

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 29.11.91.

③0 Priorité : 30.11.90 DE 4038140.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 05.06.92 Bulletin 92/23.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : *Le rapport de recherche n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : DANFOSS A/S — DK.

⑦2 Inventeur(s) : Rasmussen Per Brandt.

⑦3 Titulaire(s) :

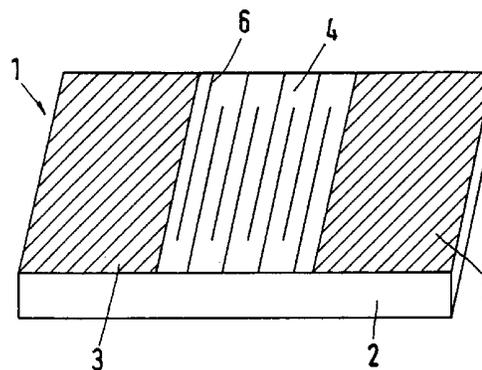
⑦4 Mandataire : Cabinet Plasseraud.

⑤4 Procédé pour réaliser un détecteur de gaz.

⑤7 L'invention concerne un procédé pour réaliser un détecteur de gaz dans lequel on dépose sur un substrat porteur électriquement isolant deux électrodes et une couche sensible au gaz reliant les deux électrodes, puis on ajoute un catalyseur.

Malgré la simplicité de sa fabrication, un détecteur de gaz de ce type doit pouvoir détecter un gaz prédéterminé à la température ambiante.

En ce qui concerne le catalyseur, on ajoute un sel métallique de la couche (4) sensible au gaz dissous dans de l'eau ou dans un alcool et on chauffe le détecteur (1) jusqu'à une température située au-dessous du point d'ébullition du sel métallique.



Procédé pour réaliser un détecteur de gaz

L'invention concerne un procédé pour réaliser un détecteur de gaz dans lequel deux électrodes et une couche sensible au gaz qui relie les deux électrodes sont déposées sur un substrat porteur électriquement isolant et auquel est ajouté un catalyseur.

5 Un procédé de ce type est connu par le document DE 34 22 823 A. Trois électrodes sont dans ce cas montées sur le substrat porteur à l'aide d'une technique à film épais, deux des électrodes servant d'électrodes de mesure et une électrode au chauffage du détecteur. La couche sensible au gaz est disposée entre les électrodes et est
10 constituée en oxyde de zinc ou en oxyde de zinc dopé à l'aluminium. Sur la couche sensible au gaz est appliqué un film par métallisation sous vide qui est utilisé comme catalyseur. Ce film est constitué en platine ou autres métaux actifs. Ce détecteur de gaz réagit en particulier à l'acide sulfhydrique, sa conductivité électrique
15 augmentant à mesure qu'augmente la concentration du gaz. Le détecteur de gaz est excité typiquement à la température de 280°C.

Le document US 4 197 089 décrit un détecteur de gaz dans lequel trois électrodes sont déposées sur un substrat porteur en céramique, une électrode servant d'électrode de mesure, la seconde électrode
20 d'électrode de chauffage et la troisième électrode d'électrode de masse commune. La couche sensible au gaz entre les électrodes est constituée dans ce cas par un film de trioxyde de tungstène. On réalise une solution de trioxyde de tungstène qui est déposée en goutte à goutte entre les électrodes. Ensuite a lieu un chauffage
25 pendant une durée de quinze minutes à une température de 600°C. Pour

rendre le détecteur de gaz sensible à l'ammoniac, on commence par déposer une goutte d'acide platinique entre les électrodes de manière que se forme du platine métallique. On applique ensuite la couche de trioxyde de tungstène. Ce détecteur exige une température de travail
5 comprise entre 150° et 300°C.

Le document EP 141 033 A décrit un procédé pour réaliser des matériaux pour un détecteur de gaz, un oxyde métallique comprenant un sel métallique agissant en tant que catalyseur, par exemple de l'acide platinique, étant mélangé dans une solution. La solution est ensuite
10 soumise à un rayonnement UV. Le matériau ainsi traité est chauffé lentement à la température d'environ 300°C. Après refroidissement et sectionnement aux dimensions, on ajoute les électrodes. En fonction de l'oxyde métallique choisi et du sel métallique choisi, on obtient des détecteurs de gaz présentant des sensibilités déterminées vis-à-vis
15 des types de gaz choisis. Ces détecteurs de gaz peuvent également fonctionner à la température ambiante. Cependant, leur fabrication est relativement coûteuse.

L'invention a pour but de proposer un procédé économique pour réaliser un détecteur de gaz qui fonctionne à la température ambiante
20 et surtout qui est réagit à un gaz prédéterminé.

Avec un procédé du type décrit dans le préambule, ce but est atteint du fait que l'on ajoute en tant que catalyseur un sel métallique de la couche sensible au gaz dissous dans de l'eau ou dans un alcool, et on chauffe le détecteur jusqu'à une température située
25 au-dessous du point d'ébullition du sel métallique.

Il s'est avéré que grâce à la limitation de la température à une plage située au-dessous de la température d'ébullition du sel métallique, on peut réaliser une couche de catalyseur particulièrement sensible, qui permet au détecteur de gaz de fonctionner déjà à la
30 température ambiante. Le procédé de fabrication est relativement simple car on peut travailler à des températures relativement basses lors de l'application du catalyseur. Le métal ne se détache pas. En outre, le sel métallique sert de catalyseur.

Selon un mode de réalisation préféré, le détecteur de gaz est
35 séché à une température située au-dessous du point d'ébullition. Le

chauffage à cette température dure jusqu'à ce que la teneur en humidité du détecteur, en particulier de la couche de catalyseur ou de la couche sensible au gaz, soit tombée à un pourcentage déterminé.

Il est également préférable que la catalyseur soit déposé sur la surface de la couche sensible au gaz. La capacité de réaction vis-à-vis du gaz à détecter est dans ce cas à son maximum. En outre, les problèmes de fabrication sont réduits au minimum.

Avantageusement, la couche sensible au gaz et/ou les électrodes sont munies d'évidements. On a ainsi la possibilité de régler la valeur de résistance du détecteur de gaz sur une valeur déterminée. Le détecteur de gaz peut ainsi être adapté à la sensibilité de dispositifs d'évaluation.

Il est préférable de réaliser les évidements à l'aide d'un rayon laser. Grâce au rayon laser, on peut réaliser des structures très fines, ce qui permet de régler la valeur de résistance avec une grande précision.

Il est avantageux que la couche sensible au gaz présente grâce aux évidements une forme en méandres. On peut ainsi obtenir une résistance électrique relativement élevée. Les modifications de la résistance qui sont déterminées par le gaz à détecter sont ainsi importantes et peuvent être facilement détectées.

De préférence, les évidements sont réalisés avant l'application de la couche de catalyseur. On est ainsi assuré que la couche de catalyseur n'est pas chauffée au-delà de la température demandée.

De préférence, les deux électrodes sont appliquées au moyen d'une technique à film épais ou mince après avoir nettoyé le substrat porteur. Grâce à une technique à film épais ou mince, on peut réaliser des structures très précises. De plus, on peut limiter de façon relativement précise la dilatation dans l'espace des électrodes. Ceci est particulièrement avantageux quand on utilise pour les électrodes des matériaux de valeur tel que de l'or.

Il est également avantageux que la couche sensible au gaz soit appliquée par métallisation sous vide. Grâce à un procédé de ce type, on peut régler avec une grande précision l'épaisseur de la couche sensible au gaz. On peut ainsi reproduire les détecteurs de gaz avec

une grande précision.

Avantageusement, la couche sensible au gaz est constitué par une couche de zinc qui s'oxyde à une température située dans la plage de 400° à 500°C, et notamment dans la plage de 440° à 460°C. Il est facile d'appliquer le zinc sous forme d'une couche. On peut obtenir l'oxydation par chauffage à une température située dans la plage mentionnée, et par exemple à 450°C. On obtient ainsi une couche d'oxyde de zinc (SnO_x) qui s'est avérée extrêmement bonne pour être utilisée pour la détection de gaz par modification de la conductivité électrique.

Il est avantageux que l'on utilise en tant que catalyseur de l'acide platinique en solution aqueuse ($\text{H}_2\text{PtCl}_6(6\text{H}_2\text{O})$). Dans ce cas, le capteur est particulièrement sensible à l'ammoniac.

Il est alors avantageux que le capteur soit séché à une température située dans la plage de 70°C à 115°C, et notamment dans la plage de 105° à 115°C pendant plusieurs heures, et en particulier pendant une durée de 20 à 28 heures. Ces températures permettent un séchage particulièrement soigneux. Le catalyseur peut alors déployer son effet avantageux vis-à-vis de l'ammoniac.

L'invention va maintenant être décrite dans ce qui suit à l'aide d'un mode de réalisation préféré, en référence aux dessins annexés dans lesquels:

la figure 1 représente un détecteur de gaz, et

la figure 2 est une vue en coupe transversale du détecteur de gaz, à plus grande échelle.

Un détecteur de gaz 1 comprend un substrat porteur 2 pouvant être constitué par exemple par un substrat en céramique (Al_2O_3) ou par un substrat en Si avec un isolateur (nitrure ou oxyde). Sur le substrat sont prévues deux électrodes 3. Entre les électrodes 3 est déposé par métallisation sous vide une couche 4 sensible au gaz. Elle est constituée en oxyde de zinc (SnO_x). Sur la couche 4 sensible au gaz est disposé un catalyseur 5. La couche 4 sensible au gaz est munie d'évidements 6 qui isolent électriquement les unes des autres des sections voisines de la couche 4 sensible au gaz, ce qui fait que cette dernière présente une forme en méandres. De manière analogue,

Les électrodes 3 peuvent être également munies d'évidements, qui ne sont pas représentés.

Pour la fabrication, on commence par nettoyer le substrat 2. Ensuite, deux électrodes 3 constituées en un métal inerte tel que du platine ou de l'or sont appliquées au moyen d'une technique à film épais ou mince, ceci signifiant qu'elles sont appliquées par pression et ensuite cuites à environ 850°C. Après un nouveau nettoyage et un nouveau séchage, le substrat 2 qui est muni des électrodes 3 est placé dans une installation sous vide. La couche 4 sensible au gaz y est déposée par métallisation sous vide, par exemple par une technique à film mince (métallisation réactive). La couche sensible au gaz comporte une liaison électrique avec les deux électrodes. La couche sensible au gaz est constituée dans ce cas en zinc (Sn) d'une épaisseur d'environ 100 nm. Après application de la couche sensible au gaz, l'ensemble de l'agencement est chauffé à environ 450°C, la couche de Sn étant alors transformée en une couche d'oxyde de zinc (SnO_x). Puis on découpe à l'aide d'un rayon laser les évidements 6 dans la couche sensible au gaz.

On dépose sur la couche sensible au gaz une solution de catalyseur ou d'un mélange de catalyseur qui forme par la suite la couche 5. La sensibilité vis-à-vis d'un type de gaz déterminé est ainsi renforcée. Dans le cas présent, l'acide platinique est utilisé dans une solution aqueuse (H₂PtCl₆(6H₂O)) et on sèche le détecteur de gaz pendant environ 24 heures à la température de 115°C. Cette température est située au-dessous du point d'ébullition de l'acide platinique. Un détecteur de ce type est particulièrement sélectif vis-à-vis de l'ammoniac. La résistance électrique entre les deux électrodes 3 augmente à mesure qu'augmente la concentration de l'ammoniac.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour réaliser un détecteur de gaz dans lequel deux électrodes et une couche sensible au gaz qui relie les deux électrodes sont déposées sur un substrat porteur électriquement isolant et auquel
5 est ajouté un catalyseur, caractérisé en ce que l'on ajoute en tant que catalyseur (5) un sel métallique de la couche (4) sensible au gaz dissous dans de l'eau ou dans un alcool, et on chauffe le détecteur (1) jusqu'à une température située au-dessous du point d'ébullition du sel métallique.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le détecteur de gaz est séché à une température située au-dessous du point d'ébullition.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le catalyseur (5) est déposé sur la surface de la couche sensible au
15 gaz (4).
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la couche (4) sensible au gaz et/ou les électrodes (3) sont munies d'évidements (6).
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que les
20 évidements (6) sont réalisés à l'aide d'un rayon laser.
6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que la couche (4) sensible au gaz présente grâce aux évidements (6) une forme en méandres.
7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisé en
25 ce que les évidements (6) sont réalisés avant l'application de la couche de catalyseur (5).
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que les deux électrodes (3) sont appliquées au moyen d'une technique à film épais ou mince après avoir nettoyé le substrat
30 porteur (2).
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la couche (4) sensible au gaz est appliquée par métallisation sous vide.
- 35 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la couche (4) sensible au gaz est constitué par une couche de

zinc qui s'oxyde à une température située dans la plage de 400° à 500°C, et notamment dans la plage de 440° à 460°C..

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on utilise en tant que catalyseur (5) de l'acide
5 platinique en solution aqueuse ($H_2PtCl_6(6H_2O)$).

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le capteur est séché à une température située dans la plage de 70° à 115°C, et notamment dans la plage de 105° à 115°C pendant plusieurs heures, et en particulier pendant une durée de 20 à 28 heures.

Fig.1

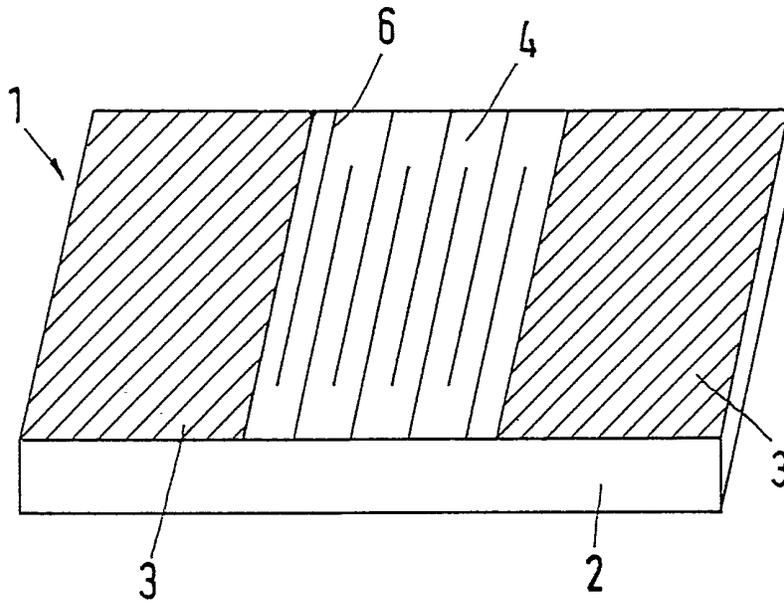


Fig.2

