

СЕНСОРЫ МИКРОВОЛАЖНОСТИ ТЕХНИЧЕСКИХ ГАЗОВЫХ СРЕД



Контроль и регулирование содержания влаги в различных объектах промышленности – задача, которая успешно решается с помощью сорбционно-емкостных сенсоров микровлажности, изготовленных с применением технологий микроэлектроники, и приборов на их основе. Многофункциональность и универсальность этих приборов, простота и надежность в эксплуатации позволяют использовать их для измерения микровлажности в диапазоне -80...0°C по точке росы неагрессивных технологических газов (азот, аргон, гелий, кислород, водород и др.). Они широко применяются в химической, нефтегазовой промышленности, в микроэлектронике, на объектах электроэнергетики и атомных электростанциях.

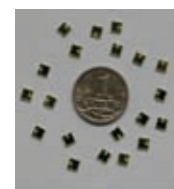
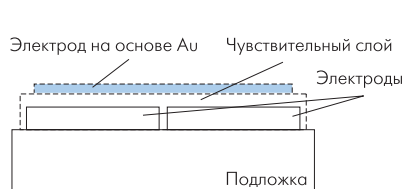
Определение содержания влаги, и особенно ее низких концентраций (менее 1000 ppm), в газообразных и жидких средах, широко используемых в микроэлектронике, металлургии, энергетике, прецизионной химии и других отраслях, – важная практическая задача. В зависимости от типа технологического процесса требования к уровню содержания влаги в среде, а значит и к чувствительности и диапазону измерений первичного преобразователя влажности – сенсора, различаются. Например, при автоэпитаксии кремния присутствие в технологической парогазовой смеси даже микроколичеств (около 1 ppm) влаги и других кислородсодержащих примесей вызывает рост дефектного поликристаллического слоя кремния [1]. К невоспроизводимости результатов приводит присутствие паров воды в процессах вакуумно-плазменного травления [2]. Содержание влаги внутри корпусов интегральных схем не должно превышать 500 ppm, а на операциях сборки микросхем – 50 ppm [3]. Такие же жесткие требования к содержанию влаги в технологических средах характерны и для других отраслей промышленности. Так, в нефтехимической и химической промышленности часто возникает необходимость определить концентрацию влаги в ароматических углеводородах –

С. Крутоверцев, к.т.н., А.Тарасова, М. Чуприн,
О. Иванова, к.х.н., А. Борисов, к.т.н.
e-mail: eksis@eksis.ru

ее уровень не должен превышать 10^{-4} – 10^{-5} % вес. Показатель влажности важен и в технологических помещениях, поскольку он влияет на качество выпускаемой продукции.

Сегодня для определения содержания микровлажности различных сред широко применяют импедансные сенсоры. Их преимуществом является высокая чувствительность (в некоторых случаях нижний предел обнаружения составляет единицы частиц на миллиард), простота изготовления (используются отработанные методы тонко- и толсто пленочной технологии), небольшие размеры. Принцип действия импедансных сенсоров основан на зависимости импеданса (либо одной из его составляющих – емкости или сопротивления) распознающего элемента сенсора от природы и количества адсорбата на его поверхности или в объеме. При этом в качестве аналитического сигнала рассматривают изменение либо действительной части импеданса (резистивные сенсоры), либо комплексной его части, либо зависимость импеданса от частоты (емкостные сенсоры). Для измерения малых концентраций влаги лучше всего подходят сорбционные сенсоры, основанные на пьезосорбционном и сорбционно-импедансном методах. Возможность изготовления сенсоров средствами технологии микроэлектроники также можно отнести к их преимуществам.

Основным элементом сенсора (независимо от способа преобразования и регистрации сигнала) является слой вещества, способный в условиях измерений при контакте с исследуемой средой обратимо сорбировать пары воды. Обычно для этих целей используют пленки полимеров (полиимид) [4] или высоко-



а)

б)

Рис. 1. Структура емкостного сенсора для определения микровлажности в газовой среде (а); внешний вид сенсоров микровлажности (б)



пористых неорганических оксидов (SiO_x , TiO_x и т.п.) [5]. Структура и внешний вид сенсора для измерения микровлажности и относительной влажности приведены на рис.1.

Очевидно, что чем больше величина удельной поверхности материала, на основе которого формируется пленка, тем выше эффективность сенсора. Оптимальное техническое решение – использование пористых и мезопористых материалов. Однако применение таких материалов позволяет не только повысить чувствительность, но и приводит к появлению гистерезиса на изотерме адсорбции, и тем самым – к большей погрешности измерений. Поэтому при разработке и изготовлении сенсоров особое внимание нужно уделять условиям, в которых формируется чувствительный слой. За счет специальной технологии термообработки сенсора величину гистерезиса удалось снизить до 2%. Формирование верхнего электрода сенсора в виде нанопористой структуры с заданным размером пор позволяет достичь необходимого уровня селективности и исключить при этом адсорбцию мешающих компонентов на чувствительном слое.

В качестве материала подложки для чувствительного элемента сенсора микровлажности используют ситалл или поликор (см. рис.1). На поверхности подложки методами тонкопленочной технологии формируют систему электродов (2,3) на основе никеля с подслоем ванадия толщиной 0,2–0,3 мкм. Методом гидролитической поликонденсации из растворов на поверхность электродов наносится пленка сорбента – нанопористого оксида кремния SiO_x (4). Затем на слое диэлектрика формируют наноразмерную пленку золота, которая выполняет функцию второго электрода. Контакты располагают только на нижнем электроде, что делает конструкцию сенсора более надежной. Оптимальная толщина пленки золота обеспечивает селективную проницаемость для молекул воды, обусловленную структурой пленки и наличием в ней пор, которые по размерам сопоставимы с размерами определяемого компонента. Зависимость емкости

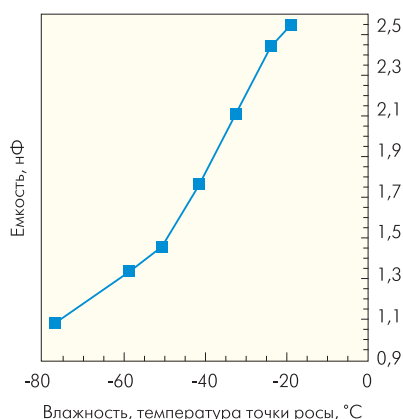


Рис.2. Типичная зависимость емкости чувствительного слоя сенсора микровлажности от содержания влаги в воздухе

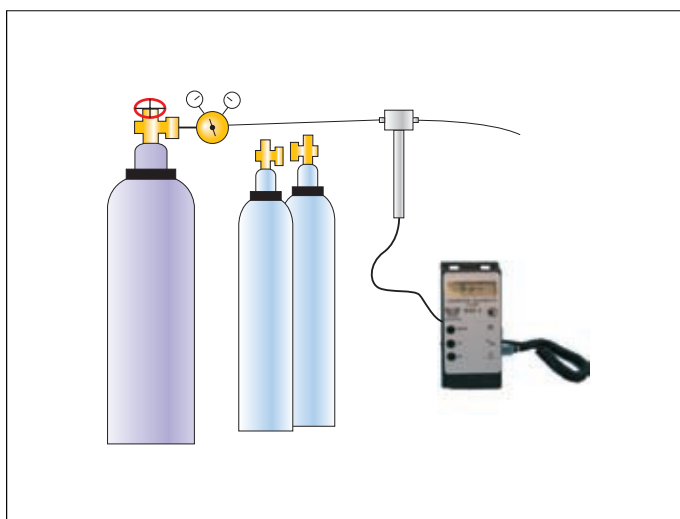


Рис.3. Портативный измеритель микровлажности газов ИВГ-1 КП

чувствительного слоя сенсора от влажности, выраженной в температуре точки росы, представлена на рис.2.

Чувствительность сенсора (15–35 пФ/°C точки росы) делает его пригодным для измерения влажности особо чистых газов (азот, аргон, кислород, водород), используемых в технологии микроэлектроники, а также активных газов (содержащих синглетный кислород, хлор, йод, аммиак) при содержании влаги до -80°C по точке росы.

Постоянная времени сенсоров микровлажности составляет 10–180 с (в зависимости от уровня измеряемой микровлажности). Гистерезис сенсоров в области "высокой" влажности (от 10 до 20°C точки росы) не превышает 2%. Уход показаний сенсора после постоянной работы в течение года – не более 2% от первоначального значения.

На основе разработанных сенсоров выпускаются портативные и стационарные приборы измерения влажности газов, а также многоканальные автоматизированные контрольно-измерительные системы. Сенсоры влажности, как правило, применяются вместе с сенсорами температуры. Это обеспечивает высокую точность измерений, а также позволяет производить пересчет единиц измерения влажности (% , ppm , $^{\circ}\text{C}_{\text{тр}}$ и др.) и получать значения абсолютной и относительной влажности. Поэтому во всех выпускаемых приборах для определения влажности имеется дополнительный канал измерения температуры.

Портативный измеритель микровлажности газов (рис.3) предназначен для оперативного контроля микровлажности неагрессивных технологических газов (азот, аргон, воздух, гелий, кислород, водород и др.). Используется для измерения микровлажности (в диапазоне $-80...0^\circ\text{C}$ по точке росы) и температуры газов в различных магистралях и газовых баллонах. Блок измерения и индикации соединен с выносным зондом при помощи гибкого кабеля с разъемом. Корпус зонда выполнен в виде "проточной камеры" с выходными штуцерами (M8×1, M16×1,5, с резьбой для гермообъемов). В корпусе выносного зонда размещается микропроцессорная схема

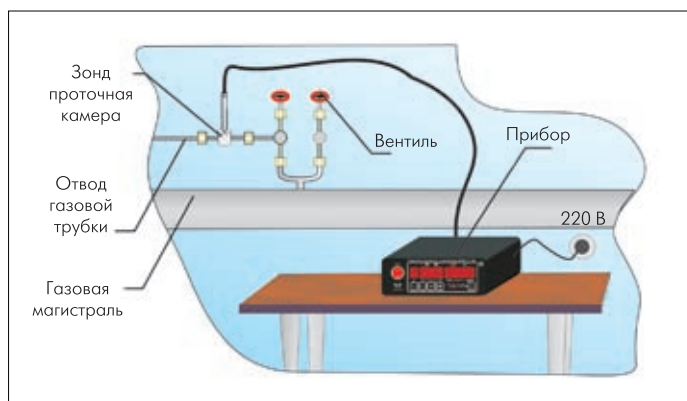


Рис.4. Одноканальный сетевой измеритель микровлажности газов ИВГ-1-МК-С

обработки сигнала от сенсоров влажности и температуры и его преобразования в цифровой код. Конструктивное исполнение зонда может меняться в зависимости от решаемых задач. Питание прибора осуществляется от встроенной батареи или внешнего адаптера, включенного в сеть 220 В.

Достоинства прибора:

- реализация принципа "Plug & Play" обеспечивает взаимозаменяемость зондов;
- к прибору можно подключить любой совместимый зонд, при этом результаты измерений будут корректными; с одним прибором можно использовать несколько зондов различной конфигурации;
- предусмотрен автоматический пересчет единиц микровлажности во всем диапазоне рабочих температур;
- существует возможность установки порогов сигнализации;
- связь с компьютером осуществляется по интерфейсу RS-232;
- влияние температуры на измерение микровлажности учитывается методом нейронных сетей.

Одноканальные сетевые измерители микровлажности газов (рис.4) служат для измерения микровлажности (в диапазоне $-80...0^{\circ}\text{C}$ по точке росы) неагрессивных технологических газов (азот, аргон, гелий, кислород, водород, их смеси и др.) в различных магистралях и газовых баллонах. Приборы просты в настройке. Производятся две модели: ИВГ-1-МК-С-М – щитовая с малыми габаритными размерами и ИВГ-1-МК-МС – с подогревом чувствительного элемента. Вторая модель предназначена для природного газа, в который добавлен осушающий реагент этиленгликоль.

Достоинства приборов:

- обеспечивается высокая точность измерений микровлажности газа во всем рабочем диапазоне;
- зонд может быть удален от измерительного блока прибора на расстояние до 1000 м без ухудшения метрологических характеристик;
- приборы позволяют в автономном режиме накапливать информацию по измеряемым параметрам с привязкой к реальному времени;

- предусмотрена возможность установки пользователем порогов, при превышении которых подаются световой и звуковой сигналы;
- имеется аналоговый выход по каналу измерения микровлажности (ИВГ-1МК-С);
- предусмотрен автоматический пересчет единиц влажности во всем диапазоне рабочих температур;
- в приборах реализован пересчет показаний микровлажности в зависимости от давления анализируемого газа;
- приборы связаны с компьютером по интерфейсу RS-232 или RS-485;
- существует возможность объединения нескольких приборов в измерительную сеть.

Многоканальный (от двух до восьми каналов) сетевой измеритель микровлажности газов (рис.5) предназначен для измерения микровлажности неагрессивных технологических газов (азот, аргон, гелий, кислород, водород и др.).

Существуют две модели прибора: модель ИВГ-1/8 Р-МК с блоком регулирования и модель ИВГ-1/8 МК-МС с подогревом элемента для природного газа, в который добавлен осушающий реагент этиленгликоль.

Достоинства приборов:

- можно накапливать и протоколировать результаты измерений;
- предусмотрен автоматический пересчет единиц влажности во всем диапазоне рабочих температур;
- прибор имеет связь с компьютером по интерфейсам RS-232 или RS-485;
- влияние температуры на измерения влажности учитывается методом нейронных сетей;

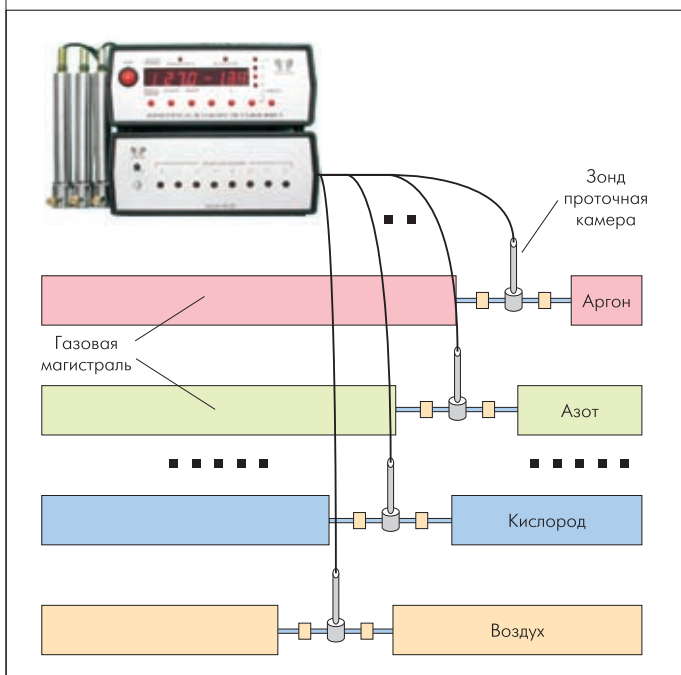


Рис.5. Восемьканальный сетевой измеритель микровлажности газов ИВГ-1/8 Р-МК и схема его подключения



- есть возможность пересчета значений влажности в зависимости от давления;
- в каждом из восьми каналов предусмотрена функция установки пользователем порогов, при превышении которых подаются световой и звуковой сигналы и вырабатывается сигнал управления. Прибор способен управлять 32 линиями, которые пользователь назначает сам;
- имеется встроенный аналоговый выход по всем каналам;
- измерительные зонды можно удалять от блока управления на расстояние до 1000 м.

Описанные приборы отвечают всем требованиям по подключению в общую измерительную сеть. В ее состав могут объединяться сетевые многоканальные приборы, портативные одноканальные приборы, собственно преобразователи (датчики). Приборы серии ИВГ зарегистрированы в Государственном реестре средств измерений под №15501-07 и допущены к применению в РФ в качестве измерительных средств. Многофункциональность и универсальность контрольно-измерительных приборов, простота и надежность в эксплуатации позволяют применять их для измерения микровлажности (в диапазоне -80...0°C по точ-

ке росы) неагрессивных технологических газов (азот, аргон, гелий, кислород, водород, их смеси и др.) в различных магистралях и газовых баллонах. Они широко применяются в химической, нефтегазовой промышленности, в микроэлектронике, на объектах электроэнергетики и атомных электростанциях. Описанные в статье сенсоры и приборы разработаны и производятся на предприятиях ЗАО "Экологические сенсоры и системы" ("ЭКСИС") и ОАО "Практик-НЦ".

ЛИТЕРАТУРА

1. Чистяков Ю.Д., Райнова Ю.П. Физико-химические основы технологии микроэлектроники. – М.: Металлургия, 1979. – 408 с.
2. Duval P. – Solid State Technology, 1982, vol.25, № 8, p. 110–116; № 9, p. 124–130.
3. Strohle D. – 15-th Ann. Proc. Reliability Phys. Conf., 1977, p. 101–106.
4. Ingram J.M., Greb M., Nicholson J.A., Fountain A.W. – III, Sens. and Actuators, B 96, 2003, p. 63–65.
5. Neri G., Bonavita A., Galvagno S., Donato N., Caddemi A. – Sens. and Actuators, B 111-112, 2005, p. 71–77.