

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-264293

(P2004-264293A)

(43) 公開日 平成16年9月24日(2004.9.24)

(51) Int.Cl.⁷

G01M 3/00

C03B 20/00

F I

G01M 3/00

C03B 20/00

D

Z

テーマコード (参考)

2G067

4G014

審査請求 未請求 請求項の数 23 O L 外国語出願 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2004-13502 (P2004-13502)
 (22) 出願日 平成16年1月21日 (2004.1.21)
 (31) 優先権主張番号 T02003A000032
 (32) 優先日 平成15年1月24日 (2003.1.24)
 (33) 優先権主張国 イタリア (IT)

(71) 出願人 502211434
 ヴァリアン ソシエタ ペル アジオーニ
 イタリア, トリノ, 10040 ライニ,
 ヴィア F. I l i ヴァリアン 54番
 地
 (74) 代理人 100087701
 弁理士 稲岡 耕作
 (74) 代理人 100101328
 弁理士 川崎 実夫
 (72) 発明者 ロベルト カルボネリ
 イタリア, イー10036 セッティモ
 トリネーゼ (ティオ), ヴィア モンジ
 ネヴロ, ナンバー8

最終頁に続く

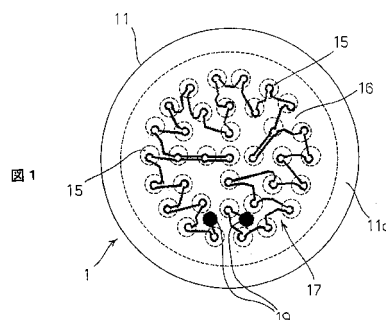
(54) 【発明の名称】 ガス選択性透過膜およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高感度かつ信頼性の高いガス検知のための選択膜を提供する。

【解決手段】 シート様の本体11を含む、ガス、特にヘリウムの漏れ検知器に利用可能なガス選択性透過膜1。シート様の本体11には、シート様本体から材料を除去することにより少なくとも一つの薄肉化領域15が規定されている。この少なくとも一つの薄肉化領域15は少なくとも一種のガスを透過し、その膜の構造強度を確保するより厚く実質的にガスを透過しない領域16により部分的に囲まれるように形成されている。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも一種の選択された試験ガスを透過し、かつ少なくとも他のガスは実質的に透過しない材料の本体(11)を有し、この本体(11)が、試験ガスに対する透過性が高い少なくとも一つの薄肉化領域(15)を有し、その薄肉化領域(15)が膜の構造強度を確保する肉厚領域(16)によって少なくとも部分的に囲まれている、ガス選択性透過膜。

【請求項 2】

複数の前記肉厚領域(16)により完全に囲まれた複数の前記薄肉化領域(15)を有する、請求項 1 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 3】

前記肉厚領域(16)が少なくとも一つの選択された試験ガスを実質的に透過しない、請求項 2 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 4】

前記薄肉化領域(15)が円形である、請求項 3 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 5】

前記本体(11)が扁平な円板の形状である、請求項 4 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 6】

前記薄肉化領域(15)が前記円板の同じ面に配置されている、請求項 5 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 7】

前記薄肉化領域(15)が不規則に配置されている、請求項 6 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 8】

前記薄肉化領域(15)が、円錐状で外へ向かって広がる断面を有する対応するデッドキャピティー(13)により形成されている、請求項 7 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 9】

前記少なくとも一つの薄肉化領域(15)を加熱するための加熱手段(17)をさらに有する、請求項 1 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 10】

前記加熱手段(17)が前記薄肉化領域(15)を部分的に覆う電気抵抗器を有する、請求項 9 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 11】

前記薄肉化領域(15)が実質的に円形で、かつ前記電気抵抗器が前記薄肉化領域(15)の直径とその中心との間の直径の円周の少なくとも一部に沿って伸びている、請求項 10 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 12】

前記電気抵抗器(17)が、接着層(17b)を介して前記本体に接着され、保護層(17c)で被覆された導電体フィルム(17a)を有する、請求項 11 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 13】

前記フィルム(17a)がクロム、銅およびアルミニウムからなる群より選択される材料からなる、請求項 12 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 14】

前記接着層(17b)がチタンからなる、請求項 12 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 15】

前記保護層(17c)が金からなる、請求項 12 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 16】

前記本体が石英またはケイ酸含量の高いガラスからなり、前記少なくとも一種の選択されたガスがヘリウムである、請求項 1 に記載のガス選択性透過膜。

【請求項 17】

前記本体が $800\mu\text{m}$ ~ $900\mu\text{m}$ の範囲の厚さを有するシートであり、前記薄肉化領域(15)は約 $10\mu\text{m}$ の厚さである、請求項 16 に記載のガス選択性透過膜。

10

20

30

40

50

【請求項 18】

真空密閉チャンバーと、

前記チャンバー内の気圧を外部環境よりも低い値にするために前記チャンバーに接続された真空ポンプと、

少なくとも前記チャンバーの一部を外部環境から隔離するガス選択性透過膜であって、少なくとも一種の選択された試験ガスを透過し、かつ少なくとも他のガスを実質的に透過しない材料の本体であって、この本体は試験ガスに対して透過性が高い少なくとも一つの薄肉化領域を有し、この薄肉化領域が少なくとも部分的に肉厚領域により囲まれた本体と、前記薄肉化領域を部分的に覆う電気抵抗器により前記少なくとも一つの薄肉化領域を加熱する加熱手段とを有する、ガス選択性透過膜と、

10

前記チャンバー内の少なくとも一種の選択された試験ガスの存在を検知するための手段とを有する、ガス漏れ検知のための装置。

【請求項 19】

前記ガス選択性透過膜の本体が、少なくとも一種の選択された試験ガスを実質的に透過しない複数の前記肉厚領域によって完全に囲まれた、円形の複数の前記薄肉化領域を有する扁平な円板である、請求項 18 に記載のガス漏れ検知のための装置。

【請求項 20】

少なくとも一種の所定の試験ガスを透過し、かつ少なくとも他のガスは実質的に透過しない材料の本体(11)を用意する工程と、

少なくとも一種のガスを透過する少なくとも一つの薄肉化領域(15)を前記本体(11)に形成する工程と、

20

前記少なくとも一つの薄肉化領域(15)が、膜の構造強度を確保する肉厚領域(16)により少なくとも部分的に囲まれるように前記本体から材料を除去する工程とを有する、ガス選択性透過膜の製造方法。

【請求項 21】

前記本体が平板シート(51)であり、前記平板シートから材料を除去する工程がさらに、前記平板シート(51)の表面を非晶質シリコンの層(53)で被覆する工程と、

前記非晶質シリコンの層を感光性材料の層(55)で被覆する工程と、

前記感光層(55)を複数の孔(59)を有するリソグラフィックマスク(57)で覆う工程と、

その表面に紫外線照射を施す工程と、

30

前記リソグラフィックマスク(57)を除去し、プラズマ処理によってその表面にドライエッチング処理を施す工程と、

感光性材料の前記層(55)を除去し、その表面に超音波ドリリング処理を施す工程と、

その表面に酸溶液の浴液中でウェットエッチング処理を施し、そして前記非晶質シリコン層(53)を除去する工程とを含む、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

前記浴液がHF水溶液である、請求項 21 に記載の方法。

【請求項 23】

接着または蒸着により導電体フィルムを貼り付けて前記平板シート(51)上に電気抵抗器(17)を形成する工程をさらに有する、請求項 21 に記載の方法。

40

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明はガス選択性透過膜、特に漏れ検知器のためのガス選択性透過膜、およびその製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

本願は2003年1月24日出願のイタリア出願番号T02003A000032に基づくパリ条約の優先権を主張するものである。

ダクト、タンクなどの漏れ検知の分野において、「漏れ検知器」として知られる装置の使

50

用が普及している。一般にそのような装置は、チャンバー内の圧力を外気圧よりかなり低くした場合に所定のガスのみをチャンバーに流入させる選択膜を装備した真空密閉チャンバーを有する。

【0003】

公知の漏れ検知器の膜は、一般に石英またはケイ酸含量の高いガラス製である。このような膜は、好適な温度、一般的には少なくとも300 にするとヘリウムを透過する。ヘリウムは、大気中にごく少量存在する無害で不活性なガスであるため、漏れ検知用の試験ガスとしての使用に好適であることから、このような膜の使用は特に一般的になってきている。

【0004】

膜をその材料が透過性を示す温度にするためには、一般に、電気抵抗器を使用する。

漏れ検知器の動作は次のとおりである。チャンバー内が十分減圧されると検知器は選択膜を通して一定量の試験ガスを吸収できる。例えばこのガスが事前に注入された体積から漏れがあるために試験ガスが周囲環境中に存在する場合には、このガスは検知器チャンバー中へ透過され、そこから真空ポンプにより外部へ排出される。チャンバー内に試験ガスが存在すれば、真空状態に比べて真空ポンプにより流れる電流が増加する。電流が増加すると検知器により試験ガスの存在を知らせる信号が送られ、結果として試験する体積中に漏れがあり得ることを知らせる。

【0005】

ガス透過性は膜の厚さと反比例するので、感度を良好にするためにはこの膜は非常に薄いものでなければならない。さらに、ガス透過性は膜の温度に比例するため、この膜は高温に耐えるものでなければならない。

現在使用されている膜は、一般にキャピラリーチューブを有し、このキャピラリーチューブにはこの膜の加熱用の電気抵抗器がらせん状に巻きつけられている。キャピラリーチューブ膜を有する漏れ検知器は、例えば下記特許文献1「シリカガラス探針を有するヘリウム漏れ検知器」に開示されている。

【0006】

しかしキャピラリーチューブ膜は壊れやすく、真空ラインにキャピラリーチューブを固定するのは難しい。さらに、試験ガスに対し良好な透過性を示す理想の温度までキャピラリーチューブの表面を全体的かつ均一に加熱することができないため、このキャピラリーチューブの形状は感度の点で満足のいくものではない。これは一つには、抵抗器の温度を上昇させるには制限があること、そしてキャピラリーチューブが真空ラインに接着されていることによる。

【0007】

さらに、このキャピラリーチューブの形状はチャンバー容積を増大させるため、試験ガスの存在下における検知器の応答慣性が大きくなり、漏れが検知された後に再び検知器が作動するまでに必要な時間も長くなる。

これまで、これらの欠点を除くために平面の膜が開発されてきた。

この膜は、構造強度を与える通常の金属支持層が、試験ガスを選択的に透過する材料の薄い層と関連づけられた複合構造を持つ。ガスを透過しない材料であるこの支持層には孔または窓があり、それを通して透過性層の両面が露出されている。このような膜の例は下記特許文献2に開示されており、パラジウムの水素透過性層が有孔金属支持層に重ねられている。

【0008】

今までのところ、膜を形成する材料の物理的特性が異なるために、その解決法は完全に満足のいくものではなかった。例えば、熱膨張係数が異なれば膜の寿命を縮めるかもしれない。さらに、複合構造を形成する異なる層の分離現象が起こるかもしれない。後者の欠点は膜を加熱できる温度を制限するため、試験ガスの透過性という点では甚だ不利である。

【特許文献1】欧州特許出願公開第0352371号明細書

10

20

30

40

50

【特許文献2】米国特許第3,505,180号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の主要な目的は、上記の欠点を克服し、漏れ検知器のための選択膜、およびこのような膜の製造方法を提供することである。

本発明の他の目的は、高感度かつ信頼性の高いガス検知のための選択膜を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記およびその他の目的は、別紙の特許請求の範囲で請求する本発明のガス検知のための膜により達成される。

本発明の膜は完全性を失う危険性がなく高温に保つことができ、従って非常に高感度で信頼できる漏れ検知のための手段を提供する。

ガス選択膜は、少なくとも一種の選択された試験ガスを透過し、少なくとも他のガスは実質的に透過しない材料からなる本体を有する。選択された試験ガスに対し透過性の高い少なくとも一つの薄肉化領域は、本膜の製造方法の詳細な説明に従って本体から材料を除去することにより本体に形成される。この薄肉化領域は、少なくとも膜の構造強度を部分的に担う、肉厚領域によって取り囲まれている。少なくとも一つの薄肉化領域は、薄肉化領域を部分的に覆う電気抵抗器により加熱される。

【0011】

真空ポンプが接続された真空密閉チャンバーを装備したガス漏れ検知のための装置は、真空チャンバーの少なくとも一部を外部環境から隔離するこのガス選択性透過膜を内蔵する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明の膜およびその製造方法の、これに限定されるものではない例示する実施形態を、本発明の詳細な説明において添付の図面を参照しながら開示する。

図1および2は、本発明の膜1を示す。膜1は、デッドキャビティー13が形成された本体11を有しており、デッドキャビティーは同じ数の薄肉化領域15を規定している。

膜の本体11は、好ましくはシート様円板からなり、ガスを選択的に透過する材料からなる。

【0013】

例えば、石英、ケイ酸含量の高いガラスおよびパラジウムがガスを選択的に透過する材料である。

膜1がヘリウム検知に使用される場合、膜の製造のために使用する材料は石英またはケイ酸含量の高いガラスであることが好ましい。その場合、膜1の厚さは800 μ m~900 μ mの範囲であることが好ましく、薄肉化領域15は約10 μ mであることが好ましい。

【0014】

キャビティー13は、好ましくは、円形であり、その断面は軸方向に外へ広がる円錐形である。さらに、このキャビティー13は膜1の同じ面11aに形成されるのが好ましい。

加熱手段17は、膜1の反対面11bに設けられている。膜1の面11bに接着され、すべての薄肉化領域15にわたって延びている電気抵抗器は加熱手段17を形成する。

薄肉化領域15を均一に加熱するために、抵抗器17は、領域15の周囲の少なくとも一部、好ましくは実質的に領域15の中心とそれらの外周との中間距離に位置する円形路に沿って延びていることが有利である。

【0015】

従って領域15は均一に加熱され、材料をガス透過性にするのに必要な温度が、相当する領域15全体にわたって均一に得られる。さらに、抵抗器17を電源に接続するための一対の端子19が抵抗器17に設けられている（図示せず）。

10

20

30

40

50

本発明によれば、領域15およびそれらを加熱する抵抗器17はいずれも、例えば接着することにより、漏れ検知器の真空密閉チャンバー壁への膜1の効果的な結合を確保するに十分な幅を有する環11cで示される周囲部の内方に位置するのが有利である。この環11cは抵抗器17が通っていないために領域15に関しては実質的に「冷たい」というのが有利である。従って、膜1のチャンバー壁への接着は損なわれない。

【0016】

図3に詳しく示してあるように、抵抗器17は導電体、好ましくはクロムまたは代替として銅またはアルミニウムのフィルム17aを含み、かつ例えばチタンのような接着材17bの層を介して膜1に接着されている。さらに導電層17aは例えば金のような保護層17cで被覆されている。

10

図4は全体が31で表される漏れ検知器の概略を示したものである。検知器31は、一端が例えばイオンポンプのような真空ポンプ37の吸気口に接続された中空の円筒体39によって得られる真空密閉チャンバー33を有する。チャンバー33の他端は、前出の図で説明されたようなガス選択性透過膜1により外部環境から隔離されている。

【0017】

有利には、この膜1は、円筒体39の円形リム41に沿って円筒体39に接着されてチャンバー33を規定している。膜1は膜1の周辺環11cの接着によりこのリム41に接着されるのが好ましい。

別法として、膜1を金属リングに接着し、次いでチャンバー33のリム41に蝋付けしてもよい。

20

【0018】

膜1は、電気抵抗器17がチャンバー33の外部に向くように取り付けるのが好ましい。

さらに、薄肉化領域15は、リム41への接着により取り付けられた膜の環11cが接着の維持を損なわない十分低い温度に保たれるように配置される。

このようにして得られた装置を、一定量の試験ガスを事前に注入した試験環境下に設置する。試験ガスがチャンバー33内に少しでも存在すればポンプにより流れる電流の変化に対して試験ガスの存在を検知するように、ポンプ17に接続した電源ユニット19を配置する。

【0019】

図5a~5dは、ガス選択性透過膜の製造方法の主要な工程を示す。

30

第一に、図5aに示したように、例えば非晶質石英のような試験ガスを選択的に透過する材料のシート51を、非晶質シリコン53の均一な層で被覆する。感光性材料の薄い均一な層55(例えば市販されているフォトレジスト HPR504 ARCH ポジティブ)を層53に貼り付ける。次いで層55を孔59を有するリソグラフィックマスク57で覆う。この孔は、薄肉化領域が得られるべきシート51の領域に対応している。このマスク57は、例えば光学石英に蒸着させたクロムまたは「Mylar(登録商標)」の名で市販されているポリエステルフィルムを用いて形成してよい。

【0020】

シート51に対して垂直に、上記のアセンブリのリソグラフィックマスク57が設けられている側に紫外線照射UVに曝す。

40

この紫外線の効果としては、露光された範囲すなわちマスク57の孔59に相当する領域の感光層55から材料を除去することである。このように、マスク57の孔59のパターンが感光層55に再現される。

【0021】

照射工程の終わりに、リソグラフィックマスク57を除去し、図5bに示すようにシート51にプラズマ、好ましくは CF_4 のプラズマによるドライエッチングを施す。プラズマエッチングは感光層55の孔61に相当する露光領域の非晶質シリコン層53のみに作用し、その結果、感光層55の孔のパターンが非晶質シリコン層53上に再現される。

次いで感光層55を除去し、図5cに示すようにシート51に超音波ドリル63によりドリリングを施す。超音波ドリリングは、シート51の非晶質シリコン層53に覆われていない、孔65

50

と一致する領域のみに行われ、シート51に複数のキャビティー13を造る。このように、試験ガス透過性の高い等しい数の薄肉化領域15が規定される。

【0022】

図5dに示した本発明の方法のさらなる工程は、ウェットエッチング処理である。非晶質シリコン層53にまだ部分的に覆われているシート51を適当なセル71中に置き、フレーム73により吊るし、そこにシート51を置く間リングシール37で支持する。シート51をHFおよび水の浴液75に沈め、その作用によりキャビティー13をウェットエッチングにより仕上げる。

【0023】

膜の処理が完了したところで非晶質シリコン層53を除去し、要すれば加熱抵抗器を貼り付ける。

その他の実施形態によれば、膜の製造方法は、複数の薄肉化領域を得るために、例えば非晶質石英のような試験ガスに選択透過性の材料のシートを、超音波で直接処理することで達成される。この方法によれば、極めて高精度の超音波ドリルを使用する必要がある。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本発明のガス検知のための膜の平面図である。

【図2】本発明の膜の模式的な横断面図である。

【図3】膜の細部の斜視図である。

【図4】本発明の膜を装備した漏れ検知器の模式図である。

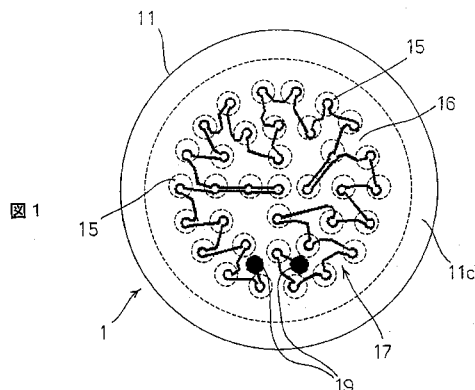
【図5a】膜を製造するための本発明の方法の主要な工程を示す。

【図5b】膜を製造するための本発明の方法の主要な工程を示す。

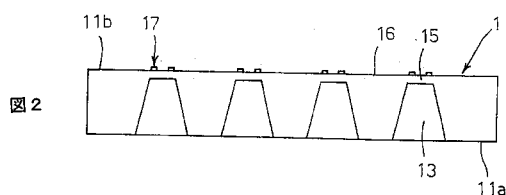
【図5c】膜を製造するための本発明の方法の主要な工程を示す。

【図5d】膜を製造するための本発明の方法の主要な工程を示す。

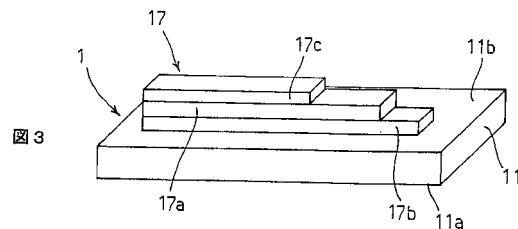
【図1】



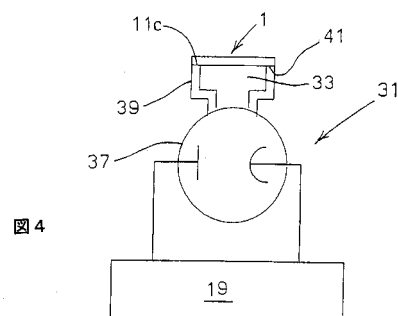
【図2】



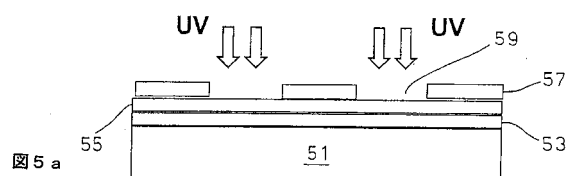
【図3】



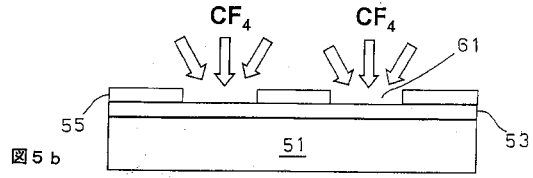
【図4】



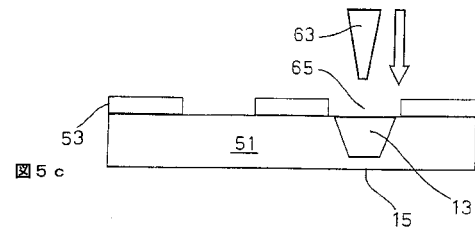
【図5a】



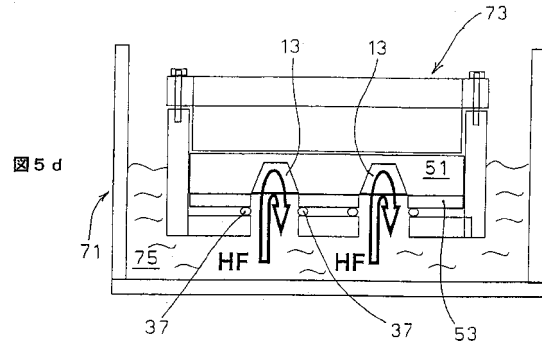
【図 5 b】



【図 5 c】



【図 5 d】



フロントページの続き

(72)発明者 サンドロ ヴィットツィ

イタリア, イ - 1 0 1 4 2 トリノ, ヴィア レスナ, ナンバー 7

Fターム(参考) 2G067 BB02 BB04 BB12 CC04 DD17 DD18

4G014 AH00

【 外国語明細書 】

**GAS-SELECTIVE PERMEABLE MEMBRANE AND METHOD OF
MANUFACTURING THEREOF**

This application claims Paris Convention priority of Italian application no.
5 TO2003A000032 filed on January 24, 2003.

BACKGROUND FO THE INVENTION

The present invention relates to a gas-selective permeable membrane, particularly for
leak detectors, and to the method for its manufacturing.

10 In the field of leak detection in ducts, tanks etc., the use of apparatuses known as "leak
detectors" is widespread. Such apparatuses generally comprise a vacuum-tight chamber
equipped with a selective membrane through which only a predetermined gas can flow into the
chamber, when the pressure inside the chamber is made significantly lower than the outside
pressure.

15 The membranes of the known leak detectors are generally made of quartz or glass with
high silica content. Such membranes are permeable to helium if they are brought to a suitable
temperature, typically at least 300°C. Use of such membranes has become particularly popular
also because helium is a harmless, inert gas that is present in very small amounts in the
atmosphere and hence is suitable for use as a test gas for leak detection.

20 An electrical resistor is generally used to bring the membrane to the temperature at which
the membrane material becomes permeable.

The operation of the leak detectors is as follows: once a sufficient vacuum has been
created in the chamber, the detector can absorb, through the selective membrane, an amount of
the test gas. If the test gas is present in the surrounding environment, for instance because of a
25 leak from a volume into which said gas has been previously introduced, the gas penetrates into
the detector chamber from which it is pumped to the outside by the vacuum pump. The presence
of test gas within the chamber results in an increase of the electric current drawn by the vacuum
pump if compared to vacuum conditions. The increase of the electric current is signalled by a
detector informing of the presence of the test gas and, consequently, of a probable leak in the
30 volume to be tested.

To achieve a good sensitivity, the membrane must be very thin, since gas permeability is
inversely proportional to the membrane thickness. Moreover, the membrane must resist to high
temperatures, since gas permeability is proportional to the membrane temperature.

The membranes presently used generally consist of a capillary tube and the electrical resistor for heating the membrane is helically wound around the capillary tube. A leak detector having a capillary tube membrane is disclosed for instance in patent application No. EP 0352371 "Helium leak detector with silica glass probe".

5 Capillary tube membranes however are fragile, and securing the capillary tube to the vacuum line is difficult. Moreover, the capillary tube shape is not satisfactory in terms of sensitivity, since it is impossible to heat the capillary tube surface wholly and uniformly to the ideal temperature for a good permeability to the test gas. This is due in part to the limitations in possibility of increasing the resistor's temperature, and the capillary tube is glued to the vacuum
10 line.

Moreover, the capillary tube shape increases the chamber volume and, consequently, both the response inertia of the detector in the presence of the test gas, and the time necessary to have the detector again operating after a leak has been detected.

Planar membranes have been developed in the past to obviate these drawbacks.

15 These membranes have a composite structure in which a conventional metallic support layer, providing the structural strength, is associated with a thin layer of a material selectively permeable to the test gas. The support layer, which is of a gas impermeable material, has openings or windows through which the permeable layer is exposed at both faces. An example of such a membrane is disclosed in US patent No. 3,505,180, in which a hydrogen-permeable
20 layer of palladium is superimposed to a metal support layer provided with openings.

Yet, also that solution is not wholly satisfactory because of the different physical properties of the materials forming the membrane. For instance, the different thermal expansion coefficients may compromise the membrane life. Moreover, separation phenomena of the different layers forming the composite structure may occur. The latter drawback is very
25 penalising in terms of permeability to the test gas, since it limits the temperature to which the membrane can be heated.

It is a main object of the present invention to provide a selective membrane for leak detectors, allowing overcoming the above drawbacks, as well as a method for producing such a membrane.

30 It is another object of the present invention to provide a selective membrane for gas detection, having high sensitivity and reliability.

The above and other objects are achieved by a membrane for gas detection according to the invention, as claimed in the appended claims.

SUMMARY OF THE INVENTION

The membrane of the present invention can be kept at high temperature, without risks of loss of integrity, and hence it provides an extremely sensitive and reliable means for leak detection.

5 A gas-selective membrane made of a body comprising a material that is permeable to at least one selected test gas and substantially impermeable to at least another gas. At least one reduced thickness area that is highly permeable to the selected test gas is formed on the body by removing the material from the body according to the detailed description of the method of manufacturing of the membrane. This reduced thickness area is surrounded by thicker area at
10 least partly for structural strength of the membrane. The at least one reduced thickness area is heated by electrical resistor that partly covering the reduced thickness area.

An apparatus for gas leak detection having a vacuum-tight chamber with a vacuum pump connected thereto incorporates this gas-selective permeable membrane separating at least a portion of the vacuum chamber from the outside environment.

15 A non- limiting exemplary embodiment of the membrane according to the invention and of the method of manufacturing thereof is disclosed in the detailed description of the invention with reference to the accompanying drawings.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

20 Fig. 1 is a plan view of the membrane for gas detection according to the invention;
 Fig. 2 is a schematic cross sectional view of the membrane according to the invention;
 Fig. 3 is a perspective view of a detail of the membrane;
 Fig. 4 is a schematic view of a leak detector equipped with a membrane according to the invention; and
25 Figs. 5a, 5b, 5c to 5d show the main steps of the method according to the invention for producing the membrane.

DETAILED DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENT

Referring to Figs. 1 and 2, there is shown a membrane 1 according to the invention,
30 comprising a body 11 in which dead cavities 13 are formed, which define an equal number of reduced thickness areas 15 on membrane 1.

Body 11 of membrane 1 preferably consists of a sheet-like disc and it is made of a material selectively permeable to gases.

For example, quartz, glass with high silica content and palladium are materials
35 selectively permeable to gases.

If membrane 1 is used for detecting helium, the material used for producing the membrane will preferably be quartz or glass with high silica content. In such case, the thickness of membrane 1 will preferably be in the range 800 to 900 μm , and reduced thickness areas 15 will be about 10 μm thick.

5 Cavities 13 are preferably circular and have in axial direction an outward-flaring conical cross section. Moreover, said cavities 13 will preferably be formed on a same face 11a of membrane 1.

Heating means 17 are provided on the opposite face 11b of membrane 1. An electric resistor adhering to the face 11b of membrane 1 and extending through all reduced thickness
10 areas 15 forms heating means 17.

Advantageously, in order to uniformly heat reduced thickness areas 15, resistor 17 extends along at least a portion of the perimeter of areas 15, preferably according to a circular path that is located substantially at an intermediate distance between the centre of each area 15 and the outer edge thereof.

15 Thus, areas 15 can be uniformly heated and the temperature required to make the material gas permeable is uniformly obtained over the whole corresponding area 15. Moreover, resistor 17 is equipped with a pair of terminals 19 for connecting resistor 17 to an electric current source (not shown).

Advantageously, according to the invention, both areas 15 and resistor 17 heating them is
20 located within a perimeter defined by an annulus 11c having sufficient width to ensure the effective bonding of membrane 1, for instance by gluing, to the walls of the vacuum-tight chamber of the leak detector. Advantageously, said annulus 11c will be substantially "cold" with respect to areas 15, since it is not run through by resistor 17. Thus, the adhesion of membrane 1 to the chamber walls will not be harmed.

25 As better shown in Fig. 3, resistor 17 comprises a film 17a of a conductive material, preferably chromium or in the alternative copper or aluminium, and is bonded to membrane 1 through a layer of adhesive material 17b, for example of titanium. Conductive layer 17a is moreover coated with a protecting layer 17c, for instance of gold.

Referring to Fig. 4, there is schematically shown a leak detector, generally denoted 31.
30 Detector 31 comprises a vacuum-tight chamber 33 obtained by means of a hollow cylindrical body 39, one end of which is connected to the suction port of a vacuum pump 37, for example, an ionic pump. The other end of chamber 33 is separated from the outside environment by a gas-selective permeable membrane 1, of the kind described with reference to the previous Figures.

Advantageously, said membrane 1 is bonded to cylindrical body 39 defining chamber 33
35 along circular rim 41 of said cylindrical body 39. Membrane 1 is preferably bonded to said rim

41 by gluing peripheral annulus 11c of membrane 1.

In the alternative, membrane 1 may be glued to a metal ring, subsequently brazed to rim 41 of chamber 33.

Membrane 1 is preferably mounted so that electric resistor 17 faces the outside of chamber 33.

Moreover, reduced thickness areas 15 are so distributed that annulus 11c of the membrane, attached by the gluing to rim 41, is kept at a sufficiently low temperature in order not to harm the holding of the gluing.

The apparatus thus obtained is placed in the environment to be tested, into which a certain amount of test gas might have been previously introduced. An electronic supply unit 19 connected to pump 17 is arranged to detect the presence of test gas, if any, inside chamber 33 thanks to the variation in the current drawn by the pump.

Referring to Figs. 5a to 5d, the major steps of the method of manufacturing a gas-selective permeable membrane are shown.

First, as shown in Fig. 5a, a sheet 51 of a material selectively permeable to the test gas, for instance amorphous quartz, is coated with a uniform layer of amorphous silicon 53. A thin uniform layer 55 of a photosensitive material, (for instance the commercially available material Photoresist HPR504 ARCH Positive) is applied onto layer 53. Subsequently layer 55 is covered with a lithographic mask 57 having openings 59 in correspondence with the areas of sheet 51 where a reduced thickness is to be obtained. Said mask 57 may be formed by instance by using chromium deposited on optical quartz, or a polyester film commercially available under the name "Mylar®".

The above assembly is exposed to ultra-violet radiation UV perpendicular to sheet 51, on the side where lithographic mask 57 is provided.

The effect of radiation is to remove material from photosensitive layer 55 in the exposed areas, i.e. in the areas corresponding to openings 59 in mask 57. Thus the pattern of openings 59 in mask 57 is reproduced on photosensitive layer 55.

At the end of the irradiation step, lithographic mask 57 is removed and sheet 51 is submitted to dry etching by means of a plasma, preferably of CF_4 , as shown in Fig. 5b. Plasma etching only affects amorphous silicon layer 53 in the exposed areas corresponding to openings 61 in photosensitive layer 55, so that the pattern of the openings in photosensitive layer 55 is reproduced on amorphous silicon layer 53.

Photosensitive layer 55 is then removed and sheet 51 is submitted to drilling by a ultrasonic drill 63, as shown in Fig. 5c. Ultrasonic drilling only provided within the areas in sheet 51 that are left uncovered by amorphous silicon layer 53, in correspondence with openings

65, and creates a plurality of cavities 13 in sheet 51: thus, an equal number of reduced thickness areas 15, highly permeable to the test gas, will be defined.

A further step of the method according to the invention, shown in Fig. 5d, is a wet etching treatment. Sheet 51, still partly coated with amorphous silicon layer 53, is placed into a
5 suitable cell 71, suspended by means of a frame 73 on which sheet 51 is placed while being supported by ring seals 37. Sheet 51 is immersed into a bath 75 of HF and water, by the action of which cavities 13 are finished by wet etching.

Once the processing of the membrane is complete, amorphous silicon layer 53 is removed and, if necessary, the heating resistor is applied.

10 According to another embodiment, the method of manufacturing the membrane is achieved by directly treating a sheet of a material selectively permeable to the test gas, for instance amorphous quartz, by ultrasounds in order to obtain a plurality of reduced thickness areas. According to this method, ultrasonic drills of extremely high precision should be utilised.

WHAT IS CLAIMED IS:

1. A gas-selective permeable membrane comprising:
a body (11) of a material permeable to at least one selected test gas and substantially impermeable to at least another gas, said body (11) comprises at least one reduced thickness area
5 (15) highly permeable to said test gas, said reduced thickness area (15) being at least partly surrounded by a thicker area (16) ensuring the structural strength of the membrane.
2. The gas-selective permeable membrane of claim 1, comprising a plurality of said reduced thickness areas (15), said reduced thickness areas (15) being completely surrounded by
10 a plurality of thicker areas (16).
3. The gas-selective permeable membrane of claim 2, wherein said thicker areas (16) are substantially impermeable to said at least one selected test gas.
- 15 4. The gas-selective permeable membrane of claim 3, wherein said reduced thickness areas (15) have a circular shape.
5. The gas-selective permeable membrane of claim 4, wherein said body (11) is shaped as a planar disc.
20
6. The gas-selective permeable membrane of claim 5, wherein said reduced thickness areas (15) are distributed on a same face of said disc.
7. The gas-selective permeable membrane of claim 6, wherein said reduced thickness areas
25 (15) are randomly distributed.
8. The gas-selective permeable membrane of claim 7, wherein said reduced thickness areas (15) are formed by corresponding dead cavities (13) with conical and outward-flaring longitudinal cross-section.
30
9. The gas-selective permeable membrane of claim 1, further comprising heating means (17) for heating said at least one reduced thickness area (15).
10. The gas-selective permeable membrane of claim 9, wherein said heating means (17)
35 comprises an electrical resistor partly covering said reduced thickness area (15).

11. The gas-selective permeable membrane of claim 10, wherein said reduced thickness areas (15) have substantially circular shape, and wherein said electrical resistor extends along at least part of a circumference of which the diameter is between the diameter of said reduced thickness areas (15) and a centre thereof.
12. The gas-selective permeable membrane of claim 11, wherein said electrical resistor (17) comprises a film (17a) of a conductive material bonded to said body through an adhesive layer (17b), said conductive film being coated with a protecting layer (17c).
13. The gas-selective permeable membrane of claim 12, wherein said film (17a) is made of a material selected from the group consisting of chromium, copper and aluminium,
14. The gas-selective permeable membrane of claim 12, wherein said adhesive layer (17b) is made of titanium.
15. The gas-selective permeable membrane of claim 12, wherein said protecting layer (17c) is made of gold.
16. The gas-selective permeable membrane of claim 1, wherein said body is made of quartz or glass with high silica content, and wherein said at least one selected gas is helium.
17. The gas-selective permeable membrane of claim 16, wherein said body is a sheet having a thickness in a range of 800 to 900 μm , and wherein said reduced thickness areas (15) are about 10 μm thick.
18. An apparatus for gas leak detection, comprising:
a vacuum-tight chamber;
a vacuum pump connected to said chamber to bring the pressure in said chamber to a lower value than in an outside environment;
a gas-selective permeable membrane separating at least a portion of said chamber from the outside environment, said membrane comprising:
a body of a material permeable to at least one selected test gas and substantially impermeable to at least another gas, said body comprising at least one reduced thickness area highly permeable to said test gas, said reduced thickness area being at least partly surrounded by

a thicker area; and

heating means for heating said at least one reduced thickness area with an electrical resistor partly covering said reduced thickness area, and

means for detecting a presence of said at least one selected test gas in said chamber.

5

19. The apparatus for gas leak detection of claim 18, wherein said body of said gas-selective permeable membrane is a planar disk with a plurality of said reduced thickness areas having circular shapers being completely surrounded by a plurality of said thicker areas that are substantially impermeable to said at least one selected test gas.

10

20. A method of manufacturing a gas-selective permeable membrane, comprising the steps of:

providing a body (11) of a material permeable to at least one determined test gas and substantially impermeable to at least another gas;

15

forming at least one reduced thickness area (15) permeable to said at least one gas on said body (11), and

removing a material from said body so as said at least one reduced thickness area (15) being at least partly surrounded by a thicker area (16) ensuring the structural strength of the membrane.

20

21. The method of claim 20, wherein said body is a planar sheet (51) and wherein said step of removing the material from said planar sheet further comprising:

coating a face of said planar sheet (51) with a layer of amorphous silicon (53);

coating said layer of amorphous silicon with a layer (55) of a photosensitive material;

25

covering said photosensitive layer (55) with a lithographic mask (57) having a plurality of openings (59);

submitting said face to ultra-violet ray irradiation;

removing said lithographic mask (57) and submitting said face to a dry etching process by a plasma treatment;

30

removing said layer (55) of photosensitive material and submitting said face to an ultrasonic drilling process; and

submitting said face to a wet etching process in a bath of an acid solution, and removing said amorphous silicon layer (53).

35

22. The method of claim 21, wherein said bath is an aqueous HF solution.

23. The method of claim 21, further comprising the step of applying a film of conductive material forming an electrical resistor (17), onto said planar sheet (51), by gluing or deposition.

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

A gas-selective permeable membrane (1) utilisable in a leak detector for a gas, more particularly helium, comprising a sheet-like body (11) on which at least one reduced thickness area (15) is defined by removing a material from the sheet-like body. This at least one reduced thickness area (15) being permeable to at least one gas and formed so as that it is partly surrounded by a thicker and substantially gas-impermeable area (16) ensuring the structural strength of said membrane.

【 図 1 】

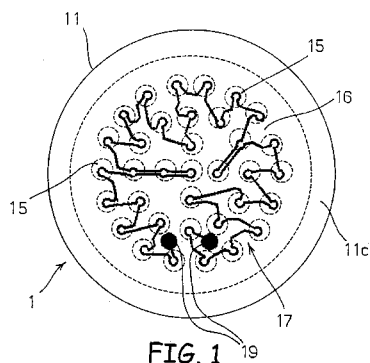


FIG. 1

【 図 4 】

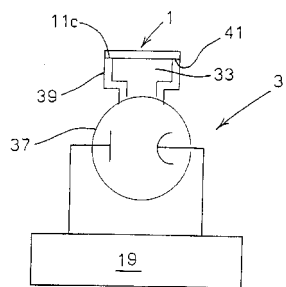


FIG. 4

【 図 2 】

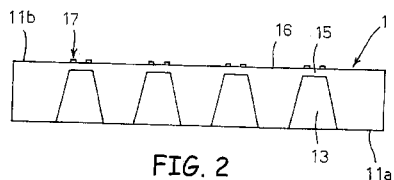


FIG. 2

【 図 5 a 】

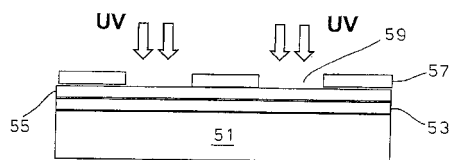


FIG. 5a

【 図 3 】

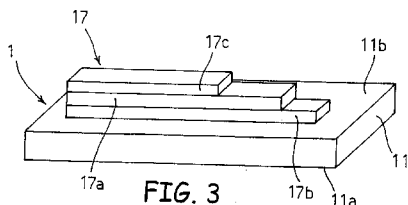


FIG. 3

【図 5 b】

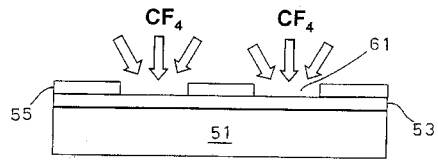


FIG. 5b

【図 5 c】

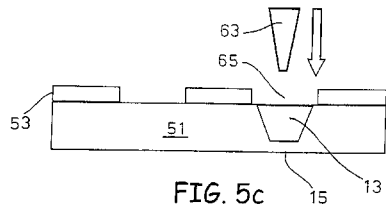


FIG. 5c

【図 5 d】

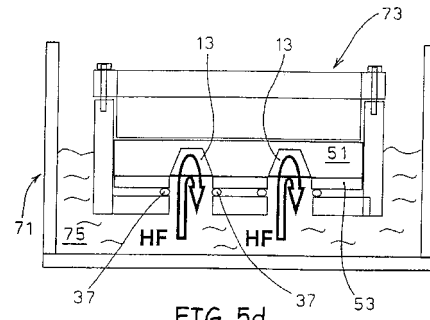


FIG. 5d