

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 30.11.90.

③0 Priorité :

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 : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : LABORATOIRES
D'ELECTRONIQUE PHILIPS Société Anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Baudry Hughes, Jean Claude et
Ongaretti Sylvie.

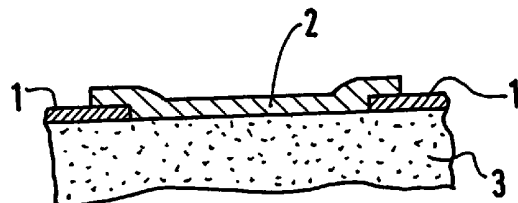
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Lottin Claudine.

⑤4 Circuit de résistances pour jauge de contrainte.

⑤7 Circuit de résistances en couches associées à un substrat, pour la détection et la mesure de contraintes appliquées à ces résistances, caractérisé en ce que le substrat est une zircone ZrO_2 partiellement stabilisée dans une structure cubique incluant une phase quadratique en faible teneur de précipités métastables formant une pastille mince.

Application: jauges de contrainte.



"CIRCUIT DE RESISTANCES POUR JAUGE DE CONTRAINTE"

L'invention concerne un circuit de résistances en couches associées à un substrat, pour la détection et la mesure de contraintes appliquées à ces résistances.

Il est déjà connu du dispositif Philips HR 2383
05 une balance comportant un circuit de résistances. Ces résis-
tances sont formées par des couches résistives sérigraphiées
sur un substrat en alumine. Quatre de ces résistances sont
montées en pont dit de Wheatstone. Au cours d'une mesure de
10 poids ou de pression, deux des résistances se trouvent en
compression, alors que les deux autres sont en extension. Il
en résulte un déséquilibre du pont de Wheatstone et la
création aux bornes du pont d'un signal proportionnel à la
déformation des couches résistives. Ceci est dû à l'évolution
15 appliquée. Dans ce dispositif, on met donc à profit le défaut
de stabilité de la valeur des résistances soumises à une
compression pour réaliser des jauges de contrainte et par
exemple des balances;

Cependant les dispositifs connus présentent deux
20 inconvénients. Ces deux inconvénients viennent du fait que le
substrat sur lequel les résistances sont sérigraphiées est
l'alumine. Ce matériau est celui qui est le plus couramment
utilisé pour réaliser les circuits sérigraphiés en couches.
Par conséquent, il a été tout naturellement adopté pour
25 réaliser les jauges de contrainte connues. Car les substrats
en alumine sont bon marché, facilement disponibles, et le
concepteur de circuits en couches sérigraphiées connaît bien
les techniques et les matériaux (encres) appropriés à réaliser
les circuits résistifs sur de tels substrats. Mais il s'avère
30 à l'usage, que si la partie réalisation des jauges de con-
trainte sur alumine est aisée à mettre en oeuvre, la partie

utilisation est décevante. En effet, d'une part les substrats en alumine sont peu résistants mécaniquement, et d'autre part les signaux électriques fournis par les circuits résistifs montés en jauge de contrainte sont faibles.

05 Le but de l'invention est donc de proposer un nouveau type de substrat et de nouvelles compositions de couches résistives adaptées à ce nouveau substrat pour réaliser des jauges de contrainte dont la résistance mécanique est améliorée, et dont la sensibilité est plus grande, dû au
10 fait que le montage de résistances est capable de fournir un signal plus grand pour une même contrainte.

 Ce problème est résolu au moyen d'un dispositif tel que défini dans le préambule et caractérisé en ce que le substrat est une zircone ZrO_2 partiellement stabilisée dans
15 une structure cubique incluant une phase quadratique en faible teneur de précipités métastables, formant une pastille mince.

 L'invention sera décrite ci-après en détail, en référence avec les figures, parmi lesquelles :

 - la figure 1 représente une résistance sérigraphiée, en coupe simplifiée ;
20
 - la figure 2 représente un circuit de résistances à titre d'exemple pour constituer une jauge de contrainte.

 Comme on l'a remarqué plus haut, l'alumine pure, substrat traditionnel des circuits en couches sérigraphiée se
25 révèle être un substrat mal adapté à la réalisation de jauges de contrainte.

 Or il existe actuellement dans le commerce un matériau de zircone stabilisée qui présente à la fois de bonnes propriétés mécaniques et électriques. Ce matériau se
30 présente à la vente sous la forme de blocs massifs et est utilisé à ce jour pour former des lames de couteaux ou de ciseaux qui ont la propriété de nécessiter des affûtages moins fréquents que l'acier, ou pour former des sondes à oxygène, ou encore des creusets.

35 . La zircone pure ou oxyde de zirconium ZrO_2 existe

sous trois formes cristallines : cubique, quadratique et monoclinique. Son refroidissement à partir d'une température de fusion de 2700°C conduit d'abord à une cristallisation selon une structure cubique stable jusqu'à 2370°C, température à laquelle se produit un premier changement de la phase cubique vers la phase quadratique. Pour une température comprise entre 1150°C et 100°C se produit une seconde transformation de la phase quadratique vers la phase monoclinique, de type martensitique. Une importante variation de volume, de 3 à 5 % accompagne cette dernière réaction et engendre l'effritement du matériau au cours de la transition. C'est pourquoi, la zirconite est stabilisée dans la phase cubique à toutes températures par l'incorporation d'oxydes métalliques tels que MgO, CaO, Y₂O₃. Cependant l'incorporation de ces oxydes doit rester dans des proportions limitées, car de trop grandes quantités entraînent une diminution des propriétés mécaniques de la zirconite. La zirconite est alors dite partiellement stabilisée, du fait qu'elle est formée d'une matrice cubique stable comprenant une phase quadratique en faible teneur, maintenue sous forme de précipités métastables dans cette matrice. Dans ce cas, la matrice exerce une pression suffisante sur les précipités qui s'opposent à la transformation martensitique lors du refroidissement.

L'élaboration de ces matériaux est obtenue par frittage naturel à l'air d'une poudre de zirconite en présence d'ajouts de densification et stabilisants, c'est-à-dire par exemple la magnésite MgO, la chaux CaO ou l'oxyde d'yttrium Y₂O₃.

Selon les quantités de stabilisants, la charge à la rupture de la zirconite varie et présente un maximum pour des compositions incluant :

soit 3 à 6 moles % de Y₂O₃

6 à 12 moles % de MgO ou CaO.

Il est important de noter que les performances des zircons totalement ou partiellement stabilisés sont également

fonction de la taille des particules à l'état quadratique, notamment le diamètre des particules quadratiques dans la matrice cubique doit être tel qu'elles restent quadratiques à température ordinaire.

05 Pour l'utilisation en vue de la réalisation de substrats pour circuits en couches sérigraphiées, la zircone partiellement stabilisée, disponible dans le commerce sous forme de blocs, doit alors être usinée pour fournir des plaquettes minces dont les dimensions seront favorablement :

10 largeur x longueur x épaisseur = 25 x 50 x 1 mm.

Dans une variante de l'invention, on peut également utiliser comme substrat, de l'alumine frittée renforcée par des inclusions de zircone stabilisée. Le module de rupture est élevé et présente un maximum pour la composition où le matériau d'alumine contient 10 % de ZrO_2 sans stabilisant. Si un stabilisant est ajouté, par exemple 2 % Y_3O_3 , alors on observe un maximum de résistance à la rupture lorsque le composé d'alumine comprend 20 % de ZrO_3 . Si la teneur en ZrO_2 augmente, dans les deux cas (avec ou sans stabilisant) ces caractéristiques diminuent.

20 Après préparation du substrat 3, des résistances 102 en couches sérigraphiées sont réalisées, par exemple sous forme d'un circuit en pont de Wheatstone comme il est connu de l'état de la technique et par exemple représenté schématiquement sur la figure 2.

25 Cependant le procédé de réalisation de ces résistances, connu par exemple du brevet FR n° 1 541 456, ne peut être appliqué, du fait de la modification du substrat. Une nouvelle composition pour réaliser des couches résistives est donc proposée.

30 L'encre comprend une partie active d'oxyde de ruthénium, et un liant en verre, ces deux constituants étant finement broyés et mis en suspension dans un liquide organique tel qu'une solution d'éthyl cellulose dans du terpinéol.

35 Dans le but d'obtenir une encre résistive pour

réaliser des résistivités ρ de valeurs :

$$1 \Omega.cm \leq \rho \leq 10 \Omega.cm$$

l'oxyde de ruthénium sera mis en proportion volumique dans le verre

05	RuO ₂	20 à 30 %
	Verre	80 à 70 %

Dans des variantes, pour ajuster les valeurs des résistances et les coefficients de température, on peut ajouter à la composition résistive, d'autres oxydes en faible proportion, tels RhO₂, IrO₂ par exemple.

10 La composition du verre variera selon que l'on adoptera pour substrat la zircone partiellement stabilisée, qui est le composé préféré, ou bien l'alumine-zircone moins onéreuse, mais aux propriétés moins bien adaptées à l'application aux jauges de contrainte.

15 Pour un substrat en zircone partiellement stabilisé ou bien en alumine-zircone, le tableau I suivant donne la composition de verre en pourcentage molaire :

TABLEAU I

20	SiO ₂	20 à 45 %
	Pb O	70 à 25 %
	B ₂ O ₃	10 à 30 %
	Al ₂ O ₃	0 à 15 %
	ZnO	0 à 45 %
25	CaO, SrO, BaO	0 à 20 %

les pourcentages les plus élevés n'étant pas tous choisis en même temps, et le tableau II donne la composition préférée pour le verre, en moles, dans le cas d'un substrat en zircone partiellement stabilisée :

TABLEAU II

30	SiO ₂	20 %
	Pb O	50 %
	B ₂ O ₃	10 %
	Al ₂ O ₃	10 %
	ZnO	10 %

Pour un substrat en alumine-zircone, le tableau III donne la composition préférée du verre :

TABLEAU III

05	SiO ₂	35 %
	Pb O	35 %
	B ₂ O ₃	20 %
	Al ₂ O ₃	5 %
	CaO	5 %

10 Dans des variantes, on peut ajouter à la composition du verre décrite plus haut, des oxydes en faible proportion tels que Nb₂O₅; Ta₂O₅ par exemple, qui permettent d'ajuster les coefficients de température de la résistance réalisée.

15 Pour la fabrication de l'encre sérigraphiable, on réalise d'abord le verre à partir des produits des tableaux I à III. A titre d'exemple, le mélange des poudres est porté à haute température (1100°C à 1350°C) pendant trois heures dans un creuset en platine ; le verre est ensuite coulé, trempé à l'eau, concassé puis refondu à la même température durant une
20 heure pour une bonne homogénéisation.

A ce stade, on prélève un échantillon qui est coulé puis recuit à une température proche du point de recuit supérieur pendant 30 minutes. (Le point de recuit supérieur correspond au changement de pente de la courbe de dilato-
25 métrie). Le but du recuit est d'obtenir un verre libre des tensions apparues au cours du refroidissement.

Le verre est ensuite broyé dans l'eau à l'aide d'un broyeur planétaire puis d'un broyeur à rouleaux.

30 La suspension est filtrée puis séchée à 300°C pendant trois heures. Avant son utilisation la poudre est tamisée très finement.

L'oxyde de ruthénium est disponible dans le commerce sous forme hydratée. La poudre directement utilisable est obtenue après calcination à 850°C pendant 12 heures.

35 L'encre est obtenue ensuite par dispersion du

dioxyde de ruthénium et de la poudre de verre dans un véhicule organique composé de :

Ethylcellulose 5 %

Terpinéol 95 %

05 L'ensemble est homogénéisé dans un mortier mécanique à pilon en céramique pendant une heure.

Exemple de mise en oeuvre de l'invention

10 La sérigraphie consiste à déposer sur le substrat, à travers un masque au motif à reproduire, une ou plusieurs couches d'encre.

15 Il est nécessaire de réaliser autant de masques et d'écrans qu'il y a de couches différentes à déposer. Par exemple pour réaliser des résistances, on réalisera deux couches principales : l'une d'une encre totalement conductrice pour les liaisons et les contacts et l'autre de l'encre résistive décrite plus haut.

Comme encre conductrice on pourra utiliser tout matériau connu de l'homme du métier et approprié à être cuit dans l'air.

20 Après avoir tracé sur ordinateur les motifs des masques à réaliser, on reproduit ceux-ci à l'échelle 10 sur un film pelliculable.

25 Le film pelliculable est constitué d'une couche masque en gélatine destinée à être découpée, fixée sur un support polyester. La découpe s'effectue à l'aide d'une table traçante pilotée par l'ordinateur. On élimine les parties découpées qui seront celles à imprimer.

30 Les motifs obtenus sont alors réduits à l'échelle 1 par microphotographie, puis visionnés sur un projecteur (x 200) afin de contrôler leur définition et la restitution des cotes.

35 On utilise un écran composé d'un tissu en inox, caractérisé par son nombre de Meshs (nombre de mailles par pouce), tendu sur un cadre, sur lequel on va restituer le motif réalisé auparavant. Les formats standards sont 100, 165, 200 et 325 Meshs.

Pour ce faire on colle par capillarité sur l'écran une gélatine photosensible. Le négatif de la microphotographie est alors placé sur l'écran, et l'ensemble est insolé aux U.V.. Ainsi, toutes les parties exposées durcissent (résine négative).

Enfin, l'écran est arrosé à l'eau tiède : la gélatine s'élimine aux endroits non insolés correspondant aux parties à imprimer.

L'écran est fixé sur une machine à sérigraphier pneumatique et automatique. Le substrat est maintenu par aspiration sur un support que l'on peut déplacer en x, y et θ afin de l'ajuster par rapport à l'écran.

Plusieurs paramètres de réglage dépendent des caractéristiques de l'encre (rhéologie) et conditionnent l'aspect de la couche épaisse obtenue après cuisson. Ce sont principalement :

- la distance écran-substrat ;
- la vitesse de passage de la raclette qui étale l'encre à travers l'écran ;
- la tension de cisaillement exercée par la raclette sur l'écran.

Les échantillons sont obtenus après sérigraphie sur des substrats de dimensions 1x2 pouces et d'épaisseur 0.635 mm. (Des substrats de 0.250 mm et 1 mm ont aussi été utilisés).

L'opération de sérigraphie consiste à déposer successivement suivant le schéma de la figure 1, qui montre une résistance en coupe :

- une couche conductrice 1 Argent-Palladium à travers un écran de 325 Meshs, pour former les connexions,
- une couche résistive 2 dont le matériau conducteur est le dioxyde de ruthénium.

Les couches sont déposées sur le substrat choisi

3.
Après l'impression on procède à un étuvage de

15 minutes à 140°C pour éliminer la majeure partie des solvants contenus dans les encres, avant la cuisson.

Le choix du dioxyde de ruthénium comme matériau conducteur dans les encres résistives est motivé par deux
05 facteurs intéressant les utilisateurs :

- la possibilité de réaliser une large gamme de résistance de 10 ohms à plusieurs méga ohms.

- la cuisson en atmosphère normale, c'est-à-dire sous air.

10 Le choix de l'argent-palladium comme encre conductrice est dicté par ses propriétés de compatibilité (cuisson sous air) avec l'encre résistive.

La cuisson dure environ 50 minutes avec un palier de 11 minutes à la température maximale de 850°C. Elle a lieu
15 dans un four à passage.

Pour les besoins des mesures de facteur de Jauge, les substrats sont prédécoupés avec précision au laser. Puis ils sont grillés à 1300°C.

Tel que représenté sur la figure 2, à titre
20 d'exemple, un circuit pour réaliser une balance comprend des résistances 2a, 2b, 2c, 2d montées en pont de Wheatstone, reliées entre elles par les interconnexions 1 conductrices, un détecteur 4 de la variation de tension qui apparaît dans le pont, et un circuit annexe de compensation en température
25 comprenant des résistances sérigraphiées 21, 22 du même type que les résistances 2 et un circuit amplificateur 5.

30

35

REVENDEICATIONS:

1. Circuit de résistances en couches associées à un substrat, pour la détection et la mesure de contraintes appliquées à ces résistances, caractérisé en ce que le substrat est une zircone ZrO_2 partiellement stabilisée dans une structure cubique incluant une phase quadratique en faible teneur de précipites métastables formant une pastille mince.

2. Circuit selon la revendication 1, caractérisée en ce que la zircone est partiellement stabilisée par ajout d'oxyde métalliques choisis parmi l'oxyde de magnésium MgO , l'anhydride calcique CaO , l'oxyde d'Yttrium Y_2O_3 , l'oxyde métallique choisi étant inclus dans le composé avec une concentration en moles de 6 à 12 moles % pour MgO et CaO ou de 3 à 6 Moles % pour Y_2O_3 .

3. Circuit selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que les résistances en couche sont constituées d'une composition sérigraphiée résistive comprenant un mélange pouvant être cuit à l'air d'oxyde de ruthénium en poudre comme élément actif et d'un verre comme élément passif, mélange dans lequel d'oxyde de ruthénium a une concentration de 20 à 30 % en volume, le verre occupant 80 à 70 % en volume.

4. Circuit selon la revendication 3, caractérisé en ce que, dans la composition résistive le verre comprend en moles :

25	SiO_2	20 à 45 %
	PbO	70 à 25 %
	B_2O_3	10 à 30 %

les pourcentages les plus élevés n'étant pas tous choisis en même temps, et en complément à 100 % éventuellement

30	Al_2O_3	0 à 15 %
	ZnO	0 à 45 %
	CaO, SrO, BaO	0 à 20 %

5. Circuit selon la revendication 4, caractérisé en ce que le verre comprend en moles :

- | | | |
|----|--------------------------------|------|
| | SiO ₂ | 20 % |
| | Pb O | 50 % |
| | B ₂ O ₃ | 10 % |
| | Al ₂ O ₃ | 10 % |
| 05 | SrO | 10 % |
6. Circuit selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la zircone stabilisée contient en outre de l'alumine dans les proportions 55 à 95 % en volume.
7. Circuit selon la revendication 6, caractérisé en ce que le verre pour réaliser la composition résistive comprend en moles :
- | | | |
|----|--------------------------------|------|
| | SiO ₂ | 35 % |
| | Pb O | 35 % |
| | B ₂ O ₃ | 20 % |
| 15 | Al ₂ O ₃ | 5 % |
| | CaO | 5 % |
8. Circuit selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les interconnexions entre les résistances sont constituées par des couches sérigraphiées au moyen d'une encre dont l'élément actif est l'argent-palladium.
9. Circuit selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que pour la mesure des contraintes, les résistances sont montées en pont de Wheatstone.
10. Circuit selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il comporte un circuit de compensation en température.

30

35

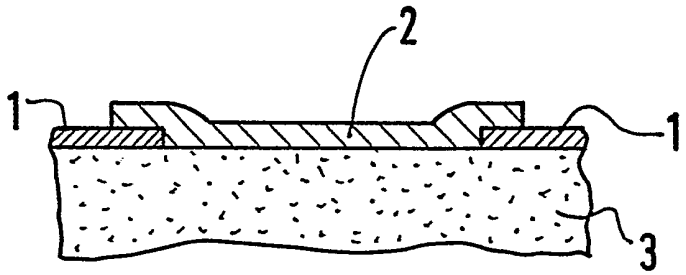


FIG.1

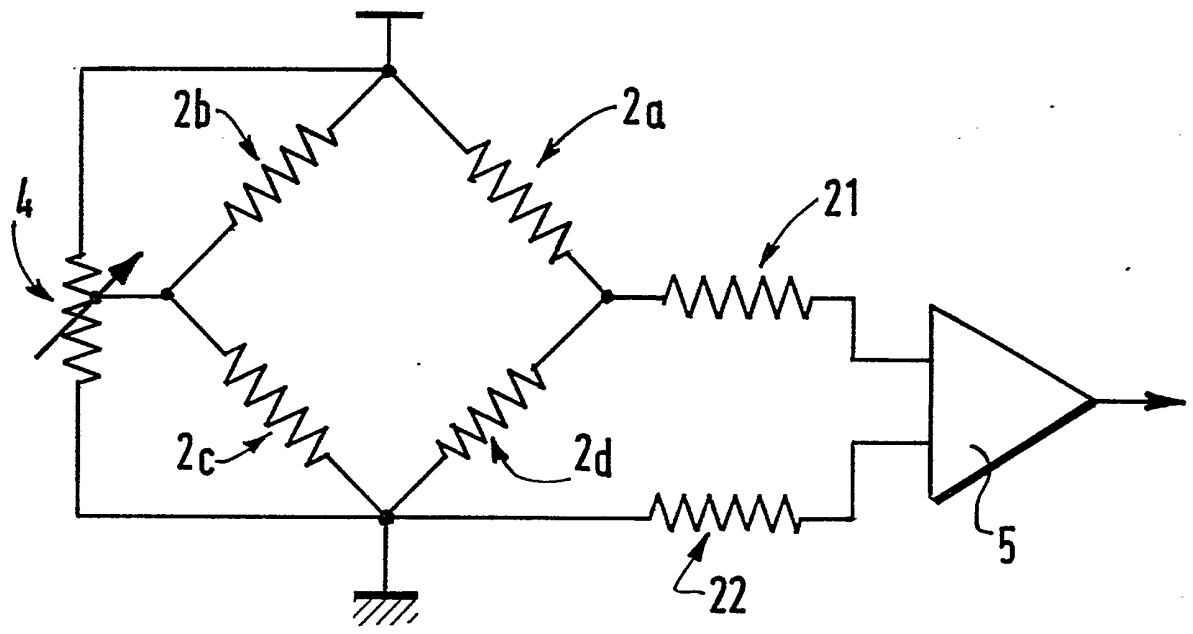


FIG.2

INSTITUT NATIONAL
 de la
 PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche

FR 9015029
 FA 453384

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP-A-0 124 948 (N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN) * revendication 2 * ---	4,7
A	EP-A-0 071 190 (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) * revendication 5 * ---	2
A	DE-A-3 008 608 (N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN) * page 7, lignes 8-16 * ---	3,5,7
A	US-A-4 175 061 (K. FUJIMURA) * revendications 1,3 * -----	2,5,7
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		G 01 L 1/22 H 01 C 17/06
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
13-08-1991		KOEHN G
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

EPO FORM 1503 03.82 (P0413)