

AKÜ FEMÜBİD 18 (2018) 015802 (1083-1088)

AKU J. Sci. Eng. 18 (2018) 015802 (1083-1088)

DOI: 10.5578/fmbd.67642

Araştırma Makalesi / Research Article

BaTiO₃\Epoksi Kompozit Malzemelerin Kapasitör Uygulamaları İçin Üretimi Ve Karakterizasyonu

Muhammed Fatih Can*Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar, Türkiye*
e-posta: mfc@aku.edu.tr

Geliş Tarihi: 30.04.2018 ; Kabul Tarihi: 24.11.2018

Özet

Son yıllarda elektronik devrelerin üretim yoğunluğunun artması ile elektrik devrelerinin mikron mertebesinde küçültülmesine ihtiyaç duyulmuştur. Bu küçüklükteki bir elektronik devrenin çok yüksek bir performansa sahip olması gerekir. Dielektrik sabiti değeri yüksek olduğu bilinen BaTiO₃(1200-1250 F\m) yalıtkanlığı yüksek epoksi reçine ile güçlendirilirse kapasitörlerde kullanım alanı bulacak dielektrik sabiti çok yüksek aynı zamanda dielektrik kaybı çok düşük olan bir malzeme üretilebilir. Bunun için öncelikle BaTiO₃ tozu geleneksel toz hazırlama yöntemlerine göre hazırlanır, daha sonra ağırlıkça %72, %70 ve %68 oranlarında BaTiO₃, 1:2 ve 1:4 epoksi-sertleştirici oranına sahip reçinelerle birleştirilip kompozit malzeme olarak üretilir. Neticede dielektrik kaybı düşük olan plakalarla elektrik kaçağını minimum düzeye indirecek homojen ürünler elde edilmiştir.

Anahtar kelimeler

Kapasitör, Dielektrik sabiti, Epoksi, BaTiO₃

Production and Characterization of BaTiO₃ / Epoxy Composite Materials for Capacitor Applications

Abstract

In recent years, it has been necessary to reduce the electric circuits in microns by increasing the production density of electronic circuits. This small electronic circuit must have a very high performance. BaTiO₃ (1200-1250 Fm) insulation, which is known to have a high dielectric constant, will be strengthened with a high epoxy resin, which will produce a material with very high dielectric constant and very low dielectric loss at the same time. BaTiO₃ powder will be prepared according to conventional powder preparation methods. Then it will be produced as composite material by combining resins with proportions of BaTiO₃, 1: 2 and 1: 4 epoxy-hardener of 72%, 70% and 68% by weight. Plates with low dielectric loss will result in homogeneous products that will reduce electrical leakage to a minimum.

Keywords

Capacitor, Dielectric constant, Epoxy, BaTiO₃

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

Elektronik aletlerin kullanımı her geçen gün daha da artmaktadır. Kullanımın artması elektronik devrelerin makro boyuttan, mikro boyuta indirilmesi zorunluluğunu ortaya çıkartmıştır. BaTiO₃ bilinen ilk ferroelektrik, piroelektrik ve piezoelektrik kristal malzemedir. Bu sebepten dolayı elektronik uygulamalarda yaygın olarak tercih edilmektedir (Joshi *et al.* 2012). Perovskit yapıya sahip olan BaTiO₃ ve PZT (PbZrTiO₃) çok üstün elektrik özelliklere sahiptir. Fakat PZT kurşun içerdiğinden dolayı ileri vadede toksik özelliğe sahiptir. Avrupa'da PZT üretimi bu sebepten dolayı azaltılmış ve hatta bazı ülkelerde yasaklanmıştır. Bu

durum BaTiO₃'ün kullanımını arttırmıştır. 1940'lı yılların başında keşfedilen BaTiO₃; kimyasal ve mekaniksel olarak kararlılığının yanında yüksek dielektrik sabiti ve düşük dielektrik kaybı nedeniyle kapasitör uygulamaları için eşsiz bir malzeme haline gelmiştir (Shi *et al.* 2008). Geleneksel malzemeler ile baryum titanatın dielektrik sabiti ve dielektrik dayanımları Çizelge 1'de verilmiştir.

Bir ferroelektrik malzemenen bahsediyorsak o malzemeyle ilgili en önemli parametrelerden biri de Curie sıcaklığıdır. BaTiO₃'ün Curie sıcaklığı

120°C'dir. BaTiO₃ Curie sıcaklığının altında kübik formda bulunur.

Çizelge 1 Bazı malzemelerin dielektrik sabiti, öz direnç ve dielektrik dayanım değerleri (Askland 2002).

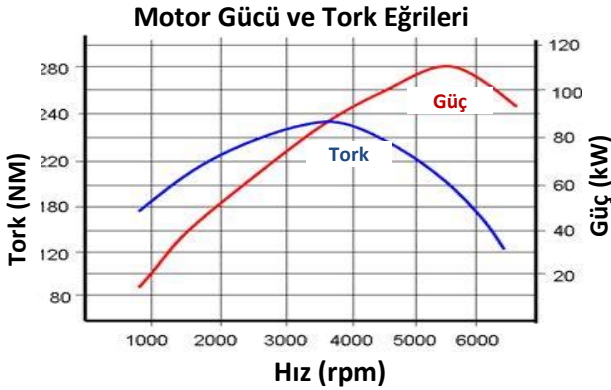
Malzeme	Dielektirik sabiti			Öz direnç (VA ⁻¹ m)	Dielektrik dayanım (Vm ⁻¹) X 10 ⁶
	60 devir s ⁻¹	10 ⁶ devir s ⁻¹	10 ⁸ devir s ⁻¹		
Teflon	2,1	2,1	2,1	10 ¹⁶	
Polyester	2,5	2,5	2,5	10 ¹⁴	20
Lastik	4	3,2	3,1		20
Epoksi		3,6	3,3		
Pafarin mumu		2,3	2,3	10 ¹³ -10 ¹⁷	10
Ergiyik silika	3,8	3,8	3,8	10 ⁹ -10 ¹⁰	10
Soda-kireç cam	7	7		10 ¹³	10
Payrenks cam	4,3	4		10 ¹⁴	14
Alüminyum	9	6,5		10 ⁹ -10 ¹²	6
Baryum titanat		3000		10 ⁶ -10 ¹³	12
TiO ₂		14-110		10 ¹¹ -10 ¹⁶	8
Su		78,3		10 ¹²	
Gaz		1,0006-1,02		10 ¹¹	

Bu sebepten dolayı saf halde paraelektrik yani yalıtkan bir malzemedir. Ancak skandiriyum (Sc), ytriyum (Y), neodim (Nd), samaryum (Sm) elementlerinden herhangi biriyle katkılandırıldığı zaman yarı iletken hale dönüşür. Yarı iletken halinde BaTiO₃ polikristal pozitif sıcaklık katsayılı direnç (PTCR) malzemesi olarak da kullanım alanı bulabilir. PTCR malzeme elde etmek için Curie sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta çalışılması gerekmektedir (Brozowski and Castro 2004). Elektronik seramik malzemelerin tozları hazırlanırken geleneksel toz hazırlama tekniklerine benzer işlemler yapılır. Genellikle tozlar kalsinasyon yapıp karıştırılır. Daha sonra karıştırılan tozlar preslenir ve sinterleme işlemine tabii tutulur. Bu sinterleme sıcaklığı 1300 °C'dir. Seramik malzemeler bilindiği gibi kırılmandır. BaTiO₃'te bir seramik malzeme olduğundan kırılğan yapıya sahiptir. BaTiO₃'e mekanik dayanım kazandırmak için yeni nesil kapasitörlerde epoksi reçine kullanılmaya başlanmıştır. Epoksi reçineler yüksek termo-mekanik ve işlenebilirlik özellikleri nedeniyle son zamanlarda üzerine düşülen konular arasına girmiştir. Epoksi reçinelerin kimyasal yapısı onların

korozif ajanlara karşı dayanıklılığı hakkında bilgi verir. Epoksi reçineler kalıp ve laminasyon tekniklerinde daha yüksek mekanik dayanım ve elektrik izolasyonu sağlayan güçlendirilmiş fiberglass üretimlerinde de kullanılmaya başlanmıştır. Çeşitli polimer matrisleri arasında en çok kullanım yeri, yüksek performanslı malzemelerin geliştirilmesidir (Wang and Liao, 1991). Buna rağmen, kararlılık ve dizayn parametrelerindeki güçlü kısıtlamaların etkisiyle yetersiz yanma direnci ve katılaşmaları nedeniyle kullanımları sınırlıdır. Rijit kırılğan yapıları nedeniyle kullanımları kısıtlı olan epoksi reçinelerin fiziksel özellikleri karboksil uçlu bütadien nitril kauçuk, hidroksil uçlu bütadien nitril kauçuk, amin uçlu nitril kauçuk, poliüretan ve silikonlar gibi esnek polimerik malzemelerle yumuşatılabilir (Sung and Lin, 1997). Silikon içeren epoksi reçinesinin kompozit yapısının sağladığı esneklik ve gerilim dağılma sabitinden dolayı darbe dayanımı, dielektrik sabiti, nem direnci ve korozyon direnci özelliklerinin yüksek olduğu söylenebilir (Ananda *et al.* , 1999). Epoksi reçinelerinin kimyasal dirençleri (sıcaklık, çözücü, nem, v.b.), iyi mekanik ve

elektriksel özellikleri ve birçok yüzeye iyi bir şekilde yayılıp yapışma özelliklerinin getirdiği avantajlar doğrultusunda yüzey kaplama ve yarıiletken kapsül üretiminde oldukça yaygın kullanılırlar. Aynı zamanda geleneksel epoksiler kapalı elektrik entegre devrelerde paketleme malzemesi olarak kullanılmaktadır. En önemlisi de yüksek termal dayanıklılık özelliği sebebiyle ısınma durumunda ergimezler ve entegre elektrik devrelerinin kullanım ömrünü uzatırlar (Ho and Wang, 1999). Teknolojinin gelişmesi nedeniyle mikroelektronik yatırımlar hızla artmış bununla birlikte düşük elastik modül ve yüksek dayanım, düşük iç gerilim ve düşük termal genleşme, düşük su adsorpsiyonu, yüksek dielektrik sabiti ve yüksek termal dayanım özellikleri epoksi\BaTiO₃ kompozitleri ortaya çıkarmıştır (Lin *et al.*, 2003).

Son zamanlarda gelişmekte olan elektrikli araba sistemlerinde elektrik depolama aygıtları olan kapasitörlerin kullanımı ön plana çıkmıştır. Şu an ki elektrikli araçlar 62 km/h hıza kadar hidrojen yakıtı kullanmakta ve kapasitörlerde elektrik enerjisini depolamaktadır. Kapasitörlerin kapasitans değerleri ne kadar yüksek olursa o kadar iyi elektrik depolar ve motor gücü artmaktadır. Motor gücünün artması yolda alınan mesafeyi artırır. Şekil 1’de motor gücü ile kapasitör sayesinde kazanılan hız ilişkisi grafiği verilmiştir (İnt Kyn 1).



Şekil 1 Elektrikli araçlarda motor gücü ve kapasitör sayesinde kazanılan hız grafiği (İnt Kyn 1).

Burada üretilen epoksi\BaTiO₃ kompozit malzemelerin kapasitans değerleri yüksek olacağı ortaya konulmuştur. Bu sebepten dolayı elektrikli araba süper kapasitörlerinde kullanım alanı bulabileceği düşünülmektedir.

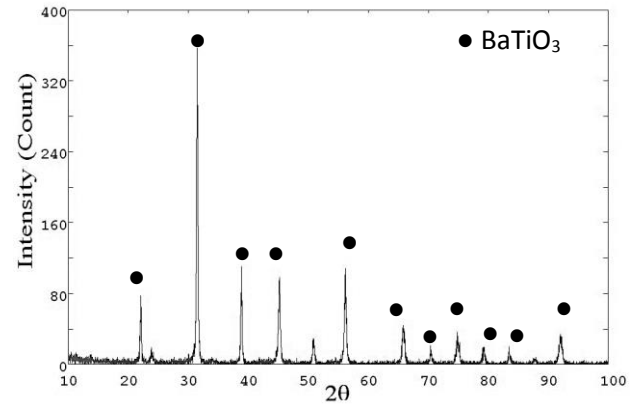
2. Materyal ve Metot

Öncelikle %99 saflık oranına sahip 5µm altı baryum karbonat tozu ile %99.9 saflık oranına sahip

titanyum dioksit tozu BaTiO₃ eldesi için karıştırılır. Karıştırma işlemi bir öğütücü yardımıyla en az 24 saat yapılmıştır. Daha sonra uçucu giderme işlemi olan kalsinasyon işlemi 4 saat boyunca 900 °C’de yapılmıştır. Kalsinasyon sonucu elde edilen toz 1300 °C’de 6 saat sinterleme işlemine tabii tutularak BaTiO₃ tozu elde edilmiştir. Çizelge 2’de BaTiO₃ elde ettiğimiz kompozisyon verilmiştir. Elde edilen BaTiO₃, Shimadzu marka XRD- 6000 model XRD (X- ışınları kırınımı) cihazında analizi karakterize edilmiştir(Şekil 2).

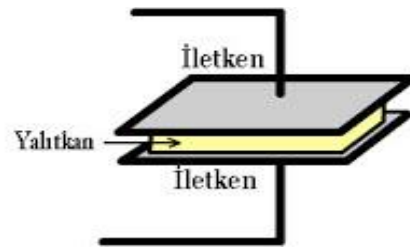
Çizelge 2 Hazırlanan BaTiO₃ kompozisyonu

Hammadde	%Ağ	%A.Z	1/(1-A.Z)	Nihai Ağ.
BaCO ₃	71.188	3.103	1.032	73.466
TiO ₂	28.811	0.0016	1	28.811
Toplam	100			102.27



Şekil 2 BaTiO₃ Seramik Malzeme XRD Deseni.

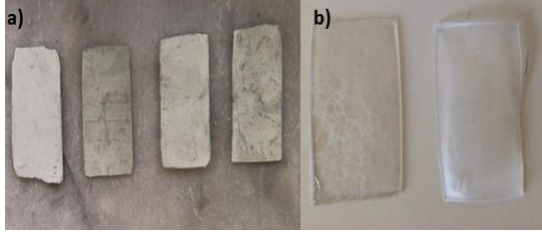
Daha sonra elde edilen BaTiO₃ tozları tek eksenli hidrolik presle plaka haline getirilmiştir. BaTiO₃ plakalar kapasitör yapısını (Şekil 3) almaları için iki iletken cam arasına alınmıştır. BaTiO₃ plakalar ve kapasitör formu Resim 1’de verilmiştir.



Şekil 3 Bir kapasitörün hazırlanış gösterimi.

Ağırlıkça %72, %70 ve %68 oranlarında hazırlanan BaTiO₃ plakalar, 1:2 ve 1:4 katalizör oranlarında

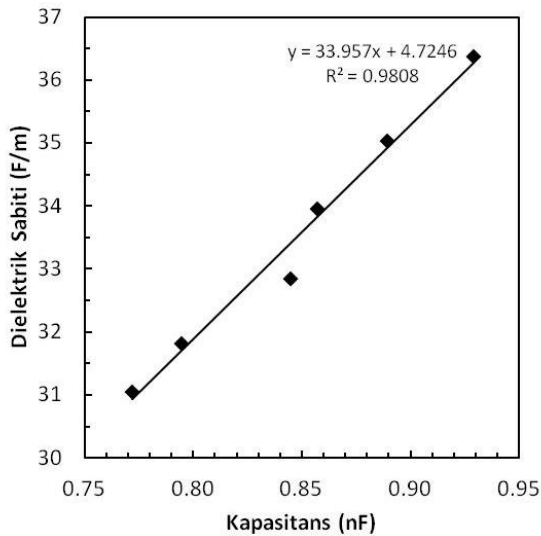
epoksi reçine ile güçlendirilmiştir. Bu güçlendirme sonucu epoksi/BaTiO₃ kompozitler elde edilmiştir. Epoksi/BaTiO₃ kompozit kapasitörlerin kapasitans ve dielektrik sabit değerleri INSTEK marka LCR-816 tipi LCR metre ile 1kHz ile 0,1 kHz arasında ölçülmüştür.



Resim 1 (a) BaTiO₃ plakalar **(b)** Epoksi/BaTiO₃ kompozit kapasitör.

3. Bulgular

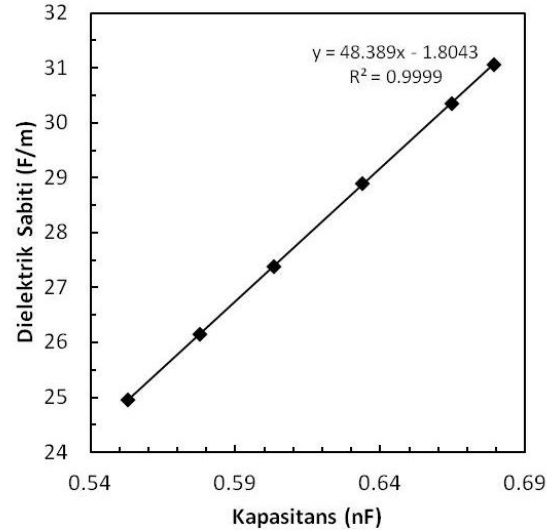
%72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 0,57mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği Şekil 4'te verilmiştir. %72 BaTiO₃ ile 1:2 katalizör oranlarında hazırlanan 0,57mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği Şekil 5'te verilmiştir. Şekil 5'ten de anlaşılacağı gibi epoksi oranının artması kapasitans ve dielektrik sabiti değerlerini düşürmektedir.



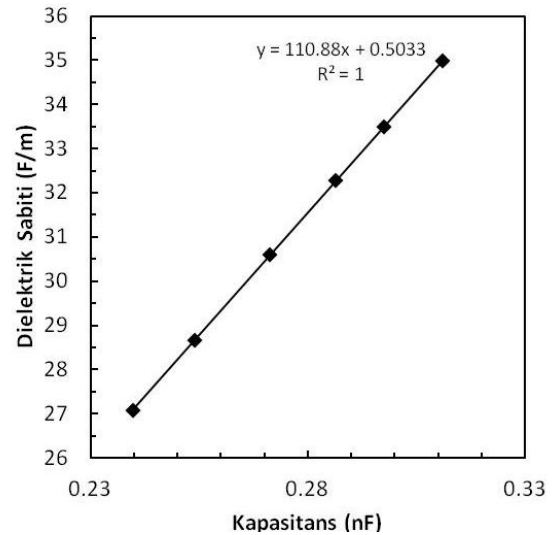
Şekil 4 0.57mm kalınlığa ve %72 BaTiO₃ içeriğine sahip 1:4 katalizörlü epoksi/BaTiO₃ kompozitin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği.

Şekil 4'den de görüleceği gibi en yüksek kapasitans ve dielektrik sabiti değeri %72 BaTiO₃ ile 1:4

katalizör oranına sahip epoksi reçine karışımının 0,57 mm kalınlıkta hazırlanan kapasitörlerinde elde edilmiştir. %72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 1,62mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği Şekil 6'da verilmiştir. Kapasitör plaka kalınlığı ne kadar artarsa dielektrik sabiti ve kapasitans değeri bir o kadar düşmektedir. Bu da göstermektedir ki kalınlık arttıkça dielektrik kayıp artmıştır.



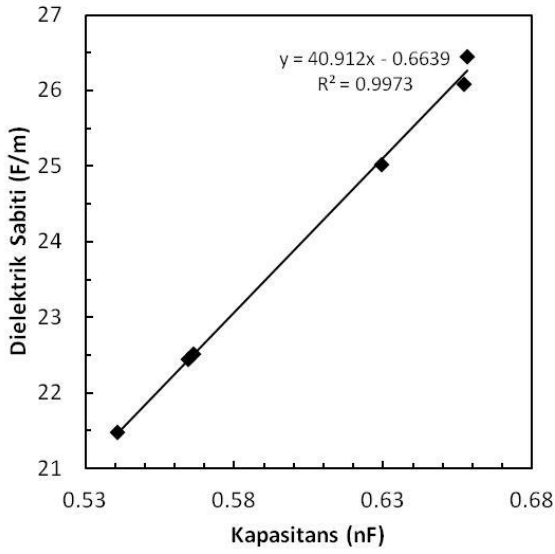
Şekil 5 0.57mm kalınlığa ve %72 BaTiO₃ içeriğine sahip 1:2 katalizörlü epoksi/BaTiO₃ kompozitin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği.



Şekil 6 1.62mm kalınlığa ve %72 BaTiO₃ içeriğine sahip 1:4 katalizörlü epoksi/BaTiO₃ kompozitin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği.

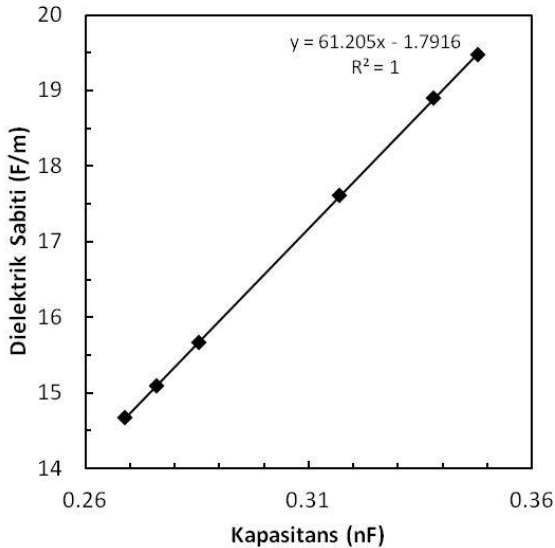
%70 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 0,57mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit

malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 7 0.57mm kalınlığa ve %70 BaTiO₃ içeriğine sahip 1:4 katalizör oranında hazırlanan epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği.

%68 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 0,82mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği Şekil 8'de verilmiştir.

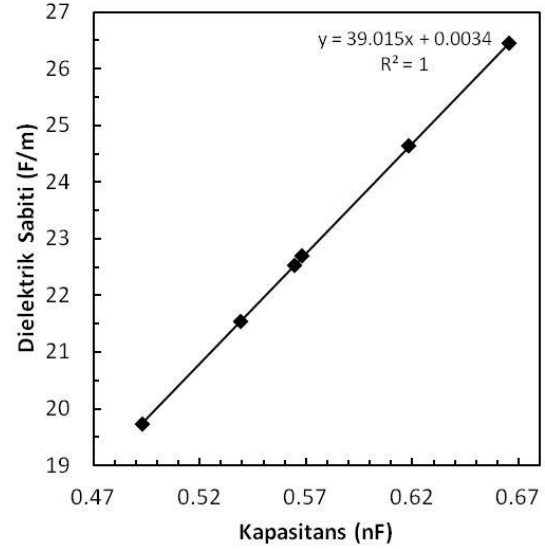


Şekil 8 0.82mm kalınlığa ve %68 BaTiO₃ içeriğine sahip 1:4 katalizör oranında hazırlanan epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (0.1kHz) ölçümü grafiği.

% Ağırlıkça BaTiO₃ oranı azaldıkça dielektrik sabiti ve kapasitans değeri düşmüş, dielektrik kayıp artmıştır. Bir kapasitörün en önemli özellikleri

yüksek dielektrik sabiti ve yüksek kapasitans değeridir. Bu nedenle %72 BaTiO₃ oranı azaltılmamalıdır. Epoksi miktarı fazla arttırılmamalı ve yalıtkan plaka kalınlığı arttırılmamalıdır.

%72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 0,57mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (1kHz) ölçümü grafiği Şekil 9'da verilmiştir.



Şekil 9 %72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranlarında hazırlanan 0.57mm kalınlığa sahip epoksi/BaTiO₃ kompozit malzemenin kapasitans-dielektrik sabiti (1kHz) ölçümü grafiği.

1kHz frekans hızı ile dielektrik sabiti ölçümü bu malzemenin yüksek frekanslarda da kullanılabileceğini ortaya koymuştur. Yine %72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranında elde edilen epoksi\BaTiO₃ kompozit malzeme bir kapasitör için yüksek sayılabilecek dielektrik sabit ve kapasitans değeri göstermiştir.

4.Tartışma ve Sonuç

Kapasitör ölçümleri sonucunda epoksi\BaTiO₃ kompozit malzemeler arasında en yüksek dielektrik sabiti ve kapasitans değeri gösteren malzeme %72 BaTiO₃ ile 1:4 katalizör oranında elde edilmiştir. Yalıtkan plaka kalınlığının artmasının malzemenin kapasitans ve dielektrik sabiti değerlerini düşürdüğü görülmüştür. Aynı zamanda %ağırlıkça BaTiO₃ miktarının düşürülmesi de dielektrik sabiti ve kapasitans değerlerini azaltmaktadır. Bu sonuçtan yola çıkarak kalınlık artışı ve %BaTiO₃ miktarının azaltılması dielektrik kaybı arttıracaktır. Dielektrik kaybın artması ile kapasitörün depoladığı

elektrik enerjisi kolayca boşalacak ve şarj ömrü azalacaktır. Şarj ömrünün azalması da kullanım alanlarını kısıtlayacaktır. Bu çalışmada elde edilen kompozitler kimyasal olarak kararlı, termal olarak dayanıklı, mekanik dayanımı normal BaTiO₃'e göre yüksek olarak elde edilmiştir. Bu sonuçtan yola çıkarak mikroelektronik sektöründe paketleme devrelerinde vazgeçilmez bir malzeme grubu olarak ön plana çıkabilir.

Kaynaklar

- Ananda K. S., Alagar M., Mohan V., 1999. Corrosion resistance of siliconized-epoxy coatings. *European Coatings Journal*, 5 : 45.
- Askeland D. R. "The Science and Engineering of Materials" Missouri-Rolla Üniversitesi, 2002.
- Brzozowski, E. ve Castro, M.S., 2004. Influence of Nb⁺⁵ and Sb⁺³ dopants on the defect profile, PTCR effect and GBBL characteristics of BaTiO₃ ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 24, 2499-2507.
- Ho T. H., Wang C. S., 1999. Synthesis of aralkyl novolac epoxy resins and their modification with polysiloxane thermoplastic polyurethane for semiconductor encapsulation. *Journal of Applied Polymer Science*, 74 : 1905.
- Joshi NJ, Grewal GS, Shrinet V, Govindan TP, Pratap A (2012). Synthesis and dielectric behavior of nano-scale barium titanate, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 19, 83–90.
- Lin C. H., Chiang J. C., Wang C. S., 2003. Low dielectric thermoset. I. Synthesis and properties of novel 2,6-dimethyl phenoldicyclopentadiene epoxy. *Journal of Applied Polymer Science*, 88 : 2607.
- Shi A, Yan W, Li Y, Huang K (2008). Preparation and characterization of nanometer-sized barium titanate powder by complex-precursor method, *J. Cent. South Uni. Technol.* 15, 334–338.
- Sung H., Lin C. Y., 1997. Polysiloxane modified epoxy polymer Networks-I. Graft interpenetrating polymeric networks., *European Polymer Journal*, 33 : 903.
- Wang C. S., Liao J. K., 1991. Synthesis of high purity o-cresol formaldehyde novolac epoxy resins. *Polymer Bulletin*, 25 : 559.

İnternet kaynakları

1-<http://www.powertechnology.com>., (14.03.2018)