

2003, том 39, № 2

ФОТОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ СРЕДЫ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ

УДК 539.231 + 681.5

В. П. Бессмельцев, Л. В. Выдрин, Н. В. Голошевский, М. В. Максимов

(Новосибирск)

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА НАНЕСЕНИЯ ТОНКИХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК

Разработана автоматизированная система нанесения полимерных пленок композиций с вязкостью 10–500 сСт на стеклянные подложки для лабораторного применения. Показано, что используемый метод получения пленок при помощи перемещаемого с постоянной скоростью разравнивающего ножа со следящим зазором позволяет наносить слои толщиной 10–100 мкм с точностью 1 мкм. Приводятся экспериментальные результаты.

Введение. Для исследований основных характеристик фотографических материалов, таких, как чувствительность, разрешающая способность и других, необходимы полимерные пленки калиброванной толщины на различных носителях. Особо жесткие требования к точности толщины фоточувствительного полимерного слоя предъявляются при изготовлении материалов для регистрации голограмм, а именно необходимо обеспечить формирование слоя полимера толщиной 10–100 мкм с точностью 1 мкм.

Основные методы и аппараты для получения тонких слоев полимерных материалов [1] технологически ориентированы на массовое производство и практически непригодны для проведения исследовательских работ в лабораторных условиях, поскольку предназначены для нанесения полимеров с точно определенными физическими свойствами: плотностью, вязкостью, скоростью высыхания. В то же время при разработке новых композиций могут испытываться растворы полимеров с вязкостью от единиц до тысяч сантистокс с различными растворителями в широком диапазоне времени высыхания. При этом площадь необходимых образцов одного вида материалов может составлять всего несколько квадратных сантиметров.

Методы получения полимерных пленок. В лабораторных условиях нашли применение несколько методов формирования полимерных пленок. Для получения тонких слоев используются горизонтальные центрифуги, в которых выравнивание слоя жидкой композиции, нанесенной на поверх-

ность подложки, происходит под действием центробежных сил. Однако применение центрифуги позволяет создавать слои толщиной менее 3 микрон [2]. При изготовлении толстых полимерных слоев (100 мкм и более) используется метод однократного полива, суть которого сводится к выливанию на наклонную подложку определенного количества жидкой композиции из мерного объема. Выравнивание толщины происходит под действием сил тяжести и поверхностного натяжения [3]. Для изготовления слоев толщиной 10–200 мкм на поверхности размером более чем 10 × 10 мм применяется метод принудительного выравнивания композиции при помощи перемещаемых отжимных приспособлений в виде разравнивающих ножей с заданным зазором между ножом и подложкой [4]. При выравнивании полимерной композиции одного сорта ножом с жестко заданным зазором может быть получен слой всего лишь одной толщины, поэтому необходимо создавать большой набор ножей с разными зазорами. Толщина наносимого слоя зависит не только от зазора, но также и от вязкости раствора полимера, скорости высыхания и скорости перемещения ножа. При малых скоростях перемещения ножа на толщину формируемого слоя будет влиять эффект выравнивания уровней жидкости до зазора и после него в соответствии с законом Паскаля. Величина этого эффекта зависит от вязкости, скорости перемещения ножа и формы зазора. В соответствии с [5] при скоростях движения более некоторой критической величины, зависящей также от плотности и вязкости композиции, возникают вихревые процессы, неконтролируемым образом влияющие на толщину наносимого слоя. Процесс высыхания также меняет вязкость раствора (например, вязкость полимерных композиций с растворителем на формалиновой основе при толщине слоя до 30 мкм может измениться за 1 с более чем в 2 раза), поэтому при времени нанесения, сравнимом с временем высыхания, необходимо учитывать и этот эффект.

В большинстве случаев в лабораторных условиях нанесение полимеров на подложку методом разравнивания ножом с калиброванным зазором производится вручную. Следовательно, трудно обеспечить точность и равномерность скорости перемещения разравнивающего ножа, а значит, достичь необходимой толщины и ее воспроизводимости. Поэтому для улучшения воспроизводимости разработаны приборы с равномерным перемещением ножа [6]. В работе [7] описываются методы задания толщины наносимых покрытий с изменяемым зазором между разравнивающим ножом и подложкой, где зазор определяется расстоянием, на которое было опущено лезвие ножа относительно начальной координаты. Однако при подобной регулировке зазора не учитываются такие параметры, как непараллельность лезвия разравнивающего ножа и поверхности подложки и кривизна поверхности подложки, на которую наносится раствор. Это приводит к возникновению несоответствия заданной толщины наносимого слоя вещества фактической, а также ее неравномерности.

Система нанесения полимеров с регулируемыми параметрами. Для многих исследовательских задач удобно использовать образцы пленок полимеров, нанесенных на стеклянные подложки стандартных размеров. При этом диапазон вязкости большинства основных фоточувствительных полимерных композиций, применяемых для записи голограмм, лежит в пределах 10–500 сСт. Так как при высыхании происходит усушка композиции в 2–10 раз (ее величина зависит от химического состава композиции и процентного содержания в ней растворителя), то при стабильном значении коэф-

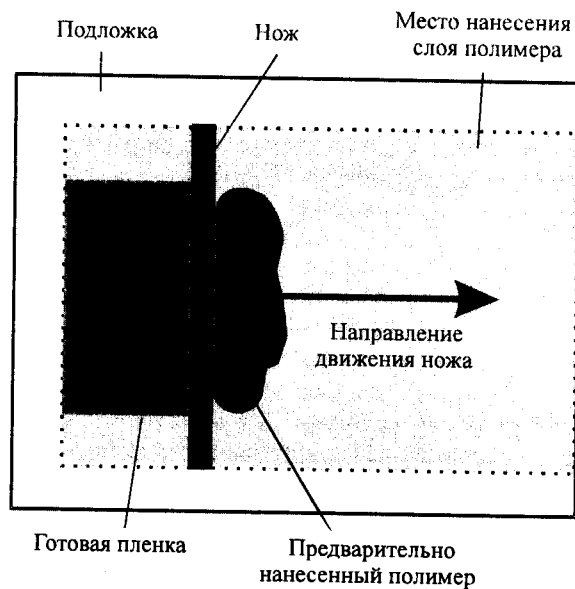


Рис. 1. Схема работы системы с разравнивающим ножом

фициента усушки K_y и точности нанесения жидкого слоя композиции 1 мкм можно получать слои сухого полимера с точностью $1 \text{ мкм}/K_y$. Для получения жидкого слоя равной толщины на твердой подложке за основу взят метод принудительного выравнивания полимерной пленки при помощи разравнивающего ножа (рис. 1).

Для создания экспериментальных образцов фоточувствительных материалов разработана автоматизированная система нанесения жидких слоев полимерной композиции толщиной $1-100 \text{ мкм}$. В такой системе разравнивающий нож выполнен в виде сменного блока с управляемым зазором, калибруемым относительно поверхности подложки, а механизм перемещения ножа автоматически устанавливает его так, чтобы лезвие ножа было параллельно плоскости подложки и отслеживало ее продольные неровности. Для воспроизводимости толщины пленок процесс движения лезвия полностью автоматизирован. Поскольку многие композиции имеют высокую чувствительность к излучению видимого диапазона длин волн, а значит, процесс нанесения должен происходить в защищенном от внешней засветки помещении, в системе предусмотрены датчики и механизмы, контролирующие процесс установки подложек, съема и сушки полученных образцов, и аппаратные узлы для предварительного дозированного нанесения полимера на подложку. Структурная схема системы нанесения полимерных пленок калиброванной толщины представлена на рис. 2. Система состоит из блока формирования полимерной пленки, блока установки зазора ножа, набора разравнивающих ножей для подложек разной ширины, набора специальных столиков для установки стеклянных подложек, камер сушки, блока и панели управления.

Блок формирования полимерной пленки содержит подвижную каретку с элементами крепления сменной емкости-дозатора, узел крепления ножа, на который устанавливаются разравнивающие ножи с калиброванным зазором.

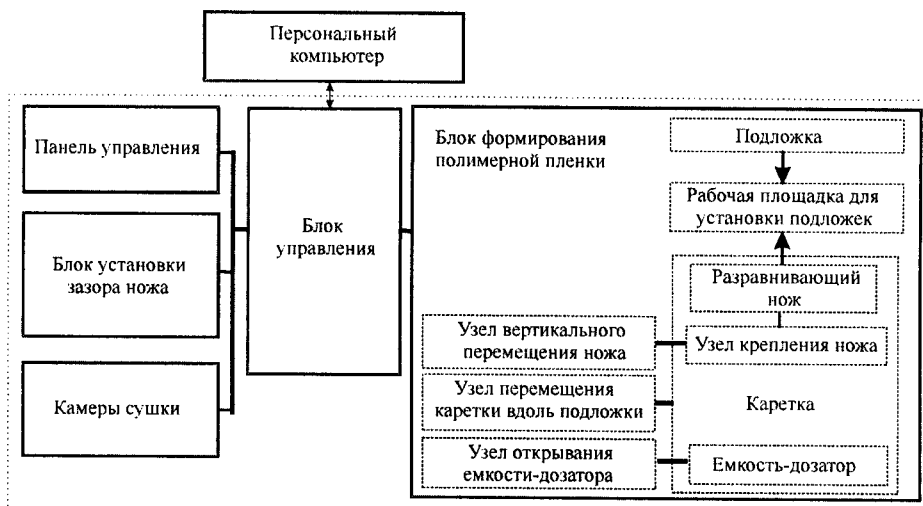


Рис. 2. Структурная схема системы нанесения полимерной композиции

Каретка перемещается ходовым винтом по направляющим (одной из которых является сам ходовой винт). Узел вертикального перемещения ножа с приводом от шагового двигателя (ШД) обеспечивает контролируемый подъем и опускание ножа на подложку. Узел открывания емкости-дозатора также приводится в действие шаговым двигателем и позволяет программно варьировать количество предварительно наносимого на подложку полимера. Столики для крепления подложек имеют рабочую поверхность с неплоскостностью не более 2 мкм и направляющие для их быстрой установки и съема.

Наносимые композиции могут существенно различаться по плотности, вязкости, а в зависимости от концентрации полимера и по динамическим свойствам (некоторые композиции ведут себя как обычная ньютоновская жидкость, другие соответствуют вязко-упругим материалам). Поэтому зависимость сопротивления движению ножа, разравнивающего полимер, от скорости его движения нелинейна, и использование для перемещения ножа двигателя постоянного тока (в том числе и моментного) требует создания сложной системы автоматического регулирования с обратной связью, обеспечивающей движение с постоянной скоростью. Так как узел перемещения каретки должен обеспечивать высокую стабильность, точность скорости перемещения ножа (не хуже 1 %) и большой диапазон скоростей нанесения композиции (0–100 мм/с) при различных значениях вязкости, то для упрощения конструкции и обеспечения точной средней скорости перемещения лезвия нами выбран вариант привода на основе ШД. Точность и стабильность средней скорости привода на основе ШД определяются частотой подачи управляющих импульсных напряжений на обмотки двигателя и не зависят от свойств нагрузки (за исключением специальных случаев), поэтому легко могут быть доведены до значений, соответствующих параметрам кварцевых генераторов частоты. Изменение мгновенной скорости перемещения лезвия за счет прерывистого характера движения шагового привода на скоростях 100–3000 шагов в секунду, на наш взгляд, не оказывает существенного влияния на толщину слоя, во-первых, потому, что вязкая полимерная жидкость является

демпфирующей средой для привода и соответственно мгновенная скорость перемещения не превышает максимально возможной для данной конструкции (150 мм/с), во-вторых, амплитуда продольных колебаний лезвия ножа после перемещения на 1 шаг составляет менее 1/10 шага [8]. Кроме того, минимальный шаг продольного перемещения лезвия выбран равным 12,5 мкм, что примерно соответствует минимальной толщине наносимого слоя.

Три камеры сушки, в каждую из которых может быть помещена подложка либо подложка вместе со столиком, позволяют реализовать требуемый режим просушивания слоя полимерной композиции, для чего имеют входы для поступления газовой смеси и паров растворителя. Для контроля времени просушивания камеры имеют датчики, срабатывающие при установке подложки в камеру. Камеры выполнены герметичными во избежание утечки растворителя или газовой смеси.

Работа системы происходит следующим образом. В память контроллера блока загружаются параметры эксперимента: зазор разравнивающего ножа, скорость разравнивания, время, на которое открывается емкость-дозатор, площадь зоны нанесения полимера, время сушки полученного образца. Разравнивающий нож фиксируется в блоке установки зазора ножа вручную, автоматически выполняются калибровка и установка зазора, после чего нож с калиброванным зазором крепится на каретку. Емкость-дозатор управляется полимерной композицией и закрепляется на каретку. Столик с закрепленной на нем подложкой устанавливается на рабочую площадку.

Нанесение пленки выполняется в автоматическом режиме. Нож с помощью узла вертикального перемещения поднимается в крайнее верхнее положение, определяемое по датчику положения ножа, после этого каретка с ножом в соответствии с заданными параметрами перемещается в зону нанесения композиции, и нож опускается на подложку. На заданное время открывается емкость-дозатор. Производится разгон каретки до требуемой скорости, далее каретка движется с постоянной скоростью до конца зоны нанесения слоя. Нож поднимается после перемещения на заданное расстояние. Образец с нанесенным слоем вручную помещается в камеру сушки. В момент закрытия дверцы камеры включается программный таймер, определяющий время сушки.

Для удобства работы в автономном режиме в затемненном помещении система содержит блок управления (рис. 3), выполненный на основе 8-разрядного микроконтроллера Atmel 89S8252.

Программа управления системой записана в перепрограммируемую память (Flash-ПЗУ) микроконтроллера, которая может быть легко перепрограммирована через последовательный интерфейс SPI. Это позволяет изучать и подбирать методики нанесения пленок, изменяя алгоритмы разгона, торможения и перемещения ножа, и при необходимости быстро адаптировать алгоритм работы устройства для конкретной задачи. Загрузка параметров производится по стандартному последовательному каналу RS232C во внутреннюю оперативную память микроконтроллера.

С микроконтроллером связаны при помощи последовательных портов ввода-вывода драйверы шаговых двигателей исполнительных механизмов и бинарные технологические датчики, а также драйверы жидкокристаллического индикатора (ЖКИ) и клавиатуры и контроллер последовательного интерфейса RS232C для связи с ПК. Блок управления позволяет выполнять самотестирование основных узлов системы; выбор режима работы (установка зазора ножа, нанесение пленки, загрузка параметров работы с ПК); управле-

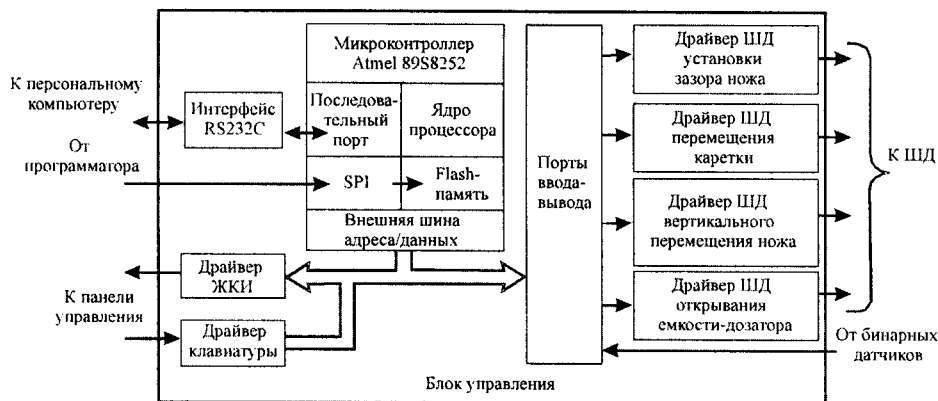


Рис. 3. Структурная схема блока управления системой

ние драйверами двигателя установки зазора ножа, шаговых двигателей перемещения каретки, вертикального перемещения ножа и открывания емкости-дозатора; управление ЖКИ и клавиатурой системы; опрос технологических датчиков, обмен данными с ПК.

Применение датчиков идентификации ножа, наличия и идентификации подложки позволяет избежать таких ошибок в процессе эксплуатации, как запуск системы без ножа либо подложки или установка ножа, размер которого не соответствует размеру подложки.

Для управления системой с персонального компьютера разработано приложение под операционную систему Windows. Его пользовательский интерфейс выполнен в виде диалогового окна с несколькими элементами управления (рис. 4).

В диалоговом окне элементы управления условно разделены по функциональному назначению следующим образом:

- общее управление устройством и контроль его состояния,
- контроль процесса сушки,
- управление последовательным COM-портом.

Элемент «Device Status» отображает состояния устройства, которые можно условно разделить на следующие подгруппы: сообщения об ошибках в системе, сообщения об операции, выполняемой в данный момент, сообщения о необходимости выполнения оператором определенных действий.

Элементы управления блока «Device control» предназначены: для ввода значений скорости нанесения покрытия, зазора ножа, начала области покрытия подложки; для определения времени, в течение которого емкость с полимером будет открыта.

Время сушки подложек определяется значениями, записанными в элементе «Drying Time» (блок «Drying control») для каждой из трех камер сушки.

Программа функционирует следующим образом. Приложение посылает системе запрос о текущем состоянии, анализирует полученные данные и в зависимости от них выводит сообщение в поле статуса, а также, учитывая необходимость работы с прибором в темноте, дублирует визуальные сообщения о текущем состоянии системы и выполняемых действиях в форме звуковых сообщений.

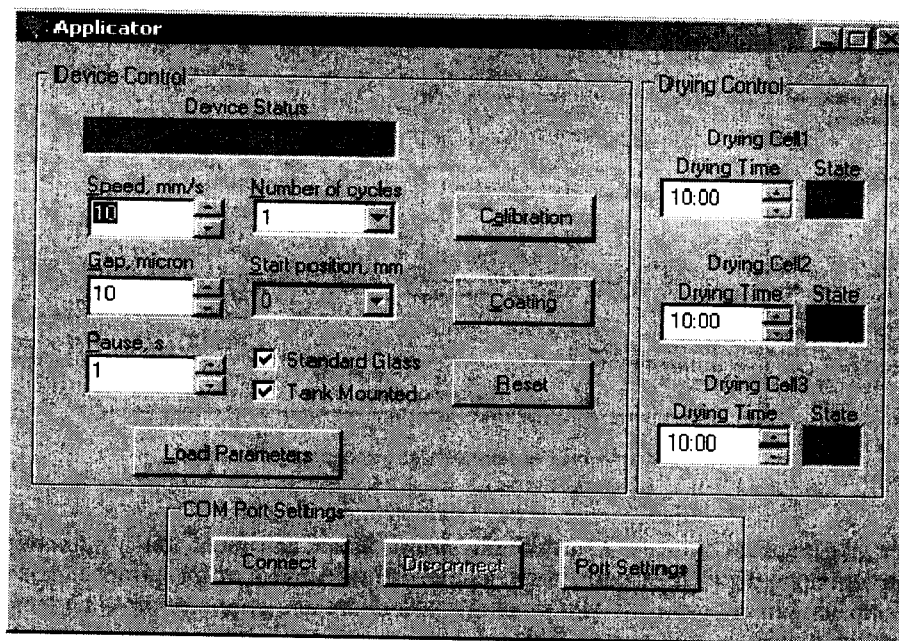


Рис. 4. Основное диалоговое окно приложения

Экспериментальные результаты. Для проверки точности нанесения и воспроизводимости толщины пленок, полученных при помощи созданной системы, проведен ряд экспериментов по нанесению тонких полимерных пленок на стеклянные пластины с использованием предоставленных Новосибирским институтом органической химии СО РАН тестовых материалов. При этом использовались следующие материалы: 5 и 10 % поливинилацетата (ПВА) в CHCl_3 с вязкостью 84 и 1200 сСт, 15 и 30 % полиметилметакрилата (ПММА) в дихлорэтано с вязкостью 3 и 170 сСт. Результаты измерений толщины высушенных пленок, полученных нанесением раствора ПММА в дихлорэтано с кинематической вязкостью 170 сСт со скоростью 1 мм/с на стеклянные подложки размером 25,1 × 37,7 мм, приведены в таблице и на рис. 5.

Результаты серий измерений толщины сухого полимера

Номер эксперимента	Зазор разравнивающего ножа, мкм	Толщина, мкм
A30	30	2
A31	30	2
A32	30	2
A33	40	3
A33	40	3
A33	40	3

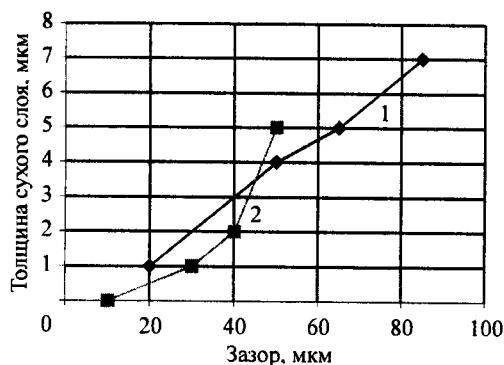


Рис. 5. Зависимость толщины сухого слоя полимера от зазора между ножом и подложкой

Видно, что метод обеспечивает требуемую воспроизводимость толщины слоя.

Из рис. 5 видно, что при скорости движения ножа 20 мм/с зависимость толщины слоя от зазора достаточно линейна (кривая 1), при скорости 15 мм/с появляется отклонение от прямой (кривая 2). По-видимому, этот эффект связан с высокой текучестью использованной полимерной композиции, эффект выравнивания уровней жидкости до зазора и после него (при зазоре более 40 мкм) на этой скорости значительно возрастает.

Основные технические характеристики системы.

1. Диапазон вязкостей полимерных композиций от 10 до 500 сСт.
2. Параметры применяемых стеклянных подложек:
 - толщина от 1 до 3 мм,
 - размеры 89 × 119; 75,6 × 75,6; 63,0 × 63,0; 25,1 × 75,6 мм.
3. Характеристики наносимого слоя полимерной композиции:
 - толщина от 10 до 100 мкм,
 - шаг регулировки толщины 1 мкм,
 - волнистость (локальная клиновидность) не более ±10 угл. мин,
 - слой полимера располагается в центральной части подложки, края подложки остаются свободными от полимера.
4. Скорость нанесения слоя от 1 до 25 мм/с, точность поддержания скорости 1 %.
5. Нанесение слоя полимера и его сушка должны проводиться в темноте, т. е. при закрытых кожухах.

Авторы выражают благодарность В. В. Шелковникову за полезные обсуждения и предоставленные экспериментальные образцы полимеров.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Авиллов Г. В. Органическая электрографическая пленка. М.: Искусство, 1985.
2. Лабутин Р. А., Лихов С. И., Котов В. А. Аппаратура и приборы для нанесения и испытания лакокрасочных покрытий. М.: Химия, 1973.
3. Михайлов В. Я. Производство фотопластинок. М.: Гизлегпром, 1934.

4. **Шустов В. А.** Лабораторные и производственные методы нанесения фотоэмульсии на твердую подложку: Науч. тр. М.: Госниихимфотопроект. 1978. Вып. 26. С. 166.
5. **Ландау Л. Д., Лившиц Е. М.** Теоретическая физика. Гидродинамика. М.: Физматлит, 2001. Т. IV.
6. **Пат. 10000408 Япония.** Coating apparatus. Оpubл. 06.01.1998.
7. **Пат. 06170298 Япония.** Method and device for adjusting height position of doctor blade. Оpubл. 21.06.1994.
8. **Кенио Т.** Шаговые двигатели и их микропроцессорные системы управления. М.: Энергоатомиздат, 1987.

*Институт автоматизации и электрометрии СО РАН,
E-mail: bessmelt@iae.nsk.su*

*Поступила в редакцию
26 февраля 2003 г.*

Подписка на наш журнал – залог Вашего успеха!