kod kojih se pri grejanju javlja velika razlika u dimenzijama dovodi do poboljšanja u efikasnosti otklona. Upotrebom poliimida iznad krutog grejača povećava otklon. Bimorfne mikrokonzole tipa polimer-polimer su pokazale odlične početne otklone, kao i veliku sposobnost strukture da se aktivira. Smanjenje krutosti mikrokonzola može da se postigne upotrebom tanjih slojeva, kao i elastičnih polimera čime se povećava sposobnost pobude strukture (efikasnost otklona).

### 6.5.5. Dinamički model za prenos toplote kod bimorfne konzole

Izvedeni su preliminarni proračuni i postavljen je dinamički model prenosa toplote za Au - PI i PI - PI mikrokonzole na osnovu bilansa energije i Furijeovog zakona. Naprezanja koja su zaostala u strukturi mogu da se izraze u pojednostavljenom obliku u funkciji geometrijskih parametara savijene konzole (debljine filma, Youngovog modula, poluprečnika krivine, koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  i razlike u temperaturi,  $\Delta T = T_{fab} - T_{amb}$ ) za bimorfne strukture Au - PI1, Au - PI3, PI2 - PI1 i PI2 - PI3 (6.2-6.5):

$$\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI1}} = -\frac{\sigma_{dno}}{E_{Au}} + \frac{h_{PI1} + h_{Au}}{2r} + (\alpha_{PI1} - \alpha_{Au}) \cdot \Delta T \quad (6.2)$$

$$\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI3}} = -\frac{\sigma_{dno}}{E_{Au}} + \frac{h_{PI3} + h_{Au}}{2r} + (\alpha_{PI3} - \alpha_{Au}) \cdot \Delta T \quad (6.3)$$

$$\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI1}} = -\frac{\sigma_{dno}}{E_{PI2}} + \frac{h_{PI1} + h_{PI2}}{2r} + (\alpha_{PI1} - \alpha_{PI2}) \cdot \Delta T \quad (6.4)$$

$$\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI3}} = -\frac{\sigma_{dno}}{E_{PI2}} + \frac{h_{PI3} + h_{PI2}}{2r} + (\alpha_{PI3} - \alpha_{PI2}) \cdot \Delta T \quad (6.5)$$

gde vrednosti za  $\sigma_{dno}$  i  $\Delta T$  opadaju, a R raste sa porastom spoljne temperature (u oblasti do 100°C).

Zahvaljujući izuzetnoj osetljivosti, kola Vinstonovog mosta imaju prednost pri merenju otpornosti, kapacitivnosti i induktivnosti. Vinstonovi mostovi se rasprostranjeno koriste za merenja deformacija. Promena napona na izlazu ima sledeći oblik (6.6):

$$\Delta V_{iz} = \frac{V_{ul}}{2} \cdot \frac{\Delta R}{R} \quad (6.6)$$

gde je:

$\Delta V_{iz}$  - promena napona koja se meri na izlazu,  $V_{ul}$  - primenjeni napon na ulazu,

$\Delta R/R$  - "relativna promena otpora" i može da se prikaže sledećim jednačinama za bimorfne strukture Au - PI1, Au - PI3, PI2 - PI1 i PI2 - PI3 (6.7-6.10):

$$\frac{\Delta R}{R} = -\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI1}} \cdot K_{Au}, \quad (6.7)$$

$$\frac{\Delta R}{R} = -\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI3}} \cdot K_{Au} \quad (6.8)$$

$$\frac{\Delta R}{R} = -\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI1}} \cdot K_{PI2} \quad (6.9)$$

$$\frac{\Delta R}{R} = -\frac{\sigma_{vrh}}{E_{PI3}} \cdot K_{PI2} \quad (6.10)$$

gde je:  $E$  - Youngov modul za poliimidnu (PI) strukturu (0,6-2,7 Gpa),

$\sigma_{vrh}$  - površinsko naprezanje (menja se kako se konzola aktivira)

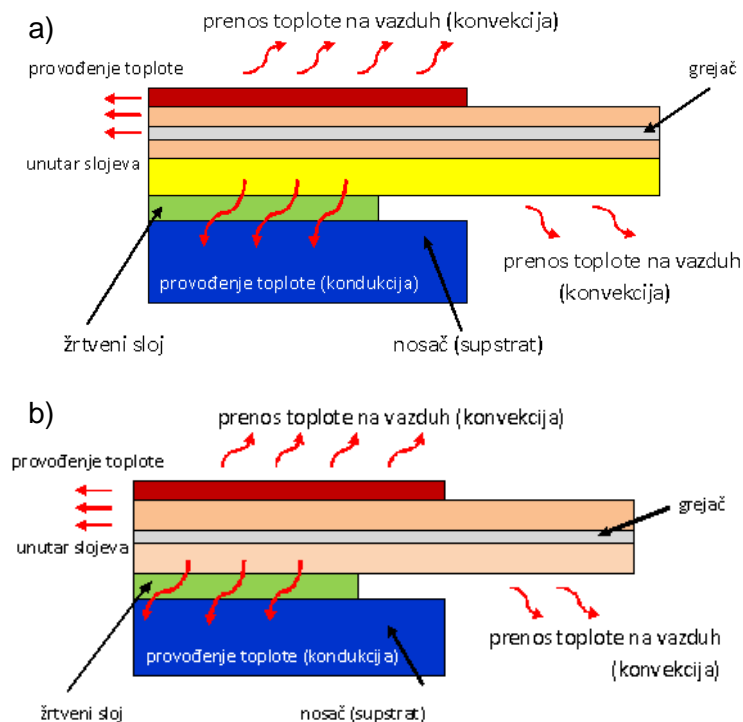
$K$  - faktor proporcionalnosti.

Osetljivost na naprezanje (piezootporno ponašanje) se izražava preko odnosa  $K/E$ , a za strukture poliimid-zlato i poliimid-poliimid njegova vrednost je istog reda veličine kao i kod poznatih senzorskih elemenata koji su zasnovani na silicijumu (membrane, mostovi, konzole):

$$\frac{K_{Si}}{E_{Si}} = 0,8GPa^{-1}, \text{ gde je } \frac{K_{Au}}{E_{PI1}} = 0,7GPa^{-1} \text{ i } \frac{K_{Au}}{E_{PI3}} = 3,2GPa^{-1}$$

Toplotna analiza polimernih konzola je zasnovana na relativno ograničenoj bazi podataka toplotnih i mehaničkih parametara dostupnih u literaturi. Dok silicijum u masi dobro provodi toplotu, tanki polimerni filmovi se ponašaju kao toplotni izolatori. Zbog ovoga je važno da se razumeju toplotna svojstva polimernih materijala (provodno prema izolacionom svojstvu) u bimorfnim strukturama u cilju eliminisanja što je više moguće uticaja prenosa toplote pri upotrebi piezootpornih metalnih senzora.

Pošto je pobuda izazvana rasipanjem (disipacijom) toplote i na taj način je “pogurana” - grejanje konzole je brže od njenog prirodnog hlađenja. Ako su gubici toplote kroz površinu konzole dominantni, može se očekivati da se promena digitalnog signala se odvija mnogo sporije dok se konzola hladi do sobne temperature. Pošto su konzole Au - PI zaštićene sa donje strane slojem zlata, a imaju integrisane hrom/zlato trake koje služe kao toplotni odvod, može da se zaključi da su gubici mehanizmom kondukcije dominantni kod ovog tipa mikrostruktura. Toplotni gubici rezultiraju iz tri mehanizma. Na slici 6.15. su prikazani mehanizmi transfera toplote za bimorfne Au - PI (a) i PI - PI (b) mikrokonzole.



Slika 6.15. Shematski prikaz mehanizma transfera toplote za (a) Au - PI bimorfnu mikrokonzolu i (b) PI - PI bimorfnu mikrokonzolu

Proračuni i jednačine koji su prikazani u teorijskom delu pokazuju da su samo dva mehanizma prenosa toplote uočena kao dominantna, kondukcija kroz učvršćenje konzole i konvekcija kroz gornju površinu konzole. Na niskim temperaturama, kondukcija i konvekcija su dominantni mehanizmi. U slučaju učvršćenih konzolnih struktura, toplotni fluks od konzole ka okolnoj sredini ili fluidu se karakteriše kao gubitak toplote konvekcijom. S druge strane, toplotni fluks od konzole ka supstratu može da se opiše preko mehanizma toplotne kondukcije.

Iz jednačina postavljenih u poglavlju 3.3.4. teorijskog dela (3.17-3.21) može da se vidi da će pretpostavke i aproksimacije za toplotnu analizu struktura koje sačinjavaju konzolu zavisiti od količine toplotnih gubitaka. Konzole imaju sposobnost da skladište toplotu, s obzirom da je PI sloj slab provodnik. Kod Au - PI mikrokonzolnih bimorfa, veliki deo gubitaka toplote se ispoljava na dodirnoj površini zlato-Si supstrat provođenjem toplote (velika provodljivost zlata). Toplotni kontakt između PI i donjeg sloja zlata i gornjeg sloja Cr/Au (trake za grejanje) je dobar, što takođe doprinosi rasipanju toplote pri hlađenju. Kod PI - PI mikrokonzolnih struktura, mali su gubici toplote kroz supstrat, jer je PI slab provodnik toplote, pa je akumulacija toplote u strukturi izraženija nego kod Au - PI struktura, što se ispoljava većom efikasnošću otklona koja je uočena kod PI - PI struktura (slika 6.14.). Na osnovu navedenih činjenica vidi se da se primenom pobude od nekoliko mW po konzoli ostvaruju značajne toplotne pobude koje se prenose kroz telo čipa.

Srednja brzina fluida, kao i tip strujanja fluida duž zagrejane površi se konstantno menjaju u sredini koja nije pod vakuumom i uz pomeraje konzole, pa je nemoguće precizno odrediti gubitke toplote kroz prinudnu konvekciju na gornjoj površini konzole (donja površina čipa).

Kada važe uslovi stacionarnog stanja, jednačina 3.21. postaje:

$$\gamma A(T_c - T_{fluid}) = K\Delta T = P_{el} \quad (6.11)$$

Iz gore navedenih razloga, konstanta K u jednačini 6.11 je određena eksperimentalno.

Za uslove nestacionarnog stanja, vremenske konstante grejanja i hlađenja se računaju iz sledećih zavisnosti (6.12):

$$\tau_{grejanje} = mc \frac{\Delta T}{P_{el}} \quad \text{i} \quad \tau_{hlađenje} = mc \cdot \frac{1}{K} \quad (6.12)$$



Brzim proračunom sa parametrima za PI1, PI2, PI3 i zlato, kao i dimenzijama konzole, dobijene su preliminarne vrednosti za konstante grejanja za sve četiri bimorfne strukture i njihove vrednosti se za sve mikrostrukture kreću u intervalu od 50 -100  $\mu$ s za usvojenu razliku u temperaturi  $\Delta T=60$  °C. Ovo je ekstremni primer gde pokretači na bazi polimera ostvaruju amplitude otklona od nekoliko desetina  $\mu$ m (do 100  $\mu$ m) – usled velikih razlika u vrednostima koeficijenata toplotnog širenja. Na osnovu navedenih činjenica vidi se da se primenom pobude od nekoliko mW po konzoli, ostvaruju značajne toplotne pobude koje se prenose kroz telo čipa.

Postavljanjem energetske bilansa dobijaju su se osnovne pretpostavke za glavne tokove strujanja toplote, a samim tim se stiču uslovi za poboljšanje efikasnosti celog sistema. Kao što sa slika 6.15. i 6.16. može da se vidi, provođenje toplote se efektivno odigrava u oblasti koja obuhvata površinu koja se prostire 50  $\mu$ m u dužinu mikrokonzole i duž čitave širine (40  $\mu$ m ili 80  $\mu$ m) mikrokonzole.

Za polazne pretpostavke kod postavljanja energetske bilansa usvojeno je da je temperatura grejača konstantna i da je temperatura van sistema jednaka sobnoj temperaturi. S obzirom da su rezultati simulacije PI1 i PI3 mikrokonzola pokazale da postoji gradijent temperature duž konzole, kao i da se toplota odvodi iz traka usled ovog hladnijeg gradijenta, ove pretpostavke su korigovane. Nova pretpostavka je da se toplota provodi samo kroz supstrat (slika 6.15. i 6.16.).

Energetski bilansi za mikrokonzole tipa Au - PI i PI - PI imaju sledeće oblike (6.13 i 6.14):

$$I^2 R - \left[ \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{1}{h_{air}}} A_{prenosG} + \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{t_{m1}}{k_{m1}} + \frac{1}{h_{air}}} A_{prenosD} + \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{t_{m1}}{k_{m1}} + \frac{t_{s1}}{k_{s1}} + \frac{t_{sup}}{k_{sup}}} A_{provodjenje} \right] = \rho C_p V \frac{\partial T}{\partial t} \quad (6.13)$$

$$I^2 R - \left[ \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{1}{h_{air}}} A_{prenosG} + \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{t_{p2}}{k_{p2}} + \frac{1}{h_{air}}} A_{prenosD} + \frac{T - T_\infty}{\frac{t_{p1}}{k_{p1}} + \frac{t_{p2}}{k_{p2}} + \frac{t_{s1}}{k_{s1}} + \frac{t_{sup}}{k_{sup}}} A_{provodjenje} \right] = \rho C_p V \frac{\partial T}{\partial t} \quad (6.14)$$

gde su:

$t$  i  $k$  debljine i koeficijenti toplotne provodljivosti slojeva ( $p_1$ -poliimid,  $p_2$ -poliimid,  $m_1$ -zlato,  $s_1$ -žrtveni sloj,  $sup$  - supstrat ( $\text{SiO}_2$ )),  $T$  i  $T_\infty$  su temperature grejača (usvojeno  $50^\circ\text{C}$ ) i okoline (usvojeno  $25^\circ\text{C}$ ). Koeficijent prenosa toplote na vazduh je  $5 \text{ W/m}^2$ .

Gubitak snage u sistemu potiče najvećim delom od provođenja toplote u oblast učvršćenja konzole i u supstrat ( $>99.9\%$ ), a ne od prenosa toplote sa površine (vazduh ima jako mali koeficijent provođenja toplote). Oko 5% gubitaka toplote se ostvaruje provođenjem kroz trake. Sa povećanjem debljine poliimidnih slojeva ili upotrebom polimera između supstrata i mikrokonzole smanjuje se provođenje toplote kroz supstrat. Ukoliko je  $\text{SiO}_2$  materijal za supstrat (nosač), toplotna provodljivost je velika i veliki deo toplote otiče iz sistema u uređaj na kom se konzola nalazi.

Još uvek je precizna analitička kvantifikacija gubitaka toplote kompleksna i teška, pa se postavljanjem energetskog bilansa i simulacijom prvenstveno obezbeđuju preliminarni rezultati. Konzole su sastavljene od nekoliko slojeva različitih materijala, čineći ih višeslojnim, i samim tim broj parametara koje treba uzeti u obzir je veliki. Gornja provodna površina nije ravna, već je uvijena usled unutrašnjeg otklona (deformacije) konzole, pa se složenost toplotne analize dodatno povećava.

Sve navedeno predstavlja dobru polaznu osnovu za budući razvoj mikrokonzolnih struktura na bazi poliimida kao delova MEMS uređaja.

## V ZAKLJUČAK

Osnovni cilj ove doktorske disertacije je da se ispita mogućnost primene tankih polimernih filmova umesto silicijuma i/ili metala kao standardnih materijala kod MEMS struktura bimorfnog tipa.

Na osnovu eksperimentalnih podataka i rezultata dobijenih tokom izrade ove disertacije izvedeni su sledeći zaključci:

- Optimizovan je postupak dobijanja tankih PI filmova spin tehnikom, na osnovu čega su napravljene serije tankih poliimidnih (PI) filmova tipa PMDA - ODA (standardni i fotoumrežavajući (PI1 i PI3) i BPDA - PDA (PI2) tačno definisanih debljina (2 - 10  $\mu\text{m}$ ) uz variranje temperature umrežavanja (275°C - 375°C, sa korakom od 25°C), u dva temperaturna režima zagrevanja filma do krajnje temperature na kojoj se odvija umrežavanje (linearni i stepenasti profil).
- Temperaturni profil nije imao uticaja na vrednosti krajnje debljine PI1 i PI2 filmova. Sa povećanjem temperature, debljina filmova se postupno smanjuje do 250°C da bi zatim u temperaturnom intervalu 275 - 400°C filmovi imali konstantne vrednosti (promena debljine do 1%).
- Kod PI1 nije uočena veza između smanjenja debljine i početne debljine nanesenog PAK filma, dok se kod PI2 uočava da se deblji filmovi više stanjuju (30% film od 2,3  $\mu\text{m}$ , 33% film od 4,5  $\mu\text{m}$ , 35% film od 7,0  $\mu\text{m}$  i 37% film od 9,9  $\mu\text{m}$ ).
- Kod PI tipa PMDA - ODA (PI1 i PI3) stepen imidizacije ne zavisi od debljine filma. Proces imidizacije se završava na temperaturama preko 320°C za sve ispitivane PI1 i PI3 filmove, pri čemu je proces ranije završen kod filmova koji su zagrevani u stepenastom režimu do krajnje temperature imidizacije nego kod onih filmova koji su zagrevani u linearnom režimu. Poređenjem temperatura na kojima je imidizacija završena, uočava se da su kod dobijenih PI3 filmova vrednosti niže nego kod PI1 filmova.
- Kod PI2 postoji zavisnost stepena imidizacije od debljine filma, a proces imidizacije nije završen osim u slučaju filma PI2 - 2.3  $\mu\text{m}$  koji je stupnjevito zagrevan do 375°C. Ovaj profil zagrevanja filmova se kao i kod PI1 i PI3 pokazao efikasnijim, stepeni imidizacije svih filmova imaju veće vrednosti nego oni PI2 filmova koji su zagrevani u linearnom režimu. Stepen imidizacije PI filmova raste sa smanjenjem

debljine filma i njegove vrednosti se kreću u intervalu od 80-90% za film debljine 9,8  $\mu\text{m}$  do 90 - 100% za film debljine 2,3  $\mu\text{m}$ . Bez obzira na krajnju temperaturu imidizacije i režim zagrevanja uzoraka nije bilo moguće dovesti proces imidizacije do kraja.

- Za sve serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova vrednosti koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  nisu konstantne, već postoji zavisnost koeficijenta  $\alpha$  od temperature imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  opadaju za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem temperature imidizacije, kao i sa povećanjem debljine filma. Uočava se intenzivniji pad vrednosti koeficijenta  $\alpha$  kod PI2 i PI3 filmova čija je debljina veća. Ovaj trend nije uočen kod PI1 filmova. Koeficijent  $\alpha$  je manji kod filmova koji su dobijeni imidizacijom pri stepenastom zagrevanju kod sva tri PI filma, od  $\alpha$  filmova dobijenih imidizacijom uz linearno zagrevanje.

- Za sve serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova vrednosti koeficijenta toplotnog širenja  $\alpha$  nisu konstantne, već postoji zavisnost koeficijenta  $\alpha$  od debljine filma. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  rastu za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti) sa povećanjem debljine filma, a opadaju sa povećanjem temperature imidizacije. Vrednosti koeficijenta  $\alpha$  uzoraka dobijenih linearnim zagrevanjem su više od vrednosti  $\alpha$  uzoraka dobijenih pri stepenastom zagrevanju za sva tri PI, pri čemu filmovi PI1 i PI3 pokazuju veoma slično ponašanje ( $5 - 7 \text{ K}^{-1}$  za PI1 i  $6 - 8 \text{ K}^{-1}$  za PI3), dok je kod filmova PI2 uticaj režima zagrevanja uzoraka tokom imidizacije mali ( $0,1-0,2 \text{ K}^{-1}$ ).

- Za sve serije tankih PI1 i PI3 filmova vrednosti temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , (TMA metoda) nisu konstantne, već postoji zavisnost  $T_g$ , od temperature imidizacije. Temperatura  $T_g$ , za oba temperaturna režima raste sa povećanjem temperature imidizacije i sa smanjenjem debljine filma za sve PI1 i PI3 filmove. Dobijene su više vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani stepenastim zagrevanjem, od vrednosti  $T_g$  za filmove koji su imidizovani u linearnom temperaturnom režimu.

- Kod PI2 filmova se uočava da  $T_g$  (TMA metoda) ima konstantne vrednosti za sve PI2 filmove, bez obzira na temperaturu na kojoj se imidizacija odvija. Sa smanjenjem debljine PI2 filma rastu vrednosti temperature  $T_g$  i ovaj trend važi za filmove iz oba temperaturna režima. Temperatura prelaza u staklasto stanje PI2 filmova koji su umrežavani u stepenastom temperaturnom režimu su više od  $T_g$  filmova imidizovanih u linearnom temperaturnom režimu.

- Za sve serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova vrednosti temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , (TMA metoda) nisu konstantne, već postoji zavisnost  $T_g$ , od debljine filma. Postoji jasan trend povećanja  $T_g$  vrednosti sa smanjenjem debljine filma kod PI1, PI2 i PI3 s time da je efekat povećanja  $T_g$  kod PI1 i PI3 izraženiji nego kod PI2. Vrednosti  $T_g$  opadaju sa povećanjem debljine filma za oba temperaturna profila (linearni i stepenasti). Vrednosti  $T_g$  uzoraka dobijenih stepenastim zagrevanjem imaju nešto više vrednosti  $T_g$  od uzoraka dobijenih pri linearnom zagrevanju, pri čemu je rast izraženiji kod filmova koji su imidizovani na višim temperaturama.
- Za sve serije tankih PI1, PI2 i PI3 filmova vrednosti temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , (LTA metoda) pokazuju iste trendove zavisnosti od temperature imidizacije i debljine filma kao i vrednosti temperatura prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ , (TMA metoda).
- Poređenjem sa vrednostima  $T_g$  koji su dobijeni pomoću termomehničke analize (TMA), vidi se da su rezultati u dobroj saglasnosti. Kod svih serija PI1, PI2 i PI3 filmova, vrednosti  $T_g$  dobijene preko lokalne (mikro) termo analize (LTA) su nešto niže od onih dobijenih standardnom termomehničkom analizom (razlike do 5%).
- Na osnovu optimizovanih procesnih parametara, urađena je simulacija, funkcionalizacija, modelovanje i fabrikacija nove generacije bimornih mikrosenzora i mikropokretača tipa zlato-poliimid (Au - PI) i poliimid-poliimid (PI - PI).
- Dobijena je preliminarna procena novih materijala predloženih za dizajn bimornih struktura pomoću softverskog programskog paketa Intellisuite & ThermoElectroMechanical (TEM) – modelovanje za mikro-elektro-mehaničke sisteme (MEMS) - bimorfne strukture metal-polimer (Au - poliimid (PI1/PI3) i polimer-polimer (poliimid (PI1/PI3) - poliimid (PI2)).
- Na osnovu rezultata ispitivanja tankih PI filmova i rezultata simulacije PI1 i PI3 konzola, odabran je dizajn za mikrokonzole na bazi bimornih struktura metal- poliimid (Au - PI) i poliimid-poliimid (PI - PI)- gornji sloj je Au ili PI2, a donji sloj PI1 ili PI3.
- Fabrikovane su Au - PI i PI - PI mikrokonzole na 4'' Si nosaču, geomterija: dužina 550  $\mu\text{m}$ , širina u opsegu 40 - 80  $\mu\text{m}$ , debljina  $\sim 7 \mu\text{m}$  za oba tipa poliimidnih bimorfa.

- Statički odzivi Au - PI i PI - PI mikrokonzola koji su dobijeni pomoću dve metode, analitički iz merenja pomeraja laserskog zraka i analize digitalnih snimaka, pokazuju dobro slaganje.
- Mikrokonzole koje čine dva poliimidna sloja (PI2/PI1 i PI2/PI3) imaju veće otklone pri toplotnoj pobudi od mikrokonzola koje su sačinjene metala i poliimida (Au - PI1 i Au - PI3).
- Zavisnost otklona Au - PI i PI - PI mikrokonzola i primenjenog napona (energije) je linearna. Efikasnost otklona kod PI - PI mikrostruktura je bolja nego kod Au-PI mikrostruktura i raste u sledećem nizu: Au - PI3 < Au - PI1 < PI2 - PI3 < PI2 - PI1. Kod polimer-polimer bimorfne struktura, efikasnost otklona je bolja od efikasnosti otklona zlato-polimer bimorfne struktura (otprilike je dva puta veća).
- Postavljen je dinamički model za prenos toplote kod bimorfne konzole.
- Termičko testiranje bimorfne mikrokonzole (ispitivanje statičkog i dinamičkog odziva Au - PI i PI - PI struktura) je pokazalo da ove strukture imaju odličan potencijal za primenu u fleksibilnim MEMS sistemima, kao ekonomski isplative zamene za standardne Si-mikrokonzole.

Rezultati predstavljeni u okviru ove doktorske disertacije omogućavaju proširivanje fundamentalnih znanja o tankim polimernim filmovima i primenu nove tehnike (LTA) za određivanje temperature prelaza u staklasto stanje,  $T_g$ . Odabrani tanki PI filmovi pokazali su se kao adekvatna zamena za silicijum kod bimorfne MEMS struktura, čime se otvara mogućnost razvoja nove generacije bimorfne mikrosenzora i mikropokretača tipa metal - poliimid i poliimid - poliimid.

## VI LITERATURA

- [1] M.J. Madou, Fundamentals of Microfabrication: The Science of Miniaturization, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 2002
- [2] R.Ghodssi, L. Pinyen: MEMS Materials and Processes Handbook, Springer, New York, 2011
- [3] F. Chollet, H. Liu, A Short Introduction to MEMS, CC Publ. Franche-Comte, France, 2011
- [4] G. Jia, M.J. Madou: MEMS Fabrication, in M. Gad-el-Hak (Eds.), The MEMS Handbook, 2nd ed., Vol. 2: MEMS Design and Fabrication, CRC Press/Taylor and Francis, Boca Raton, FL, 2006
- [5] M.R. Douglass, DMD Reliability: A MEMS Success Story, Proceedings of the Reliability, Testing and Characterization of MEMS/MOEMS II, Bellingham, WA, 2003
- [6] S.A. Campbell, Fabrication Engineering at the Micro- and Nanoscale, Ch. 12, Oxford University Press, New York, 2008
- [7] J.-C. Eloy, MEMS market outlook, Yole Development, 2011
- [8] J.-C. Eloy, MEMS market outlook, Yole Development, 2012
- [9] S.A. Campbell, Fabrication Engineering at the Micro- and Nanoscale, Ch. 12, Oxford University Press, New York, 2008
- [10] K.A. Reinhardt, W. Kern (Eds.): Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology, 2nd ed., William Andrew, Norwich, NY, 2008
- [11] M. Gad-el-Hak (Ed.): MEMS: Design and Fabrication, Chapter 3, CRC Press, Boca Raton, FL, 2006
- [12] H. Geng (Ed.): Semiconductor Manufacturing Handbook, Chapter 11, McGraw-Hill, New York, NY, 2005
- [13] T. Ohmi (Ed.): Scientific Wet Process Technology for Innovative LSI/FPD Manufacturing, CRC Press, Boca Raton, FL, 2006
- [14] A. Pashan, Sensor Applications of Polyimides, in M.Abadie (Ed.): High Performance Polymers - Polyimides Based – From Chemistry to Applications, In Tech ed.2012

- [15] J.C. Doll, S.-J. Park, B.L. Pruitt: Design optimization of piezoresistive cantilevers for force sensing in air and water, *J. Appl. Phys.* 106 (2009) 064310
- [16] J.N. Palasagaram, R. Ramadoss, MEMS-capacitive pressure sensor fabricated using printed circuit-processing techniques, *IEEE Sens. J.* 6 (2006) 1374–1375
- [17] S. Tadigadapa, K. Mateti, Piezoelectric MEMS sensors: state of art and perspectives, *Meas. Sci. Technol.* 20 (2009) 092001
- [18] P. Muralt, R.G. Polcawich, S. Trolrier-McKinstry, Piezoelectric thin films for sensors, actuators, and energy harvesting, *MRS Bull.* 34 (2009) 658–664
- [19] A. Boisen, S. Dohn, S.S. Keller, S. Schmid, M. Tenje, Cantilever like micromechanical sensors, *Rep. Prog. Phys.* 74 (2011) 036101
- [20] G. Julius Vancso, H. Schoenherr, *Scanning Force Microscopy of polymers*, Springer, 2010
- [21] P. Eaton, P. West, *Atomic Force Microscopy*, Oxford University Press Inc., New York, 2010
- [22] P. Xu, X. Li, H. Yu, M. Liv, J. Li, Self-assembly and sensing group of pre-modified CNTs of resonant micro-cantilevers for specific detection of volatile organic compound vapors, *J. Micromech. Microeng.* 20 (2011) 115003
- [23] H. Pan, Y. Xu, S. Wu, B. Zhang, J. Tang, Molecular interactions in self-assembly monolayers on gold-coated microcantilever electrodes, *Nanotechnology* 22 (2011) 225503
- [24] X. Li, D.W. Lee, Integrated microcantilevers for high resolution sensing and probing, *Meas. Sci. Technol.* 23 (2012) 022001
- [25] N. Nelson-Fitzpatrick, S. Evoy, Highly compliant static micro cantilevers fabricated in gold nanocomposite materials, *J. Micromech. Microeng.* 21 (2011) 115021
- [26] O. Korostynska, K. Arshak, A. Arshak, E. Gill, P. Creedon, S. Fitzpatrick, Polymer-based microsensors arrays for pH and glucose monitoring, *Key Eng. Mater.* 437 (2010) 354-358
- [27] M. Godin, V. Tabard-Cossa, Y. Miyahara, T. Monga, P.J. Williams, L.Y. Beaulieu, R. Bruce Lennox, P. Gruffer, Cantilever-based sensing: the origin of surface stress and optimization strategies, *Nanotechnology*, 21 (2010) 075501



- [28] Y. Yang, X. Xia, X. Gang, P. Xu, H. Yu, X. Li, Self-assembling siloxane bilayer on SiO<sub>2</sub> surface of microcantilevers for long term highly repeatable sensing to trace explosives, *J. Micromech. Microeng.* 20 (2010) 050101
- [29] K.Y. Gfeller, N. Nugaeva, M. Hegner, Micromechanical oscillators as rapid biosensor for the detection of active growth of *Escherichia coli*, *Biosens. Bioelectron.* 21 (2005) 528-533
- [30] M.Z. Ansari, C. Cho, Thermal characteristics of microcantilever biosensors, in A. Fred, J. Felipe, H. Gamboa (Eds.), *Biomedical Engineering Systems and Technologies*, Springer-Verlag Berlin, 2011
- [31] F. Tian, J.H. Pei, D.L. Hedden, G.M. Brown, T. Thundat, Observation of the surface stress induced in microcantilevers by electrochemical redox processes, *Ultramicroscopy* 100 (3-4) (2004) 217
- [32] Y. Yang, X. Xia, X. Gang, P. Xu, H. Yu, X. Li, Nano-thick resonant cantilever with a novel specific reaction-induced frequency-increase effect for ultra-sensitive chemical detection, *J. Micromech. Microeng.* 20 (2010) 055022
- [33] K. Oldham, J. Pulskamp, R. Polcawich, Thin-film piezoelectric actuators for bio-inspired micro-robotic applications, *Integr. Ferroelectr.* 95 (2007) 54–65
- [34] D. Yan, A. Khajepour, R. Mansour, Design and modelling of a MEMS bidirectional vertical thermal actuator, *J. Micromech. Microeng.* 14 (2004) 841-850
- [35] V. Mukundan, P. Ponce, H.E. Butterfield, B.L. Pruitt, Modeling and characterization of electrostatic comb-drive actuators in conducting liquid media 19 (2009) 065008
- [36] R.R.A Syms, B.M. Hardcastle, R.A. Lawes, Bulk micromachined silicon comb-drive electrostatic actuators with diode isolation, *Sens. Actuators. A* 63 (1997) 61-67
- [37] M. Despont, H. Lorenz, N. Fahrni, J. Brugger, P. Renaud, P. Vettiger, High-aspect-ratio, ultrathick, negative-tone near UV photoresist for MEMS applications, *Proceedings of the IEEE Microelectromechanical Systems Conference*, Nagoya, Japan (1997) 518–522

- [38] R. Hickey, D. Sameoto, T. Hubbard, M. Kujath, Time and frequency response of two-arm micromachined thermal actuators, *J. Micromech. Microeng.* 13 (2003) 40-46
- [39] F. Carta, Y.J. Hsu, J. Sarik, I. Kymissis, Bimorph actuator with monolithically integrated CMOS OFET control, *Org. Electr.* 14 (2013) 286-290
- [40] N. Maluf, *An Introduction to Micromechanical Systems Engineering*, Artech House, (2000)
- [41] G. Lammel, S. Schweiser, P. Renaud, *Optical Microscanners and Microspectrometers using Thermal Bimorph Actuators*, Kluwer Acad. Publ., Boston, 2002
- [42] J. Henriksson, M.R. Gullo, J. Brugger, Integrated long-range thermal bimorph actuators for parallelizable Bio-AFM applications, *Sens. Journal*, 13 (2013) 2849-2856
- [43] S. Mouaziz, G. Boero, R.S. Popovic, Polymer-based cantilevers with integrated electrodes, *J. Microelectromech. Syst.* 15 (2006) 890–895
- [44] R.H. Ibbotson, R.J. Dunn, V.A. Djakov, P.Ko. Ferrigno, S.E. Huq, Polyimide microcantilever surface stress sensor using low-cost, rapidly-interchangeable, spring-loaded microprobe connections, *Microelectron. Eng.* 85 (2008) 1314-1317
- [45] M.C. Mieux, M.E. McConney, Y.H. Lin, S. Singamaneni, H. Jiang, T.J. Bunning, W. Tsukruk, Polymeric nanolayers as actuators for ultrasensitive thermal bimorphs, *Nano. Lett.* 6 (4) (2006) 730-4
- [46] J.W.L. Zhou, H.Y. Chan, Tony K.H To, Wen J. Li, Polymer MEMS Actuators for Underwater Micromanipulation, *IEEE-ASME Transactions on Mechatronics*, 9 (2004) 334-342
- [47] S.B. Patil, T. Adrega, V. Chu, J.P. Conde, Thin film silicon MEMS microresonators fabricated by hot-wire chemical vapor deposition, *J. Micromech. Microeng.* 16 (2006) 2730–2735
- [48] A. Georgiev, E. Spassova, J. Assa, G. Danev, Preparation of Polyimide Thin Films by Vapour Deposition and Solid State Reactions. *Polymer Thin Films*, Abbass A Hashim ed. 2010
- [49] A. Georgiev, D. Dimov, E. Spassova, J. Assa, P. Dineff, G. Danev, Chemical and Physical Properties of Polyimides: Biomedical and Engineering

- Applications, in M. Abadie (Ed.): High Performance Polymers - Polyimides Based – From Chemistry to Applications, In Tech ed.2012, pp 65-84
- [50] A. Pashan, Sensor Applications of Polyimides, in M. Abadie (Ed.): High Performance Polymers - Polyimides Based – From Chemistry to Applications, In Tech ed.2012, pp. 198-214
- [51] A.A.S. Bhagat, P. Jothimuthu, I. Papautsky, Photodefinable polydimethylsiloxane (PDMS) for rapid lab-on-a-chip prototyping, *Lab Chip* 7, (2007) 1192–1197
- [52] H.L. Cong, T.R. Pan, Photopatternable conductive PDMS materials for microfabrication, *Adv. Funct. Mater.* 18 (2008) 1912–1921
- [53] D. Bachmann, B. Schoberle, S. Kuhne, Fabrication and characterization of folded SU-8 suspensions for MEMS applications, *Sens. Act. A Phys.* 130 (2006) 379–386
- [54] S. Jiguet, M. Judelewicz, S. Mischler, SU-8 nanocomposite coatings with improved tribological performance for MEMS, *Surf. Coatings Technol.* 201 (2006) 2289–2295
- [55] Y.L. Wang, J.H. Pai, H.H. Lai, Surface graft polymerization of SU-8 for bio-MEMS applications, *J. Micromech. Microeng.* 17 (2007) 1371–1380
- [56] P. Abgrall, V. Conedera, H. Camon, SU-8 as a structural material for labs-on-chips and microelectromechanical systems, *Electrophoresis*, 28 (2007) 4539–4551
- [57] A. Mata, A.J. Fleischman, S. Roy, Fabrication of multi-layer SU-8 microstructures, *J. Micromech. Microeng.* 16 (2006) 276–284
- [58] S.L. Tao, K.C. Papat, J.J. Norman, Surface modification of SU-8 for enhanced biofunctionality and nonfouling properties, *Langmuir*, 24 (2008) 2631–2636
- [59] M. Joshi, N. Kale, R. Lal, A novel dry method for surface modification of SU-8 for immobilization of biomolecules in bio-MEMS, *Biosens. Bioelectron.* 22 (2007) 2429–2435
- [60] D. Sameoto, S.H. Tsang, I.G. Foulds, Control of the out-of-plane curvature in SU-8 compliant microstructures by exposure dose and baking times, *J. Micromech. Microeng.* 17 (2007) 1093–1098

- [61] S.W. Youn, H. Goto, M. Takahashi, Thermal imprint process of parylene for MEMS applications, *Key Eng. Mater.* 340–341(2007) 931–936
- [62] E. Meng, P.Y. Li, Y.C. Tai, A biocompatible parylene MEMS thermal flow sensing array, *Sens. Act. A Phys.* 144 (2008) 18–28
- [63] P.J. Chen, D.C. Rodger, R. Agrawal, Implantable micromechanical parylene-based pressure sensors for unpowered intraocular pressure sensing, *J. Micromech. Microeng.* 17 (2007) 1931–1938
- [64] B. Bilenberg, T. Nielsen, B. Clausen, PMMA to SU-8 bonding for polymer based lab-on-a-chip systems with integrated optics, *J. Micromech. Microeng.* 14 (2004) 814–818
- [65] K. Tsougeni, A. Tserepi, E. Gogolides, Photosensitive poly(dimethylsiloxane) materials for microfluidic applications, *Microelectron. Eng.* 84 (2007) 1104–1108
- [66] S. Rajaraman, S.O. Choi, R.H. Shafer, Microfabrication technologies for a coupled three-dimensional microelectrode, microfluidic array, *J. Micromech. Microeng.* 17 (2007) 163–171
- [67] J.H. Park, Y.K. Yoon, S.O. Choi, Tapered conical polymer microneedles fabricated using an integrated lens technique for transdermal drug delivery, *IEEE Trans. Biomed. Eng.* 54 (2007) 903–913
- [68] R. Lo, E. Meng, Integrated and reusable in-plane microfluidic interconnects, *Sens. Act. B: Chem.* 132 (2008) 531–539
- [69] P. Abgrall, A.M. Gue, Lab-on-chip technologies: making a microfluidic network and coupling it into a complete microsystem – a review, *J. Micromech. Microeng.* 17 (2007) 15–49
- [70] P.J. Chen, D.C. Rodger, E.M. Meng, Surface-micromachined parylene dual valves for on-chip unpowered microflow regulation, *J. Microelectromech. Syst.* 16 (2007) 223–231
- [71] P.J. Chen, D.C. Rodger, M.S. Humayun, Floating-disk parylene microvalves for selfpressure- regulating flow controls, *J. Microelectromech. Syst.* 17 (2008) 1352–1361
- [72] P.Y. Li, J. Shih, R. Lo, An electrochemical intraocular drug delivery device, *Sens. Act. A Phys.* 143 (2008) 41–48

- [73] J.W.L. Zhou, H.Y. Chan, Tony K.H To, Wen J. Li, Polymer MEMS Actuators for Underwater Micromanipulation, *IEEE-ASME Transactions Mechatronics* **9** (2004) 334–342
- [74] V.T. Srikar, S.M. Spearing, Materials Selection in Micromechanical Design: An Application of the Ashby Approach, *J. Microelectromech. Syst.* **12** (2003) 3-10
- [75] C. Liu, Recent developments in polymer MEMS. *Adv. Mater.* **19** (2007) 3783-3790
- [76] S. Tsuyoshi, T. Makoto, N. Yoshiaki, N. Shintaro, K. Yusaku, S. Takayasu, S. Takao, A Large-area Wireless Power Transmission Sheet Using Printed Organic Transistors and Plastic MEMS Switches, *Nat. Mater.* **6** (2007) 413-417
- [77] M. Tenje, S. Keller, S. Dohn, Z.J. Davis, A. Boisen, Drift study of SU8 cantilevers in liquid and gaseous environments, *Ultramicroscopy* **110** (2010) 596-598
- [78] M.K. Ghosh, K.L. Mittal, *Polymides Fundamental and Applications*, Marcel Dekker, New York, 1996
- [79] Y. Xiao, L.F. Che, X.X. Li, Y.L. Wang, A novel fabrication process of MEMS devices on polyimide flexible substrates, *Microelectron. Eng.* **85** (2008) 452-457
- [80] W.Y. Chang, T.H. Fang, H.J. Lin, Y.T. Shen, Y.C. Lin, A large area flexible array sensors using screen printing technology, *J. Disp. Technol.* **5** (2009) 178-183
- [81] W.C. Wilson, G. M. Atkinson, Review of polyimides used in the manufacturing of micro systems, (2007) NTIS,NASA
- [82] E. Meng, *Biomedical microsystems*, Boca Raton, FL, CRC Press, 2011
- [83] E. Kinci, S. Köytepe, A. Pasahan, T. Seckin, Preparation and characterization of an aromatic polyimide and its use as a selective membrane for H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, *Turkish Journal of Chemistry*, **30** (2006) 277–285
- [84] G. Danev, E. Spassova, J. Assa, Vacuum deposited Polyimide – A perfect matrix for nanocomposite materials, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, **7**(3) (2005) 1379-1390
- [85] R.T. Morrison, R.N. Boyd, *Organic chemistry*. Engelwood Cliffs, New Jersey: Prentice Hall, 2006, [ISBN 8120307658](https://doi.org/10.1002/9780470120307).

- [86] J.M M. Abadie, A.L. Rusanov, Practical Guide to Polyimides, Smithers Rapra Technology Limited, 2007, 45-77M.I. Bessonov, M.M. Koton, V.V. Kudryavtsev, L.A. Laius, Polyimides: Thermally Stable Polymers. Plenum, New York, 2-nd edition. 1987, ISBN: 978-1-4615-7634-1; DOI: 10.1007/978-1-4615-7634-1
- [87] M.I. Bessonov, V.A. Zubkov, Polyamic Acids and Polyimides: Synthesis, Transformations and Structures, CRC Boca Raton, 1993
- [88] M.M. Koton, V.V. Kudryavtsev, V.P. Sklizkova, P.P. Nefedov, M.A. Lazareva, B.G. Belen'kii, I.A. Orlova, Z.G. Oprits, Effect of polycondensation conditions on the molecular weight distribution of a polyamido acid, *Vysokomol. Soedin., Ser B.* 22 (1980) 273-276
- [89] R.A. Orwoll, T.L. St. Clair, K.D. Dobbs, Phase behavior of some polyamic acid plus ether synthesis, *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.* 19 (1981) 1385-1393
- [90] W. Volksen, P.M. Cotts, The synthesis of polyamic acids with controlled molecular weights, in: *Polyimides: Synthesis, Characterisation and Properties*, Vol.1, K.L. Mittal Ed., Plenum, New York, (1984) 163-170
- [91] C.C. Walker, High performance size exclusion chromatography of polyamic acids, *J. Polym. Sci., Part A: Polym Chem.*, 26 (1988) 1649-1657
- [92] G. Rabilloud, Polyimides Developed for electronic Applications, in *High Performance Polymers 3, Polyimides in Electronics-Chemistry and Applications*, Ch.2, ed. Technip, Paris, 2000
- [93] I. Yoshio, Rapid Synthesis of Polyimides from Nylon-Salt-Type Monomers In: *Progress in Polyimide Chemistry*, I.H.R. Kricheldorf editor, Springer (1999) 3-20
- [94] H. Rohit, P. Vora, S.G. Krishnan, S. Veeramani, S.H. Goh, Poly(amic acid)s and their ionic salt solutions: Synthesis, characterization and stability study. In: *Polyimides and Other High Temperature Polymers*, K.L. Mittal editor. (2003) VSP. 14-35
- [95] F. W Harris, Polyimides, in: D. Wilson, H.D. Stenzenberger, P.M. Hergenrother, Chapman and Hall ed., New York. (1990) 23-96
- [96] M. Fryd, Structure- $T_g$  relationships in Polyimides: Synthesis, Characterization and Properties, 1, K.L. Mittal, ed., Plenum New York. 1984, 377-384

- [97] T.L. StClair : In Polyimides. D. Wilson, H.D. Stenzenberger, P.M. Hergenrother, Chapman and Hall editors. New York 1990, 187-208
- [98] G. Rabilloud, Planarization Properties of Polyimide Films, in High Performance Polymers 3, Polyimides in Electronics-Chemistry and Applications, Ch.7, ed. Technip, Paris, 2000
- [99] K. Jingu, T. Okubo, F. Kataoka, F. Shoji, T. Kato, Polyimide photoresists for semiconductor device, Jpn. Kokai Tokkyo Koho JP 78 (1985) 127 723
- [100] M. Hasegava, K. Horie, Photophysics, Photochemistry and Optical Properties of Polyimides, Prog. Polym. Sci. 26 (2001) 259-335
- [101] W.M. Edwards, Polyamide-acids composition, thereof and process for their preparation, U.S. US3 (1965) 179614
- [102] W.M. Edwards, W.M., Polyimides and the process for preparing them, U.S. US3 (1965)179634
- [103] X.Z. Jin, H. Ishii, Novel positive-type photosensitive polyimide with low dielectric constant, J. Appl. Polym. Sci. (2005) 981521
- [104] D.S. Fryer, P.F. Nealey, J.J. de Pablo, Thermal probe measurements of the glass transition temperature for ultrathin polymer films as a function of thickness, Macromolecules, 33 (2000) 6439-6447
- [105] Y. Jung, Y. Yang, S. Kim, H.S. Kim, T. Park, B.W. Yoo, Structural and compositional effects on thermal expansion behavior in polyimide substrates of varying thicknesses, Europ. Polym. J., 49 (2013) 3642-3650
- [106] H.C. Liou, R. Willecke, P.S. Ho, Study of out-of-plane elastic properties of PMDA-ODA and BPDA-PDA polyimide thin films, Thin Solid Films 323 (1998) 203-208
- [107] D. Yu, S.N. Likhachev, Y. Chavlin, A. Zubov, R.N. Nurmukhamedov, I. Ye. Kardash Effect of chemical structural defects on morphology of polyimide films. Polymer, Science 339 (1999) 1885-1894
- [108] H.C. Liou, R.P.S. Ho, R. Stierman, Thickness dependence of the anisotropy in thermal expansion of PMDA-ODA and BPDA-PDA thin films, Thin Solid Films 339 (1999) 68-73

- [109] D.S. Fryer, P.F. Nealey, J.J. de Pablo, Scaling of  $T_g$  and reaction rate with film thickness in photoresist: A thermal probe study, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 18 (2000) 3376-3380
- [110] L.W. Mc Keen, Polyimides, in: *Film Properties of Plastics and Elastomers*, PDL Handbook Series, Elsevier, 2012
- [111] Y.N. Sazanov, Applied significance of Polyimides, *Russian Journal of Applied Chemistry*, 74 (8) (2001) 1253-1259
- [112] S. Ukishima, M. Iijima, M. Sato, Y. Takahashi, E. Fukada, Heat resistant polyimide films with low dielectric constant by vapor deposition polymerization, *Thin Solid Films*, 308-309 (1997) 475-479
- [113] L.P. Buchwalter, Adhesion of polyimides to various substrates, in: *Polyimides Fundamentals and Applications*, M.K. Ghosh. K.L. Mittal, Eds., Marcel Dekker, New York, 1996, 629-696
- [114] D.Y. Shih, J. Paraszczak, N. Klymko, R. Flitsch, S. Nunes, J. Lewis, C. Jang, J. Cataldo, R. McGouey, A study of the chemical and physical interaction between copper and polyimide, *J. Vac. Sci. Technol.*, 7 (1989) 1402
- [115] R.J. Jensen, J.P. Cummings, H. Vora, Copper/polyimide materials system for high performance packaging, *IEEE Electron. Compon. Conf.* 34 (1984) 73-81
- [116] F.D. Egitto, L.J. Matienzo, Plasma surface modification and etching of polyimides, in: *Polyimides Fundamental and Applications*, M.K. Ghosh, K.L. Mittal, Eds., Marcel Dekker, New York, 1996, 389-452
- [117] E.H. Lee, Ion beam modification of polyimides, in: *Polyimides Fundamental and Applications*, M.K. Ghosh. K.L. Mittal, Eds., Marcel Dekker, New York, 1996, 471-503
- [118] G.H. Pettit, in: *Polyimides Fundamental and Applications*, M.K. Ghosh. K.L. Mittal, Eds., Marcel Dekker, New York, 1996, 453-470
- [119] K.W. Lee, A. Viehbeck, Wet chemical modification of polyimide surfaces: chemistry and application, in: *Polyimides Fundamental and Applications*, M.K. Ghosh. K.L. Mittal, Eds., Marcel Dekker, New York, 1996, 505-532
- [120] D.S. Soane, Z. Martynenko, *Polymers in Microelectronics Fundamentals and Applications*, Elsevier, 1989, 154-155



- [121] D.E. Bornside, C.W. Macosco, L.E. Scriven, On the modelling of spin coating, *J. Imaging Technol.* 13 (1987) 122-130
- [122] C.J. Lawrence, The mechanism of spin coating of polymer films, *Phys. Fluids* 31 (1988) 2786-2795
- [123] D.B. Hall, P. Underhill, J.M. Torkelson, Spin coating of thin and ultrathin polymer films, *Polym. Eng. Sci.*, 38 (1998) 2039-2045
- [124] J.J. Licari, *Coating Materials for Electronic Applications: Polymers, Processes, Reliability, Testing*, Noye Publications, New York, 2003
- [125] F.Y. Tsai, Y.H. Kuo, D.R. Harding, Properties and structure of vapor-deposited polyimide upon electron-beam irradiation, *Journal of Applied Physics* 99 (2006) 064910
- [126] S.P. Kowalczyk, Y.H. Kim, G.F. Walker, J. Kim, Polyimide on copper: the role of solvent in the formation of copper precipitates, *Appl. Phys. Lett.* 52 (1988) 375-376
- [127] G.M. Adema, I. Trulik, L.-T. Hwang, G.A. Rinne, and M.J. Berry, "Effects of Polymer/Metal Interaction in Thin-Film Multichip Module Applications, *IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, 13 (4) (1990) 766-774
- [128] D.M. Price, M. Reading, T.J. Lever, Applications of micro-thermal analysis, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 56 (1999) 673-679
- [129] A. Hammiche, H. M. Pollock, D. J. Hourston, M. Reading, M. Song, Scanning thermal microscopy: sub-surface imaging, thermal mapping of polymer blends, localised calorimetry, *J. Vac. Sci. Technol. B: Microelectronics and Nanostructures*, 14 (1996) 1486-1491
- [130] D.M. Price, M. Reading, A. Caswell, A. Hammiche, H. M. Pollock, M.G. Branch, *Micro-Thermal Analysis: A new form of analytical microscopy*, *Microscopy and analysis* 65 (1998) 17-19
- [131] D.M. Price, Revealing the micro-thermal properties of materials, *Euromaterials* 5(3) (1998) 17
- [132] M. Reading, D.M. Price, D.B. Grandy, R.M. Smith, L. Bozec, M. Conroy, A. Hammiche, *Microthermal analysis of polymers: Current capabilities and future prospects*, *Macromol. Symp.* 167 (2001) 45-62

- [133] J. Henriksson, M.R. Gullo, J. Brugger, Integrated longrange thermal bimorph actuators for parallelizable Bio-AFM applications, *Sens. J.* **13** (2013) 2849–2856
- [134] A.P. Malshe, K.P. Rajurkar, K.R. Virwani, C.R. Taylor, D.L. Bourell, G. Levy, et al., Tip-based nanomanufacturing by electrical, chemical, mechanical and thermal processes, *CIRP Ann. Manuf. Tech.* **59** (2010) 628-651
- [135] J.M. Gere, S.P. Timoshenko, 1997, *Mechanics of Materials*, PWS Publishing Company
- [136] B. C. Read, V. M. Bright, and J. H. Comtois, Mechanical and optical characterization of thermal. microactuators fabricated in a CMOS process, *SPIE.* vol. 2642 (1995) 22-32
- [137] C.C.C. Wang, Two-dimensional small-angle deflection theory, *IEEE Transactions on Electron Devices* **15**(8) (2005) 603-612
- [138] O.A. Bauchau, J.I. Craig, Euler-Bernoulli Beam Theory, in: *Structural Analysis*, vol. 163, (series: *Solid Mechanics and its Applications*), Springer Netherlands, 2009, pp 173-221, DOI:10.1007/978-90-481-2516-6\_5, ISBN:978-90-481-2516-6
- [139] T. Beléndez, C. Neipp, and A. Beléndez, Large and small deflections of a cantilever beam, *Eur. J. Phys.* **23** (2002) 371-379
- [140] M. Mohammad Abadi, A.R. Daneshmehr, An investigation of modified couple stress theory in buckling analysis of micro composite laminated Euler–Bernoulli and Timoshenko beams, *Int. J. Eng. Sci.* **75** (2014) 40-53
- [141] W.H. Chu, M. Mehregany, R.L. Mullen, Analysis of tip deflection and force of a bimetallic cantilever microactuator. *J. Micromech. Microeng.* **3** (1993) 4-6
- [142] G. Lammel, P. Renaud, and S. Schweizer, *Optical microscanners and microspectrometers using thermal bimorph actuators*, Springer Verlag (2002)
- [143] HD Microsystems, *Product Information and Process Guideline. Standard and Photodefinable Polyimides - PI2500, 2600 and 2700 Series*, Product bulletin series,  
Available:[http://hdmicrosystems.com/HDMicroSystems/en\\_US/tech\\_info/tech\\_info.html](http://hdmicrosystems.com/HDMicroSystems/en_US/tech_info/tech_info.html)
- [144] H.F. Mark, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, 4th edn., Wiley, London, 2014

- [145] M.C. Mieux, M.E. McConney, Y.H. Lin, S. Singamaneni, H. Jiang, T.J. Bunning, W. Tsukruk, Polymeric nanolayers as actuators for ultrasensitive thermal bimorphs, *Nano. Lett.* 6 (4) (2006) 730-734
- [146] S.C. Lee, F.C. Tai, C.H. Wei, J.I. Yu, ATR-FTIR and nanoindentation measurements of PMDA-ODA polyimide film under different curing temperature, *Materials Transactions* 48 (6) (2007) 1555-1557
- [147] S. Diahm, M.L. Locatelli, T. Lebey, D. Malec, Thermal imidization optimization of polyimide thin films using Fourier transform infrared spectroscopy and electrical measurements, *Thin solid films* 519 (2011) 1851-1856
- [148] M. Kotera, B. Samuil, K. Araie, Y. Sugioka, T. Nishito, S. Maji, M. Noda, K. Senoo, T. Koganezawa, I. Hirosawa, Microstructures of BPDA-PPD polyimide thin films with different thicknesses, *Polymer* 54 (2013) 2435-2439
- [149] J.H. Jou, P.T. Huang, Effect of thermal curing on the structures and properties of aromatic polyimide films, *Macromolecules* 24 (1991) 3796-3803
- [150] M.B. Saeed, M.S. Zhan, Effects of monomer structure and imidization degree on mechanical properties and viscoelastic behavior of thermoplastic polyimide films, *European Polymer Journal* 42 (2006) 1844-1854
- [151] M.B. Saeed, M.S. Zhan, Adhesive strength of partially imidized thermoplastic polyimide films in bonded joints, *International Journal of Adhesion & Adhesives*. 27 (2007) 9-19
- [152] T. Nishino, M. Kotera, N. Inayoshi, N. Miki, K. Nakamae, Residual stress and microstructures of aromatic polyimide with different imidization processes, *Polymer* 41(2000) 6913-6918
- [153] H.T. Kim, J.K. Park, Preparation, characterization, and photo-induced liquid crystal alignment of polyimide and poly(vinyl cinnamate) blend alignment layer *Japanese Journal of Applied Physics* 38 (1999) 201-208
- [154] Y.K. Xu, M.S. Zhan, K. Wang, Structure and properties of polyimide films during a far-infrared-induced imidization process, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*. 42 (2004) 2490-2501
- [155] Y.H. Lu, M.S. Zhan, Studies on polyimide imidization in far - infrared radiation, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics* 43 (2005) 3621-3627

- [156] M. Kotera, T. Nishino, K. Nakamae, Imidization processes of aromatic polyimide by temperature modulated DSC, *Polymer* 41 (2000) 3615–3619
- [157] C.L. Choy, in: I.M. Ward (Ed.), *Developements in Oriented Polymers/1*, Applied Science Publishers, New Jersey, 1982, p.121
- [158] R.F. Saraf, H.M. Tong, T.W. Poon, B.D. Silverman, P.S. Ho, A.R. Rossi, Thickness - direction thermal - expansion measurements, *J. App. Polym Sci.* 46 (1992) 1329-1337
- [159] H.-C. Liou, P. S. Ho, R. Stierman, Thickness dependence of the anisotropy in thermal expansion of PMDA-ODA and BPDA-PDA thin films, *Thin Solid Films* 339 (1999) 68-73
- [160] M. Tsukiji, W. Bitoh, J. Enomoto, Thermal Degradation and Endurance of Polyimide Films, *Proc. IEEE Int. Symp. Elec. Insul.* (1990) 88-91
- [161] W.Y. Chang, T.H. Fang, Y.C. Lin, Physical characteristics of polyimide films for flexible sensors, *Appl Phys A*, 92 (2008) 693-701
- [162] T. Đakov, Lj. Rajaković, I. Popović, Metal - polymer and polymer - polymer microcantilevers: promising alternative to Si - based MEMS, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26 (11) (2015) 8698-8706

## Biografija

Mr Tatjana Đakov je rođena u Beogradu 11.09.1970. godine, gde je pohađala i završila osnovnu školu i gimnaziju sa odličnim uspehom. Školske 1989/90. godine upisala je Tehnološko-metalurški fakultet u Beogradu, smer Hemijsko inženjerstvo, koji je završila 1994. godine, sa prosečnom ocenom 8.87. Iste godine upisala je posle diplomске studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu, odsek Hemija i inženjerstvo polimera, pri Katedri za Organsku hemijsku tehnologiju. Magistarsku tezu pod nazivom „Kinetika radikalne polimerizacije di-2-hloretil itakonata“ odbranila je 1997. godine (prosečna ocena tokom studija 9.78).

Od 1994. godine do danas, mr Tatjana Đakov je učestvovala u nastavi iz većeg broja predmeta na smerovima Organska hemijska tehnologija, Hemijsko inženjerstvo i Inženjerstvo zaštite životne sredine, odnosno studijskim profilima Hemijsko inženjerstvo i Inženjerstvo zaštite životne sredine. U periodu 1994-1997. godine kao stipendista Ministarstva za nauku i tehnologiju Republike Srbije, učestvovala je u realizaciji eksperimentalnih (i delom računskih vežbi) iz predmeta Prerada polimernih materijala i Tehnologija sinteze polimera (IV godina studija), na Katedri za OHT. U periodu od 1997. do 2008. godine (u svojstvu asistenta-saradnika, saradnika-istraživača i asistenta) vodila je računске vežbe iz predmeta Termodinamika tehnoloških procesa (III godina studija), kao i računске i eksperimentalne vežbe iz predmeta Tehnologija prerade nafte i Tehnologija petrohemijskih proizvoda (IV godina studija). Od školske 2006/07. godine vodila je računске vežbe iz predmeta Materijalni i energetski bilansi (II godina studija), a od školske 2007/08 godine vodi računске vežbe iz predmeta Osnovi petrohemijskog inženjerstva (III godina studija). Od iste školske godine do 2011. god. učestvovala je u realizaciji nastave iz predmeta Reciklaža polimernih materijala (V godina studija). U periodu 2009-2013. god. vodila je računске vežbe i izradu projekata na predmetu Projektovanje procesa u inženjerstvu zaštite životne sredine (IV i V godina studija), a u periodu 2011-2013. god. i na predmetu Projektovanje opreme i procesa u inženjerstvu zaštite životne sredine (IV godina studija). Od školske 2009/10. godine vodi eksperimentalne i računске vežbe, a učestvuje i u realizaciji teorijske nastave iz predmeta Uvod u Hemijsko inženjerstvo (II godina studija).

Kao DAAD stipendista, mr Tatjana Đakov je boravila na usavršavanju u Nemačkoj, u Saveznom institutu za ispitivanje materijala (BAM), u Berlinu, u trajanju od 6 meseci (1994,1995), kao i na stručnom usavršavanju u Nemačkoj, Univerzitet u Kaselu, u trajanju od deset meseci (1997-1998). U periodu 2012-2014. godine boravila je na stručnom usavršavanju u Velikoj Britaniji, u Micro and Nano Technology Centre, Rutheford Appleton Lab., Science and Technology Facilities Council (STFC), Južni Oksfordšir, u ukupnom trajanju od 11 nedelja.

U junu 2000. godine je izabrana za asistenta na Katedri za OHT, a od 2012. godine je u zvanju stručnog saradnika na istoj Katedri.

Član je Srpskog hemijskog društva, govori engleski i ruski jezik, a služi se nemačkim i francuskim jezikom.

Oblasti naučnog interesovanja kandidata mr Tatjane Đakov: tanki polimerni filmovi, mikro-elektro-mehanički sistemi (MEMS), instrumentalne metode, petrohemija, degradacija polimera, reciklaža polimera.

Prilog 1.

## Izjava o autorstvu

Potpisani-a TATJANA ĐAKOV  
broj indeksa \_\_\_\_\_

### Izjavljujem

da je doktorska disertacija pod naslovom  
POLIMIDNE KONZOLE ZA PRIMENU U  
MIKRO-ELEKTRO-MEHANIČKIM (MEMS) SISTEMIMA

- rezultat sopstvenog istraživačkog rada,
- da predložena disertacija u celini ni u delovima nije bila predložena za dobijanje bilo koje diplome prema studijskim programima drugih visokoškolskih ustanova,
- da su rezultati korektno navedeni i
- da nisam kršio/la autorska prava i koristio intelektualnu svojinu drugih lica.

**Potpis doktoranda**

U Beogradu, 10. 06. 2016.

Tatjana Đakov

Prilog 2.

**Izjava o istovetnosti štampane i elektronske verzije  
doktorskog rada**

Ime i prezime autora TATJANA ĐAKOV

Broj indeksa \_\_\_\_\_

Studijski program \_\_\_\_\_

Naslov rada POLIIMIDNE KONZOLE ZA PRIMENU  
U MIKRO-ELEKTRO-MEHANIČKIM (MEMS) SISTEMIMA

Mentori Dr. IVANKA POPOVIĆ i Dr. LJUBINKA RAJAKOVIĆ

Potpisani/a Marijana Žakov

Izjavljujem da je štampana verzija mog doktorskog rada istovetna elektronskoj verziji koju sam predao/la za objavljivanje na portalu **Digitalnog repozitorijuma Univerziteta u Beogradu**.

Dozvoljavam da se objave moji lični podaci vezani za dobijanje akademskog zvanja doktora nauka, kao što su ime i prezime, godina i mesto rođenja i datum odbrane rada.

Ovi lični podaci mogu se objaviti na mrežnim stranicama digitalne biblioteke, u elektronskom katalogu i u publikacijama Univerziteta u Beogradu.

U Beogradu, 10.06.2016.

**Potpis doktoranda**

Marijana Žakov

Prilog 3.

### Izjava o korišćenju

Ovlašćujem Univerzitetsku biblioteku „Svetozar Marković“ da u Digitalni repozitorijum Univerziteta u Beogradu unese moju doktorsku disertaciju pod naslovom:

POLIIMIDNE KONZOLE ZA PRIMENU U  
MIKRO-ELEKTRO-MEHANIČKIM (MEMS) SISTEMIMA

koja je moje autorsko delo.

Disertaciju sa svim priložima predao/la sam u elektronskom formatu pogodnom za trajno arhiviranje.

Moju doktorsku disertaciju pohranjenu u Digitalni repozitorijum Univerziteta u Beogradu mogu da koriste svi koji poštuju odredbe sadržane u odabranom tipu licence Kreativne zajednice (Creative Commons) za koju sam se odlučio/la.

1. Autorstvo
2. Autorstvo – nekomercijalno
3. Autorstvo – nekomercijalno – bez prerade
4. Autorstvo – nekomercijalno – deliti pod istim uslovima
5. Autorstvo – bez prerade
6. Autorstvo – deliti pod istim uslovima

(Molimo da zaokružite samo jednu od šest ponuđenih licenci, kratak opis licenci dat je na poledini lista).

**Potpis doktoranda**

U Beogradu, 10.06.2016.

Marijana Zareb



1. **Autorstvo -** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, i prerade, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence, čak i u komercijalne svrhe. Ovo je najslobodnija od svih licenci.
2. **Autorstvo - nekomercijalno.** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, i prerade, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence. Ova licenca ne dozvoljava komercijalnu upotrebu dela.
3. **Autorstvo - nekomercijalno - bez prerade.** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, bez promena, preoblikovanja ili upotrebe dela u svom delu, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence. Ova licenca ne dozvoljava komercijalnu upotrebu dela. U odnosu na sve ostale licence, ovom licencom se ograničava najveći obim prava korišćenja dela.
4. **Autorstvo - nekomercijalno - deliti pod istim uslovima.** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, i prerade, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence i ako se prerada distribuira pod istom ili sličnom licencom. Ova licenca ne dozvoljava komercijalnu upotrebu dela i prerada.
5. **Autorstvo - bez prerade.** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, bez promena, preoblikovanja ili upotrebe dela u svom delu, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence. Ova licenca dozvoljava komercijalnu upotrebu dela.
6. **Autorstvo - deliti pod istim uslovima.** Dozvoljavate umnožavanje, distribuciju i javno saopštavanje dela, i prerade, ako se navede ime autora na način određen od strane autora ili davaoca licence i ako se prerada distribuira pod istom ili sličnom licencom. Ova licenca dozvoljava komercijalnu upotrebu dela i prerada. Slična je softverskim licencama, odnosno licencama otvorenog koda.