

## NEUARTIGE PVDF-DÜNNSCHICHTWANDLER FÜR ULTRASCHALLMESSUNGEN IM GHz-BEREICH

A. Ambrosy, K. Holdik u. W. Eisenmenger  
Physikalisches Institut Teil 1, Stuttgart

### 1 Einleitung

Ultraschall wird häufig piezoelektrisch mit dünnen einkristallinen Plättchen (z.B. Quarz) oder aufgedampften bzw. gesputterten Schichten (z.B. CdS ZnO) erzeugt. Nachteile sind aber die Orientierung und die Bondprobleme sowie der große Zeitaufwand und die komplizierte Technologie. Wegen seines hohen Piezoeffekts /1/ wird auch das Polymer Polyvinylidenfluorid (PVDF) als Ultraschallwandler benützt /2,3,4/. Bisher war es jedoch nicht möglich PVDF-Wandler im GHz-Bereich zu verwenden, da für hochfrequente Anwendungen dünnere und ebenere Folien, als sie kommerziell angeboten werden, notwendig sind.

Mit der nun folgenden Methode wurden nun erstmals PVDF-Dünnschichtwandler, die noch bei 24 GHz funktionieren, aus der Lösung hergestellt /5/.

### 2. Herstellungsverfahren der PVDF-Wandler

PVDF ist in N,N-Dimethylformamid  $C_3H_7NO$  (DMFA), in Dimethylsulfoxid  $(CH_3)_2SO$  (DMSO) oder in einigen wenigen anderen Lösungsmitteln bei Erwärmung auf ca.  $70^{\circ}C$  gut löslich. Für eine 1 %-ige Lösung nimmt man eine ca.  $30\text{ cm}^2$  große und  $120\text{ }\mu\text{m}$  dicke PVDF-Folie (hier: Dyflor 2000 von Dynamit Nobel) und löst diese in ca. 50 ml Lösungsmittel auf.

Schichten, die aus einer DMFA-Lösung hergestellt werden, kristallisieren in der unpolaren  $\gamma$ -Form, solche aus einer DMSO-Lösung in der polaren  $\beta$ -Form /6,7/.

DMFA ist für die Herstellung von ebenen und homogenen Schichten geeigneter, weil Schichten aus einer DMSO-Lösung aus großen Sphäroliten (ca.  $20\text{ }\mu\text{m}$ ) bestehen und deshalb unebener und körniger sind, als solche aus einer DMFA-Lösung (ca.  $1\text{ }\mu\text{m}$ ). Deshalb werden nur aus DMFA hergestellte PVDF-Schichten betrachtet.

Die Schichten wurden auf Si oder  $Al_2O_3$  Kristallen hergestellt, deren eine Endfläche vorher mit  $1\text{ }\mu\text{m}$  Al bedampft war. Die Al-Schicht dient einerseits als Gegenelektrode, zur Polarisierung, und andererseits als Abschluß des Resonators.

Zur Herstellung einer PVDF-Schicht werden Lösung und Substrat auf ca.

70°C erwärmt. Anschließend wird das Substrat auf eine Zentrifuge montiert. Auf die Al-Schicht wird ein Tropfen Lösung getropft. Beim Abschleudern entsteht dann eine gut haftende ebene und homogene Schicht. Die Schichtdicke kann durch die Konzentration der Lösung, die Winkelgeschwindigkeit der Zentrifuge sowie die Temperatur eingestellt werden. Mit einer Corona-Entladung werden die PVDF-Schichten polarisiert /8/, (Abb. 1). Günstig ist ein Abstand von ca 10 mm zwischen Polymer und Elektrode, eine angelegte Spannung von  $\pm 10$  kV sowie eine Zeit von 10 min. Damit werden Feldstärken bis zu 0.1 MV/mm im PVDF erzeugt und die unpolare  $\gamma$ -Form geht in die polare  $\beta$ -Form über-/9/.

Für die Ultraschallerzeugung im MHz-Bereich können auch vorpolarisierte PVDF-Folien verwendet werden. Hierbei kann das Bondproblem vermieden werden, wenn einige warme Tropfen DMFA zwischen warmem Substrat und Folie getropft wird. Wird die Folie anschließend mit einem Fön erwärmt, verdunstet das Lösungsmittel ziemlich rasch und die Folie haftet so gut wie die zuvor beschriebenen PVDF-Schichten.

### 3. Meßapparatur

Das Prinzip der Messung beruht auf der Puls-Echo Methode. Mikrowellenpulse von ca 1  $\mu$ s Breite werden mit einem Wanderwellenverstärker bis zu 1 kW (typisch 20 W) verstärkt. Die Kristalle befinden sich in einem koaxial aufgebauten Resonator /5,10,11/.

Um ein Maß für den Wirkungsgrad eines Wandlers zu erhalten, wird die Einfügungsdämpfung gemessen. Diese ergibt sich aus der Umwandlung von elektromagnetischer Energie in akustische Energie und umgekehrt. Sie wird aus dem Verhältnis der Amplitude vom Beginn der Echofolge zum ursprünglichen Mikrowellenpuls bestimmt /12/. Ein Maß für die Wandlerverluste ergibt sich aus der Dämpfung zwischen 1. und 2. Echo.

### 4. Ergebnisse für PVDF- und CdS-Wandler

Die Einfügungsdämpfungen, jeweils auf die gleichen Kristallen bezogen, sind für die Frequenzbereiche 1.0 bis 8.0 GHz und für 8.0 bis 12.0 GHz ähnlich (Abb. 2). Die Wandler sind also breitbandig anwendbar.

Die Wandlerverluste, jeweils auf dem gleichen Substrat gemessen, sind in PVDF wegen der stärkeren Dämpfung im Polymer größer (Abb. 3).

Erste Messungen mit einem PVDF-Wandler bei 24 GHz zeigten, daß diese vergleichbar zu solchen aus CdS sind. Jedoch war die Dämpfung in PVDF relativ hoch /13/.

Beide Wandlertypen zeigten keine Temperatureinflüsse (gemessen bis 50 K)

und keine Magnetfeldabhängigkeiten (gemessen bis 4.5 T).

PVDF-Wandler können mit einer höheren Mikrowellenleistung betrieben werden. Bei Mikrowellenleistungen über 100 W konnte keine Veränderung der PVDF-Wandler festgestellt werden, wogegen CdS-Wandler sich irreversibel verschlechtern können.

PVDF-Wandler haften auf den benutzten Substraten sehr gut, auch nach vielen Abkühl- und Aufwärmzyklen. Andererseits sind sie leicht durch ein Lösungsmittel wie z.B. Azeton zu entfernen

PVDF-Wandler zeigen selbst über lange Zeit bei Raumtemperatur keine meßbare Änderung der piezoelektrischen Konstanten.

Die größten Vorteile von PVDF-Wandlern gegenüber solchen aus CdS oder ZnO sind die kurze Herstellungszeit (etwa 1/10 der Zeit von CdS) und das billige, einfache Verfahren.

## 5. Literatur

- /1/ H. Kawai, Jap. J. Appl. Phys. 8, 975 (1975)
- /2/ H. Sussner, D. Michas, A. Assflag, S. Hunklinger und K. Dransfeld  
Phys. Lett. 45A, 475 (1973)
- /3/ C. Alquié J. Lewiner und C. Friedmann  
Appl. Phys. Lett. 29, 69 (1976)
- /4/ H. Sussner und K. Dransfeld, Colloid Polym. Sci. 257, 591 (1979)
- /5/ A. Ambrosy und K. Holdik, J. Phys. E Sci. Instr. 17, 856 (1984)
- /6/ K. Okuda, T. Yoshida, M. Sugita und M. Asahina  
Polym Lett. 5, 465 (1967)
- /7/ D. T. Grubb, P. Cebe und K. W. Choi, Ferroelectr. 57, 121 (1984)
- /8/ D. K. Das-Gupta und K. Doughty, J. Appl. Phys. 49, 4601 (1978)
- /9/ R. G. Kepler und R. A. Anderson, J. Appl. Phys. 49, 1232 (1978)
- /10/ H. Kinder, Dissertation Univ. Göttingen 1967
- /11/ H. Zeile, U. Harten und K. Lassmann  
Phys. Stat. Sol. b 111, 213 (1982)
- /12/ F. G. Eggers, IRE Trans. Ultrasonic Engng 9, 38 (1962)
- /13/ H. Schulze, Dissertation Univ. Stuttgart 1984

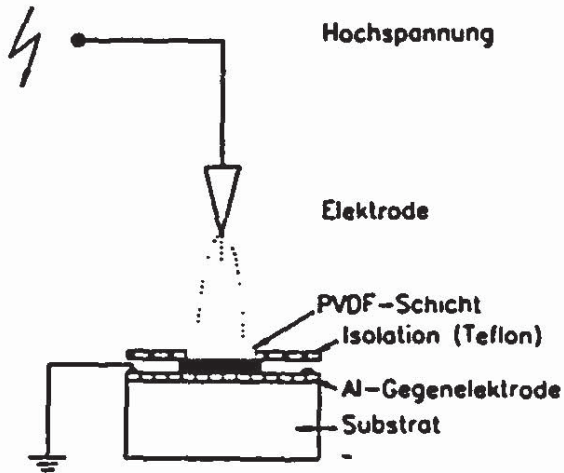


Abb. 1: Corona-Entladung

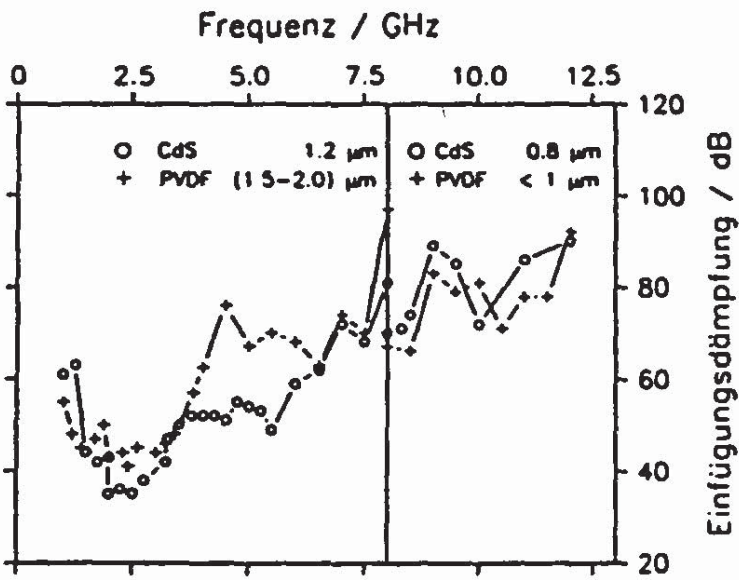


Abb. 2: Einfügungsdämpfung für PVDF- und CdS-Wandler

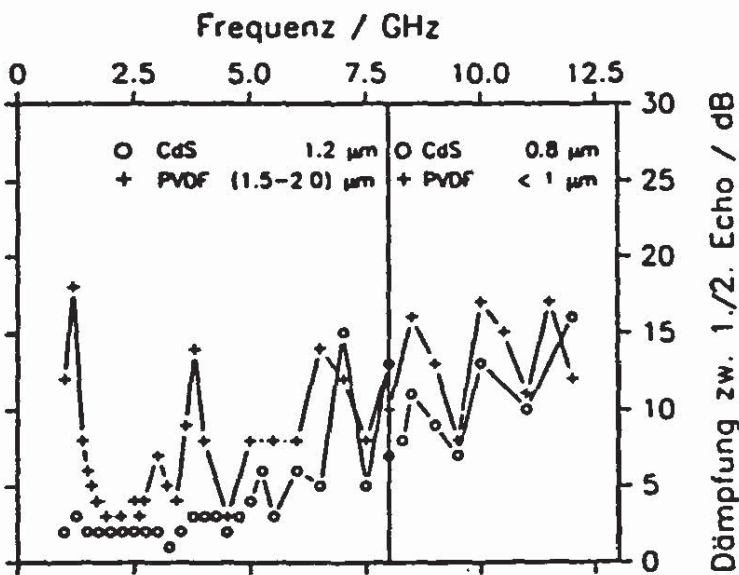


Abb. 3: Wandlerverluste für PVDF- und CdS-Wandler