

Odporność warstw metalicznych stosowanych w systemach tekstronicznych na deformacje mechaniczne

Streszczenie. W artykule zaprezentowano wyniki badań odporności warstw metalicznych Ag wytworzonych w procesie fizycznego osadzania próżniowego na deformacje mechaniczne. Warstwy wytworzone zostały na podłożu kompozytowym Cordura. Badano oporność warstw przewodzących na cykliczne naprężenia rozciągające, jako jedne z podstawowych odkształceń występujących w trakcie użytkowania tekstyliów z zaimplementowanymi systemami tekstronicznymi. Wyniki pomiarów wskazują na wysoką wytrzymałość mechaniczną takich warstw.

Abstract. In the article the authors present the results of tests concerning the resistance of Ag metallic layers produced in the process of physical vacuum deposition to mechanical deformation. The layers were made on Cordura composite substrate. Resistance of conductive layers to cyclic tensile stresses was investigated as one of the major deformations which appear during usage of textiles with implemented textronic systems. The results of the measurements indicate the high mechanical strength of such achieved layers. (*Resistance of metallic layers used in textronic systems to mechanical deformation*).

Słowa kluczowe: PVD, odkształcenia mechaniczne, inteligentne tekstylia, cienkie warstwy

Keywords: PVD, mechanical stress, smart textiles, thin films.

Wstęp

Tekstronika to ważny sektor rozwijającego się przemysłu włókienniczego w obszarze inteligentnych tekstyliów. Jest to synergiczne połączenie takich obszarów nauki jak włókiennictwo, elektronika oraz informatyka. Ten nowy kierunek badawczy ma wiele zastosowań, a do kluczowych należy zaliczyć sport i rekreację, opiekę zdrowotną, wojsko i bezpieczeństwo, odzież, modę oraz elektronikę użytkową [1-7].

Zgodnie z raportem ID Tech Exhibition Report z 2016 r., skumulowany roczny wskaźnik wzrostu (Compound Annual Growth Rate, CAGR) na lata od 2015 do 2018 wyniesie 37% w przypadku inteligentnych zegarków - smart watch, 34% dla wyrobów medycznych, 146% dla odzieży sportowej i 585% dla urządzeń wykorzystujących technologię typu AR & VR (Augmented and Virtual Reality). W większości wymienionych obszarów, struktury tekstroniczne odgrywają ważną rolę i są podstawą do wykonania sensorów i elementów uruchamiających, urządzeń użytkownika końcowego i platform komunikacyjnych, w których systemy bezprzewodowe są coraz szerzej stosowane do przekazywania informacji dotyczących informacji na temat funkcji życiowych [6-8]. Wykorzystanie elektrod tekstylnych do monitorowania pacjentów choć pomocne w leczeniu pacjentów, niesie za sobą problemy inżynierskie w zakresie przetwarzania dużej ilości danych [9,10].

Wraz z rozwojem nauk o materiałach oraz elektroniki, urządzenia i systemy tekstroniczne stają się coraz bardziej zminiaturyzowane i elastyczne. Najczęstszym, a zarazem najstarszym sposobem wytwarzania elementów przewodzących zintegrowanych z tekstyliami wykorzystywanych w systemach tekstronicznych było wykorzystywanie cienkich nitek przewodzących o dobrej konduktywności i wplatanie ich w wyrób włókienniczy w procesie jego wytwarzania. Proces ten jest zazwyczaj skomplikowany i wymaga zmian w całym procesie produkcyjnym, a jednocześnie nie umożliwia tak różnorodnej funkcjonalizacji wyrobów jak techniki powierzchniowe, do których zalicza się sputtering [11], drukowanie atramentami reaktywnymi [12], CVD -

chemiczne osadzanie z fazy gazowej oraz PVD - fizyczne osadzanie próżniowe [13]. Materiały tekstroniczne mogą mieć również bardzo duże zastosowanie w szeroko pojętej diagnostyce technicznej złożonych układów masowo-dyssypacyjno-sprężystych [14-18] a także innych materiałów metalicznych i kompozytów, a w szczególności w inżynierii powierzchni [19-21]

Materiały i metody badawcze

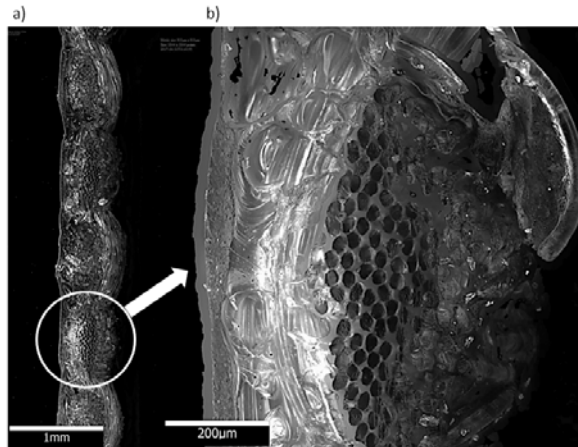
Oprócz podstawowego zagadnienia jakim jest wytworzenie warstw metalicznych charakteryzujących się małą wartością rezystancji powierzchniowej wyrażanej w Ω/kw należy uwzględnić jakość wytworzonych warstw oraz ich odporność na czynniki mechaniczne. W wielu przypadkach urządzenia tekstroniczne wykonane w sposób i na podłożach nie zapewniających wystarczającej wytrzymałości nie są gotowe do produkcji seryjnej i wprowadzenia na rynek. Wytworzone cienkie warstwy metaliczne na elastycznych podłożach charakteryzujące się dużą wytrzymałością mechaniczną i małą wartością rezystancji powierzchniowej mogą zostać wykorzystane nie tylko w nowatorskich rozwiązaniach łączących elektronikę z tekstyliami, ale również w budowie innych podzespołów elektronicznych takich jak np. superkondensatorów wykorzystywanych jako zasobniki energii [22].

Podłoże

Do badań wykorzystano podłoże kompozytowe o wysokiej odporności na uszkodzenia mechaniczne. Tkanina CORDURA® to produkt wykorzystywany w wielu kategoriach - od sprzętu zewnętrznego i roboczego po materiały wykorzystywane w produkcji toreb turystycznych, produktów odzieży wojskowej jak i również w przemyśle tapicerskim. W konstrukcji tego kompozytu wykorzystuje się nylonowe włókna o wysokiej wytrzymałości na zginanie, które w etapie produkcji powleczone są folią poliuretanową. Materiały te są dostępne w szerokim zakresie wagowym. Masa powierzchniowa tkaniny wykorzystywanej do badań wynosi 195 g/m^2 . Zdjęcie przekroju poprzecznego opisywanego kompozytu zostało zaprezentowane na Rysunku 1. Zdjęcia te zostały pozyskane dzięki

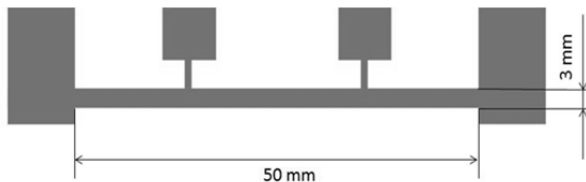
zastosowaniu optycznego systemu pomiarowego topografii powierzchni InfiniteFocus G5 firmy Alicona, odpowiednio przy powiększeniu 10x (rys. 1a) i 40x (rys. 1b). Technologia InfiniteFocus nawet przy skomplikowanym kształcie i dużych obszarach pomiaru pozwala na uzyskanie obrazu o rozdzielczości pionowej do 10 nm.

Z analizy obrazów wynika porowata struktura wykorzystywanego materiału, co powoduje zwiększenie odporności materiału na odkształcenia mechaniczne.

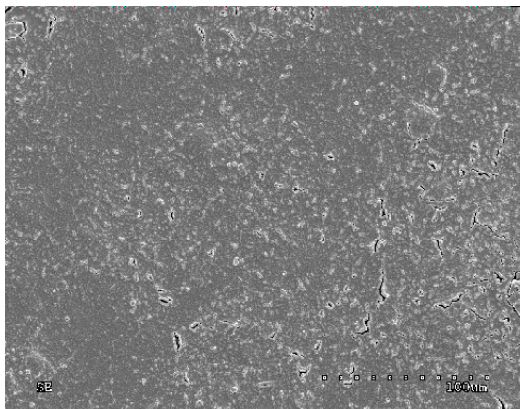


Rys.1 a) Obraz mikroskopowy przekroju poprzecznego próbki z naniesioną warstwą - 10x; b) Obraz mikroskopowy przekroju poprzecznego próbki z naniesioną warstwą - 40x;

Na opisany wyżej materiał w procesie fizycznego osadzania próżniowego naniesione zostały warstwy metaliczne o geometrii przedstawionej na rysunku 2.



Rys.2 Geometria struktur testowych wytwarzanych w procesie PVD na kompozytowym podłożu tekstylnym



Rys. 3 Obraz mikroskopowy warstwy cienkiej naniesionej na podłożu kompozytowe wykonane z włókien nylonowych z pokryciem poliuretanowym (Cordura) w procesie PVD

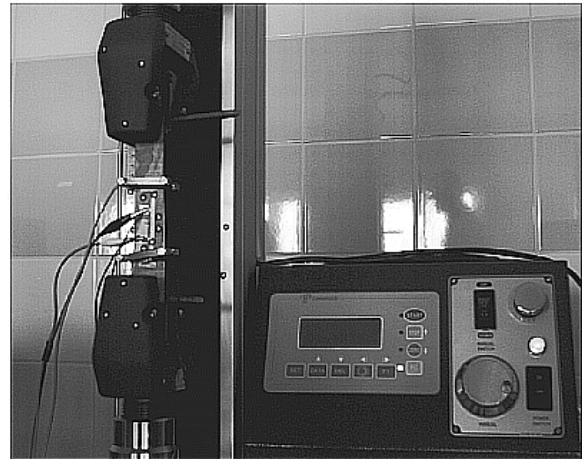
Metalem osadzonym na elastyczne, kompozytowe podłożu było srebro o czystości 99,99%. Proces przeprowadzany był w komorze próżniowej Classic 250 systemu próżniowego marki Pfeiffer Vacuum. Proces wrzenia metalu zachodził w oporowych tyglach wolframowych przez 5 minut. Ciśnienie wstępne w komorze wynosiło około $2 \cdot 10^{-5}$ mbara. Grubość naniesionej warstwy odczytano ze zdjęć mikroskopowych (rys. 1b) i wynosi w przybliżeniu 300 nm. Homogeniczność i

równomierność uzyskanej warstwy metalicznej oceniano na podstawie zdjęć mikroskopowych, których przykład zaprezentowano na rysunku 3. Do wykonania zdjęcia wykorzystano mikroskop skaningowy SEM marki Hitachi model S-4200. Obraz uzyskano stosując powiększenie 400x.

Odształcenia mechaniczne

Aby ocenić odporność wytworzonych warstw wytworzone próbki zostały poddane naprężeniom cyklicznym. Badania prowadzono z wykorzystaniem uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej Cometech QC-508m2. Jest to maszyna przeznaczona do wykonywania pomiarów wytrzymałości na rozciąganie oraz ściskanie materiałów.

Zdjęcie stanowiska pomiarowego zostało zaprezentowane na rysunku 4.



Rys. 4. Zdjęcie stanowiska badawczego do rozciągania wykonanych warstw metalicznych na podłożu tekstylnym

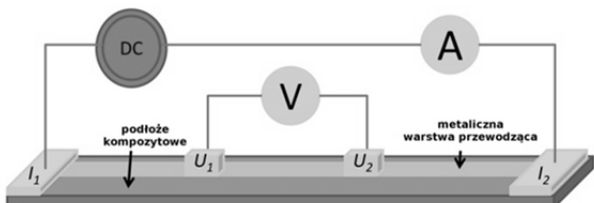
Maszyna wytrzymałościowa Cometech QC-508m2 umożliwia realizację prób statycznego rozciągania i ściskania z maksymalną siłą 5kN. Dokładność pomiaru siły wynosi 0,5%. Oprogramowanie maszyny pozwala na ciągły pomiar i sterowanie procesem pomiarowym. Umożliwia rejestrację wartości siły i przemieszczenia oraz tworzenie cykli zmian obciążenia składających się z wielu kroków. Badanie przeprowadzono w następujących krokach:

- nawinięcie próbki materiału tektonicznego na podatne pręty niemetaliczne w celu uzyskania pewności mocowania materiału w szczękach maszyny wytrzymałościowej,
- zamocowanie próbki w szczękach mocujących,
- podłączenie próbki i multimetru KEYSIGHT TECHNOLOGIES (model: 34461A) za pomocą elektrod,
- naklejenie punktów pomiarowych (markerów) systemu PONTOS firmy GOM,
- przyłożenie obciążenia wstępnego 5N,
- wykonanie 7 cykli pomiarowych.

Cykl pomiarowy obejmował: wywołanie procesu rozciągania za pomocą narastającej siły rozciągającej w przedziale od 5N do 50N z prędkością 5mm/min, a następnie zmniejszenie siły do poziomu napięcia wstępnego 5N. Cykl ten powtarzano 7 krotnie rejestrując wartości odkształcenia za pomocą systemu PONTOS. PONTOS jest mobilnym optycznym systemem pomiarowy 3D do pomiarów fotogrametrycznych w sposób ciągły online bazując na cyfrowym przetwarzaniu obrazów. Umożliwia pomiar współrzędnych 3D **położenia markerów** (punktów pomiarowych) w czasie wykorzystując zasadę triangulacji oraz analizy deformacji części.

Pomiar rezystancji

W procesie naprężania jednocześnie mierzona była rezystancja struktury w układzie czteroelektrodowym. Schemat metody pomiarowej rezystancji przedstawiono na rysunku 5. U_1 oraz U_2 to wewnętrzne elektrody napięciowe, do których podłączono woltomierz Keysight Technologies (model: 34461A) oraz zewnętrzne elektrody I_1 oraz I_2 - elektrody prądowe wykorzystując ten sam multimetr, pozwalający na pomiar i rejestrację natężenia prądu. Próbką podłączona była do źródła prądu stałego Keysight Technologies (model: 34461A). Wszystkie kontakty pomiędzy badanymi próbkami a przewodami łączącymi układ pomiarowy zostały wykonane z wykorzystaniem kleju elektroprzewodzącego.



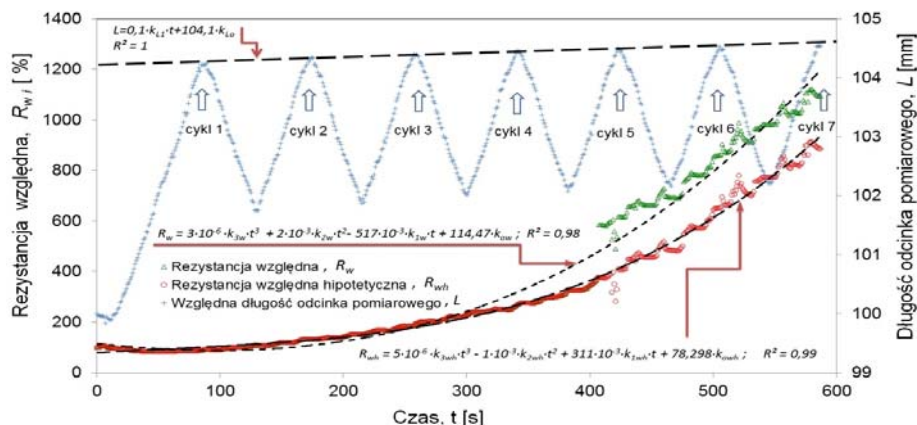
Rys. 5. Schemat metody pomiarowej rezystancji wytworzonych warstw w układzie czteroosondowym.

Rezystancję R w układzie pomiarowym zaprezentowanym na rysunku 5 można wyliczyć ze wzoru (1):

$$R = \frac{1}{2} \left(\left| \frac{U}{I} \right| + \left| \frac{U}{I} \right| \right)$$

gdzie R – mierzona rezystancja, U – mierzona wartość spadku napięcia pomiędzy elektrodami U_1 oraz U_2 , I – natężenie prądu pomiędzy elektrodami I_1 oraz I_2 . [13,23].

Początkowa rezystancja powierzchniowa wytworzonej warstwy wynosi $0,2 \Omega/\text{kwadrat}$, co oznacza, że każdy kawałek badanej struktury w formie kwadratu ma rezystancję $0,2 \Omega$. Wyliczona konduktywność naniesionej struktury jest rzędu 25 MS/m .



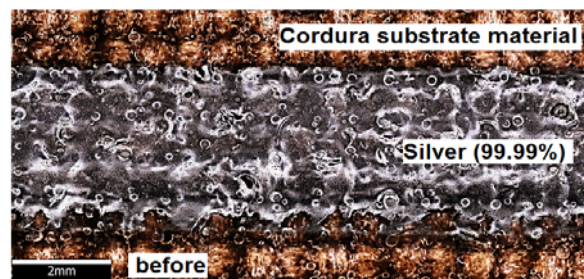
Rys. 7. Rezystancja względna cienkiej warstwy przewodzącej mierzona oraz względna długości odcinka pomiarowego w funkcji czasu, k_i - współczynniki jednostkowe wielomianu porządkujące jednostki

Próbki zostały poddane cyklicznego rozciąganiu. Początkowa długość próbki wynosiła $99,5 \text{ mm}$. Następnie zwiększano wartość siły rozciągającej w zakresie 5N - 50N , z prędkością o wartości 5mm/min . W procesie rozciągania rejestrowano online wartość rezystancji próbki. Przeprowadzono 7 cykli rozciągających do momentu gdy wartość rezystancji stanowiła 1100% wartości rezystancji początkowej. Względne zmiany rezystancji oraz zmiana długości odcinka pomiarowego w funkcji czasu działania naprężenia rozciągającego zostały przedstawione na rysunku 7.

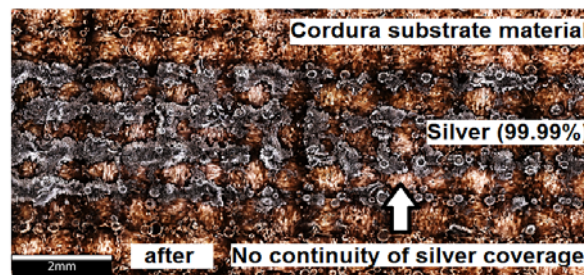
Wyniki eksperymentu

Analizie mikroskopowej zostały poddane próbki przed procesem rozciągania oraz po procesie.

a)



b)



Rys. 6. Obraz mikroskopowy warstwy srebrnej naniesionej na podłoże kompozytowe a) przed oraz b) po procesie rozciągania

Obrazy pozyskane w ten sposób zostały przedstawione na rysunku 6. Wierzchnia warstwa metaliczna naniesiona na Cordurę przed procesem odkształcania wykazuje ciągłość. Na zdjęciu 6a widoczne są pęcherze powietrza znajdujące się w folii poliuretanowej pod warstwą metaliczną. Zdjęcie próbki poddanej procesowi rozciągania zostało przedstawione na rys. 6b. Widoczne tu są nieciągłości warstwy metalicznej, ale również braki na większej powierzchni.

Największe wydłużenie podłoża miało miejsce po pierwszym cyklu rozciągającym. Kolejne wydłużenia powodowały średni wzrost długości próbki o $0,012\text{mm}$. Z przeprowadzonych pomiarów wynika liniowy trend zmiany wydłużenia próbki. Intensywność wydłużenia cienkiej warstwy srebrnej osadzonej na elastycznym podłożu kompozytowym typu Cordura wynosi $6 \cdot 10^{-4} \text{ mm/s}$.

Początkowe naprężenia nie wpływają znacząco na zmiany rezystancji wytworzonej struktury. Dwukrotny wzrost rezystancji obserwuje się dopiero po trzecim cyklu naprężeń próbki. Na uwagę zasługuje fakt, że wytworzone

struktury nie zostały w żaden sposób zabezpieczone przed wpływem obciążeń mechanicznych. Zgodnie z danymi literaturowymi, niepodparte warstwy cienkie wytrzymują naprężenia rzędu 1-2%. Otrzymane wyniki wskazują na znacznie większą odporność wytworzonych struktur metalicznych, wskazując na potencjalną możliwość zaimplementowania tak wykonanych warstw metalicznych w systemach tekstronicznych. W kolejnych badaniach celem określenia zmian jakie następują w wyniku deformacji mechanicznych w cienkich warstwach metalicznych planuje się wykorzystanie również innych dokładniejszych metod oceny jakości warstw jak np. optyczna tomografia koherentna [24].

Podsumowanie

Cienkie warstwy elektroprowadzące wytworzone w procesie fizycznego osadzania próżniowego pomimo braku zastosowania zabezpieczeń na powierzchni przed czynnikami destrukcyjnymi, wykazują dużą odporność na cykliczne deformacje mechaniczne. Przeprowadzone badania pokazują, że przy 3-krotnym cyklicznym rozciąganiu warstw o 5% struktura nie traci swoich właściwości elektroprowadzących. Znaczny wzrost rezystancji pojawia się po piątym wydłużeniu warstwy. Zważywszy na fakt, że warstwa ta jest niezabezpieczona i cienka (300 nm) jest to wynik pozytywny. Tak wykonane struktury mogą stanowić elastyczne podzespoły, do wykorzystania w wielu obszarach elektrotechniki, elektroniki elastycznej oraz tekstroniki.

Autorzy: dr inż. Ewa Korzeniewska, Politechnika Łódzka, Wydział Elektrotechniki, Elektroniki, Informatyki i Automatyki, Instytut Systemów Inżynierii Elektrycznej, ul. Stefanowskiego 18/22, 90-924 Łódź, e-mail: ewa.korzeniewska@p.lodz.pl;

dr inż. Jerzy Józwik, Politechnika Lubelska, Wydział Mechaniczny, Katedra Podstaw Inżynierii Produkcji, ul. Nadbystrzycka 36, 20-618 Lublin e-mail: j.jozwik@pollub.pl;

dr inż. Rafał Zawislak, Politechnika Łódzka, Wydział Elektrotechniki, Elektroniki, Informatyki i Automatyki, Instytut Automatyki, ul. Stefanowskiego 18/22, 90-924 Łódź, e-mail: rafal.zawislak@p.lodz.pl;

prof. dr hab. inż. Andrzej Krawczyk, Politechnika Częstochowska ul. Armii Krajowej 17 42-200 Częstochowa, e-mail: ankra.new@gmail.com;

dr inż. Joanna Michałowska, Instytut Nauk Technicznych i Lotnictwa, Państwowa Wyższa Szkoła Zawodowa w Chełmie ul. Pocztowa 54, 22-100 Chełm e-mail: jmichalowska@pwsz.chełm.pl

LITERATURA

- [1] Eichinger, G.F.; Baumann, K.; Martin, T.; Jones, M. Using a PCB Layout Tool to Create Embroidered Circuits. In Proceedings of the 11th IEEE International Symposium on Wearable Computers, Boston, MA, USA, 11–13 October 2007.
- [2] Linz, T.; Gourmelon, L.; Langereis, G. Contactless EMG sensors embroidered onto textile. In Proceedings of the 4th International Workshop on Wearable and Implantable Body Sensor Networks (BSN 2007), Berlin, Germany, 26–28 March 2007; pp. 29–34.
- [3] Chan, M.; Estève, D.; Fourniols, J.Y.; Escriba, C.; Campo, E. Smart wearable systems: Current status and future challenges. *Artif. Intell. Med.* 2012, 56, 137–156.
- [4] Stoppa, M.; Chiolerio, A. Wearable electronics and smart textiles: A critical review. *Sensors* 2014, 14, 11957–11992.
- [5] JaeHan, C.; Kim, Y.; Lee, K.; Chung, Y.C. Various wearable embroidery RFID tag antenna using electro-thread. In Proceedings of the 2008 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, San Diego, CA, USA, 5–11 July 2008.
- [6] Korzeniewska E., Duraj A., Krawczyk A. Identyfikacja of sensor dysfunctions of organism by e-fiber monitoring, in Polish Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review) 2013 vol. 89, No.12, pp. 123-127
- [7] Korzeniewska E., Duraj A., Koneczny C., Krawczyk A., Thin film electrodes as elements of telemedicine systems. *Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review)* 2015; vol. 91, no 1, pp. 162-165
- [8] Xuyuan Tao, Vladan Koncar, Tzu-Hao Huang, Chien-Lung Shen, , Ya-Chi Ko, Gwo-Tsuen Jou : How to Make Reliable, Washable, and Wearable Textronic Devices, *Sensors* 2017, 17, 673; doi:10.3390/s17040673
- [9] Wosiak A., Zakrzewska D.: On Integrating Clustering and Statistical Analysis for Supporting Cardiovascular Disease Diagnosis, Proceedings of the 2015 Federated Conference on Computer Science and Information Systems, FedCSIS 2015, Article number 2015F151, Pages 303-310
- [10] Wiak, S., Drzymala, P., Welfle, H.: Using ORACLE tools to generate multidimensional model in warehouse *Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review)* 2012; vol. 88, no 1A, pp. 257-262
- [11] Ziąja J; ZnO thin film deposition with pulsed magnetron sputtering; *Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review)* 2007; vol. 83, no 11, pp. 235-239
- [12] Stempień Z.; Kozicki M.; Pawlak R.; Korzeniewska E.; Owczarek G.; Poscik A.; Sajna D.; Ammonia gas sensors ink-jet printed on textile substrates Proceedings of IEEE Sensors article number 7808457 doi 10.1109/ICSENS.2016.7808457
- [13] Pawlak R., Korzeniewska E., Koneczny C., Hałas B., Properties of conductive structures produced by PVD method on a textile composite, *Autex Research Journal*, Vol. 17, No 3, September 2017, DOI: 10.1515/aut-2017-0015
- [14] Głowacz A., Głowacz Z. Głowacz, J. Kozik: Early fault diagnosis of bearing and stator faults of the single-phase induction motor using acoustic signals, *Measurement*, vol. 113, (2018) 1-9.
- [15] Głowacz A., Głowacz Z.; Diagnosis of stator faults of the single-phase induction motor using acoustic signals By: APPLIED ACOUSTICS, vol. 117 Part: A (2017) 20-27
- [16] Jozwik, J; Czarnowski M.: Angular positioning accuracy of rotary table and repeatability of five-axis machining centre DMU 65 MonoBlock. *Advances in Science and Technology - Research Journal*, Vol. 9 Issue: 28 (2015) 89-95
- [17] Jozwik J. Semotiuk L. Kuric I.: Diagnostic of CNC lathe with QC 20 Ballbar system *Advances in Science and Technology - Research Journal*, Vol. 9 Issue: 28 (2015) 96-102
- [18] Mika D., Jozwik J.: Normative measurements of noise at CNC machines work stations. *Advances in Science and Technology - Research Journal*, Vol. 10 Issue: 30 (2016) 138-143
- [19] Feldshtein, E. Jozwik, J; Legutko, S: The influence of the conditions of emulsion mist formation on the surface roughness of AISI 1045 steel after finish turning. *Advances in Science and Technology - Research Journal*, vol. 10, Issue: 30 (2016) 144-149
- [20] Krolczyk G.M., Nieslony P., Krolczyk J.B., Samardzic I., Legutko S., Hloch S., Barrans S., Maruda R.W.; Influence of argon pollution on the weld Surface Morphology, *Measurement*, vol. 70 (2015) 203 – 213
- [21] Nieslony P., Krolczyk G.M., Zak K., Maruda R.W., Legutko S.; Comparative assessment of the mechanical and electromagnetic surfaces of explosively clad Ti-steel plates after drilling process, *Precision Engineering*, vol. 47 (2017) 104 - 110
- [22] Kasprzyk L., Bednarek K.; Elektromagnetyzm a zagadnienia gromadzenia energii *Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review)* 2014; vol. 90, no 12, pp. 221-224 doi:10.12915/pe.2014.12.55
- [23] Korzeniewska E., Jakubas A., Measurement of surface resistance of thin layers of different shapes produced on flexible substrates, in Polish *Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review)* 2014 vol.90, no. 12, Pages 233-236
- [24] Gocławski J., Sekulska-Nalewajko J, Korzeniewska E., Piekarska A.; The use of optical coherence tomography for the evaluation of textural changes of grapes exposed to pulsed electric field, *Computers and Electronics in Agriculture* 142 (2017) 29–40