

REZULTATE EXPERIMENTALE PRIVIND REALIZAREA UNUI SENZOR INTELIGENT PENTRU MONOXID DE CARBON

R. MEDIANU*, V.MIHĂILĂ**, C.CEPIȘCĂ***

* NATIONAL INSTITUTE FOR LASERS, PLASMA AND RADIATION PHYSICS

** INSTITUT OF OPTOELECTRONICS BUCHAREST

***POLITEHNICA UNIVERSITY OF BUCHAREST

Abstract:

In this paper, we present experimental results for the smart sensor for carbon monoxide and the nanotechnologies utilized. The paper is focused on the optimization of technological chain and the measurement results.

Keywords: smart sensor, carbon monoxide, technologies.

1. INTRODUCERE

Lucrarea prezintă aspecte ale tehnicilor de măsurare și de experimentare utilizate în studiul soluției pentru realizarea unui nou senzor bazat pe nanotehnologii.

Tehnologia de realizare a senzorului integrat se bazează pe un suport semiconductor procesat cu fascicul de ioni și depuneri în straturi compozite de grosimi nanometrice în tehnologie optică prin magnetron sputtering de RF.

Structura senzorului este prezentată în Fig.1.

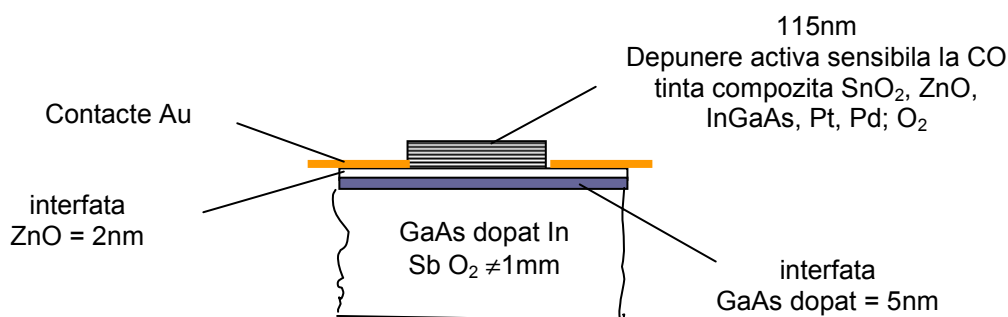


Fig.1. Structura senzorului de tip optoelectronic multistrat.

2. TEHNOLOGIA DE REALIZARE

Suportul selectat pentru model experimental este GaAs dopat cu oxigen și InSb care este procesat cu fascicul de ioni în scopul creșterii suprafeței sensibile efective la interacția cu monoxidul de carbon.

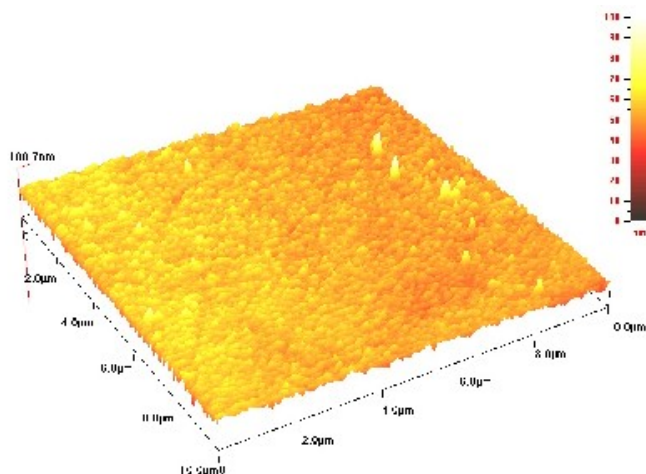


Fig.2. Suport de GaAs dopat cu oxigen și InSb, prelucrat la calitate optică în IR

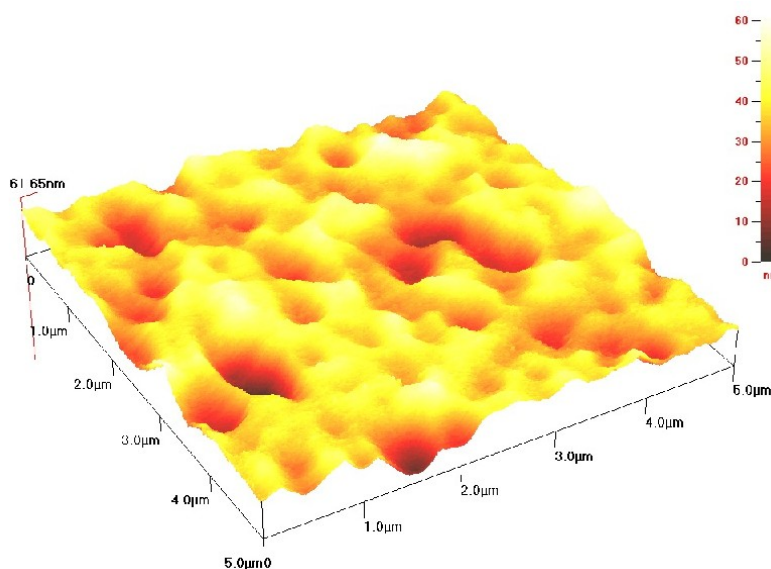


Fig.3. Suport de GaAs dopat cu oxigen și InSb, prelucrat la calitate optică în IR și procesat cu fascicul de ioni în scopul creșterii suprafeței specifice de interacție a gazului cu stratul sensibil.

Se poate observa, în urma analizei de suprafață făcută cu Atomic Force Microscop, că neuniformitățile superficiale la nivelul suprafeței active a substratului de GaAs (Fig.2) au crescut de la 20 μm la 50 μm (Fig.4)

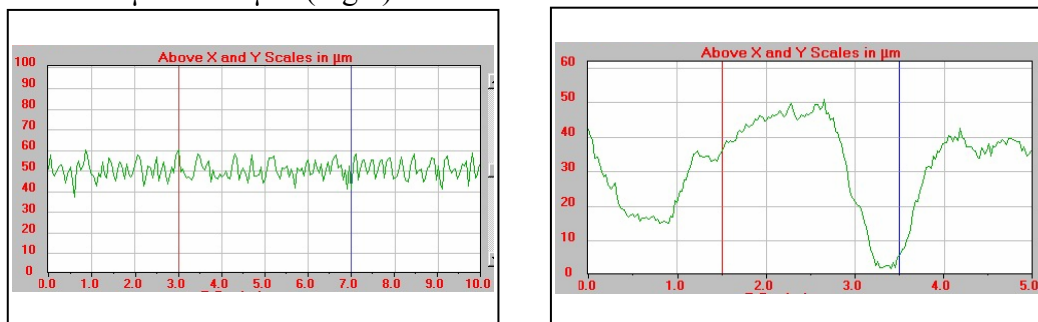


Fig.4. Analize cu AFM model NOMAD.

Dopantul InSb + O₂ conferă suportului o selectivitate crescută pentru gazul monoxid de carbon, specific modelului inteligent de senzor măsurat experimental.

Procesul tehnologic cuprinde, pe scurt, următoarele etape:

- igienizarea camerei de reacție, constă în curățarea dispozitivelor situate în camera de reacție cu un material textil, care nu lasă scame, îmbibat în alcool etilic absolut. Același proces se repetă cu acetona. Procesul are ca scop îndepărtarea eventualilor corpi străini, surse sigure de gazare cu impurități nedorite;
- montarea țințelor de oxid de Sn dopat cu ZnO, InGaAs/O₂ și Pt 2% Pd 2% la magnetronul M₁ și, secvențial, a țințelor pentru interfețe și pentru contactele electrice la magnetronul M₂ respectând configurarea geometriei de depunere, lucru care determină alegerea unui anumit factor de tooling;
- montarea cuarțurile, în prealabil calibrate pentru oxidul de Sn și Au, cuarțuri cu care se monitorizează grosimea straturilor nanometrice cu o exactitate de $5 \div 10 \text{ \AA}$, ceea ce înseamnă la o depunere de 50nm o exactitate cuprinsă între $0,01\% \div 0,1\%$.

Înainte de pornirea sistemelor de vidare se execută operația de purjare-formare a pompei cryogenice prin cuplarea la sistemul de purjare-formare cu N₂. Fiind îndeplinite aceste operațiuni se poate începe procesul de vidare al pompei cryogenice până la presiunea optimă intrării în acțiune a sistemului de răcire a acesteia. Procedul de răcire al pompei cryogenice se încheie după cca. 3½ ore de funcționare. În momentul în care pompa cryogenică a ajuns la temperatura optimă la care poate să înceapă pomparea se trece la ciclul automat de vacuum care execută în maximum 15 minute evacuarea gazelor până la presiunea de 10^{-2} torr și cuplează automat pompa cryogenică. În circa 15 minute se ajunge la presiunea la care instalația este gata de lucru ($5 \times 10^{-5} \div 5 \times 10^{-7}$ torr) și se poate introduce gazul de asistare (Ar) pentru o spălare timp de 10 minute a incintei.

- setarea parametrilor de amorsare a tunului de ioni și a parametrilor pentru acțiunea de procesare a suprafeței suportului:
 - caracteristicile electrice ale fasciculului de ioni: $\frac{V = 600V}{I = 15mA}$
 - caracteristicile electrice ale sistemului de accelerare: $\frac{V = 90V}{I = 2,1mA}$
 - caracteristicile electrice în zona de emisie electroni: $\frac{V = 415V}{I = 175mA}$
 - debitul gazului de asistare (Ar 99,99%) a fost stabilit la 15 s.c.cm, iar presiunea de lucru în camera de reacție a fost de 4×10^{-4} torr cu un timp de procesare / bombardare a suprafeței substratului de 30 minute
- la terminarea procedurii se ventilează cu N₂, timp de 20 minute, camera de reacție pentru continuarea procesului tehnologic. Se reia ciclul de vidare și după aproximativ 45 minute instalația este din nou gata de lucru.
- depunerea interfeței de GaAs dopat la o grosime de 5 nm, în atmosfera controlată de Ar 30 s.c.cm la presiunea de 5×10^{-3} torr cu o viteză de depunere de 1Å/s;
- depunerea interfeței de ZnO la o grosime de 2 nm, în atmosfera controlată de Ar 30 s.c.cm la presiunea de 5×10^{-3} torr cu o viteză de depunere de 0,1Å/s;
- setarea parametrilor de amorsare a plasmii în atmosferă controlată de Ar și ai regimului de evaporare ai magnetronului M₂ pentru a se depune contactele electrice inferioare ale suprafeței sensibile. De asemenea, sunt setați și parametrii de material în dispozitivul electronic de urmărire a grosimii straturilor depuse, adică densitatea materialului și impedanța acustică, factori necesari calculării grosimii straturilor de către calculatorul instalației. Grosimea stratului de Au este de 2000 Å și depunerea durează circa 1¾ ore cu viteză 0,5 Å/s.

- setarea parametrilor de amorsare și ai regimului de evaporare pentru magnetronul M_1 în vederea depunerii stratului de oxid de Sn dopat cu ZnO InGaAs/ O_2 Pt 2% și Pd 2%. Tot acum sunt setați din nou parametri de material în dispozitivul electronic de urmărire a grosimii straturilor depuse. Grosimea stratului este de 1150 Å și depunerea durează aproximativ 1 oră cu o rata de 0,5 Å/s. Depunerea acestui strat și reproductibilitatea tehnologică a depunerii lui sunt elemente primordiale în elaborarea și experimentarea modelului de senzor inteligent de CO;
- depunerea contactului electric superior de Au.

3. MICROCIPIUL REALIZAT

În Fig.5 este reprodus la scara 4:1 microcipul – elementul sensibil - realizat și experimentat.

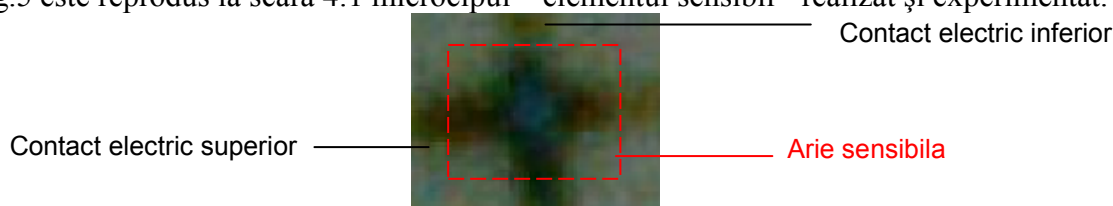
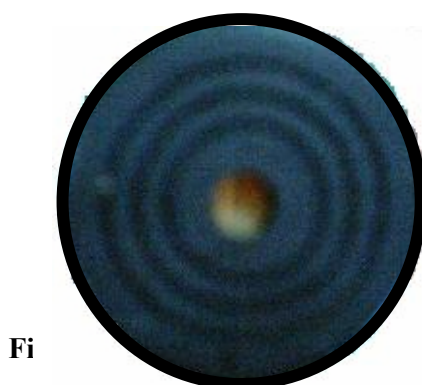


Fig.5. Fotografie microcip.

În Fig.6 este prezentată o propunere de model de încapsulare a microcipului la scara 2:1.



4. EXPERIMENTĂRI

Modelul experimental reprodus și măsurat între fazele tehnologice în conformitate cu procesul tehnologic, a fost supus probelor de sensibilitate, selectivitate, stabilitate și consum de energie.

Problema de bază la confecționarea senzorului este obținerea unei sensibilități suficiente, cu un raport mare "semnal/zgomot". La acest tip de senzori, unde rezistența variază funcție de concentrația gazului, sensibilitatea se definește ca:

$$S = G_{\text{aer}} / G_{\text{gaz}} \quad \text{sau} \quad S = G_{\text{aer}} / (G_{\text{aer}} - G_{\text{gaz}}) \quad (1)$$

pentru gaze și materiale de tip "n" reducătoare și ca:

$$S = G_{\text{gaz}} / G_{\text{aer}} \quad \text{sau} \quad S = (G_{\text{gaz}} - G_{\text{aer}}) / G_{\text{aer}} \quad (2)$$

pentru gaze și materiale de tip "p" oxidante.

În cazul materialelor de tip "p" definițiile se inversează.

Folosirea materialelor cu dimensiuni nanometrice face posibilă expunerea unei suprafețe mai mari la interacția cu gazul și deci crește reactivitatea fizico-chimică care are loc la suprafață.

Selectivitatea pe gaze toxice specifice, de exemplu CO, este o problemă extrem de importantă. Una din cele mai studiate căi de sporire a selectivității este procesarea semnalului. Pentru a găsi algoritmul de procesare a semnalului este necesară o calibrare corectă. Semnalul

de la ieșirea convertorului (SGS) și informația despre componența și concentrația compușilor trebuie să fie raportate una la cealaltă. Aceasta implică compararea semnalului la ieșirea sensorului cu datele de calibrare menționate. Prin această metodă poate fi aflat răspunsul sensorului în raport cu concentrația gazului.

În tabelul 1 sunt enumerați cei mai utilizați algoritmi de prelucrare.

Tabelul 1.

Algoritmi	Cantitativ	Calitativ	Model	Dirijați
Principal Component Analysis (PCA)	*		fara	Nu
Self Organising Maps (SOM)	*		fara	Nu
Cluster Analysis (CA)	*		fara	Da/Nu
Backpropagation Networks (BPN)	*	*	fara	Da
Polynomial Methods (PM)		*	bazat	Da
Multiple Linear Regression (MLR)		*	bazat	Da
Principal Component Regression (PCR)		*	bazat	Da
Partial Least-squares Regression (PLS)		*	bazat	Da
Radial Basis Function Networks (RBFN)		*	fara	Da

După cum se observă, acești algoritmi sunt bazați pe algoritmi cu regres polinomic sau linear sau pe rețele neurale.

Una din cele mai importante caracteristici ale senzorilor este reproductibilitatea semnalului. După cum a fost descris, funcționarea este bazată pe reacții fizico-chimice la suprafață și în volum, pe granule cristaline nanometrice, la temperaturi de circa 400°C. Acest dispozitiv este un sistem complex, care, de obicei, manifesta mari instabilități. Pentru a depăși aceste condiții dificile, au fost elaborate diferite strategii. Deoarece la originea devierilor stă interacțiunea “gaz-material sensibil”, au fost depuse multe eforturi pentru sporirea stabilității materialului prin tratamente termice de lungă durată (1–8 ore) la temperaturi mult superioare (1000°C) intervalului de temperatura (+200°C ÷ +400°C) în care funcționează senzorul în tehnologiile standard.

O alta strategie pentru sporirea stabilității constă în aplicarea rapidă a tratamentului termic suprafeței materialului sensibil înaintea începerii măsurătorilor. Unele materiale sensibile, cum ar fi WO₃, admit tratamentul de stabilizare a suprafeței, care constă în aplicarea tratamentului termic rapid (700°C câteva minute). De fapt, majoritatea producătorilor de supun senzorii unui tratament continuu timp de o săptămână pentru a evita prima etapă a instabilităților.

Așa cum s-a arătat, senzorii sunt dispozitive care necesită încălzire permanentă la temperaturi înalte. Senzorii care funcționează la temperaturi cuprinse între 200 ÷ 450°C consumă circa 1 W. Folosirea dopanților reduce temperatura de lucru, în cazul senzorilor pentru CO pe baza de SnO₂ dopat cu Pd, în jurul valorii de 250°C ceea ce micșorează consumul de putere la jumătate.

Un aspect important în reducerea consumului energetic îl reprezintă design-ul suprafeței. Un design inteligent și utilizarea unor substraturi de dimensiuni mai mici și mai fine poate reduce consumul la circa 0,4 W. Rezultate și mai bune se obțin prin utilizarea substraturilor microstructurate din Si sau GaAs care au o masă redusă și necesită o putere de încălzire mai mică. Substraturile microstructurate și design-ul avansat reduc consumul de putere până la 30 mW.

5. CONCLUZII

Utilizarea unor nanotehnologii pentru realizarea unui senzor inteligent pentru monoxid de carbon a condus la realizarea acestuia la performanțe superioare în privința selectivității și a consumului de energie. În lucrare se indică etapele urmate în realizarea senzorului și rezultatele obținute, în concordanță cu cerințele de calitate impuse.

REFERENCES

1. Hughes, T.A.. *Measurement and Control Basics*, Keller International Publishing Corp., 1994
2. Doebelin, E., O.; *Measurement Systems. Application and Design*, Fourth Edition, McGraw-Hill Publishing Company, New York, 1990
3. Cepisca, C, Jula, N., *Tructoare și senzori*, București, Ed.ICPE, 1998.
4. Khazan, A., *Transducers and Their Elements: Design and Application*, Prentice Hall, 1993
5. *** Contract RELANSIN nr. 1851/15.10.2003 „SENZOR INTELIGENT DE MONOXID DE CARBON ”