
Réalisation et automatisation d'un banc de mesure de résistance pour capteurs de gaz, sous le logiciel LabVIEW.

Minh-Tri Ta ^{(1) (2)}, **Ouafae Bennis** ^{(1) (3)}, **Zitouni Messai** ⁽²⁾, **Toufik Mouet** ⁽²⁾, **Valérie Harel** ^{(1) (2)}, **Laurianne Truffault** ⁽²⁾, **Thierry Devers** ^{(1) (2)}.

⁽¹⁾ *IUT de Chartres - Université d'Orléans*

Département Génie Industrie et Maintenance

1, Place Roger Joly, 28000 Chartres

⁽²⁾ *Equipe ISS- Institut PRISME- UPRES 4229*

21, rue Loigny la Bataille, 28000 Chartres

⁽³⁾ *Equipe MCDS - Institut PRISME – UPRES 4229*

21, rue Loigny la Bataille, 28000 Chartres

ouafae.bennis@univ-orleans.fr; thierry.devers@univ-orleans.fr

Sections de rattachement : 61, 63

Secteur : Secondaire

RÉSUMÉ. Cette étude consiste à développer un système de caractérisation non destructive dans un cadre didactique. Un banc de mesure de résistance a été mis au point pour des applications capteurs (Alcool, fumée de cigarette, CO...). Les films nanométriques utilisés pour ces capteurs sont de type ZnO, développés au laboratoire par voie électrochimique dans les études antérieures. Pour répondre à la spécificité de cette expérimentation, ces mesures ont été automatisées sous le logiciel LabVIEW. Les essais établis pour ces tests de capteurs au laboratoire présentent des mesures précises, fiables et reproductibles. Le banc a été adapté pour une utilisation dans le cadre des enseignements en maintenance au sein de département Génie Industriel et Maintenance de l'IUT de CHARTRES.

MOTS-CLÉS : LabVIEW, automatisation, film mince, capteur, nanomatériaux.

1. Introduction

La pollution atmosphérique et ses répercussions sur l'écosystème et les hommes est un problème majeur de notre temps. Parmi les pollutions les plus généralement médiatisées, on peut citer la qualité de l'eau et de l'air. Pour ce dernier, les capteurs à base de matériaux semi-conducteurs sont des grands alliés dans la détection d'un seuil de nocivité. Ces détecteurs sont basés sur la variation de conductance de la surface en fonction de la concentration et de la quantité de gaz adsorbé. En 1962, Seiyama (Seiyama et al. 1962) fut le premier à proposer un capteur sur ce procédé. Taguchi, de la société japonaise Figaro Engineering déposant la même année un brevet (Taguchi et al. 1962). La commercialisation de ces capteurs de gaz, basés sur ce système, débuta durant les années 1970.

La technique de caractérisation des capteurs de gaz en mesurant la résistance n'est pas nouvelle. Nous proposons un banc expérimental pour automatiser la mesure. Ce banc doit répondre au cahier des charges suivantes :

- 1°) Soustraire la présence permanente d'un opérateur, réduire les durées d'extraction,
- 2°) Enregistrer des variables sous un format lisible par Excel, à l'aide d'une interface conviviale,
- 3°) L'intégration de la régulation par PID (Proportionnel Intégral Dérivé) des éléments chauffants.

Dans ce papier, nous allons exposer un contexte expérimental d'élaboration de capteurs à base de film nanométrique et utilisés dans le cadre des travaux pratiques au sein du département Génie Industriel et Maintenance de l'IUT de CHARTRES.

2. Elaboration et caractérisation du film mince

Le film mince de l'oxyde est déposé par électrodéposition. La cellule d'électrodéposition représentée dans la figure 1, est constituée d'un substrat de Si(111) type-p possédant une résistivité de 0,2 Ohm.cm et une lame de verre, séparées par des feuillards de zinc et de cuivre utilisés respectivement comme anode et cathode. L'épaisseur de 0,0125 mm de ces feuillards détermine le volume de la cellule.

Un dépôt d'or de 1000 Å est réalisé uniquement côté cathode. La feuille de zinc représentant l'anode ne doit pas être en contact avec le support de silicium. Elle est isolée du substrat de silicium par un film adhésif isolant afin de permettre au courant de passer en grande majorité à travers la solution d'électrolyte et non pas par le wafer.

L'électrolyte utilisé est une solution aqueuse de $ZnCl_2$ avec une concentration de 4×10^{-4} mol/L. Les dépôts sont réalisés avec une densité de courant de 26 mA/cm² à la température ambiante.

L'oxydation du film de Zn est obtenue par traitement thermique à 450 °C durant 1 h sous air.

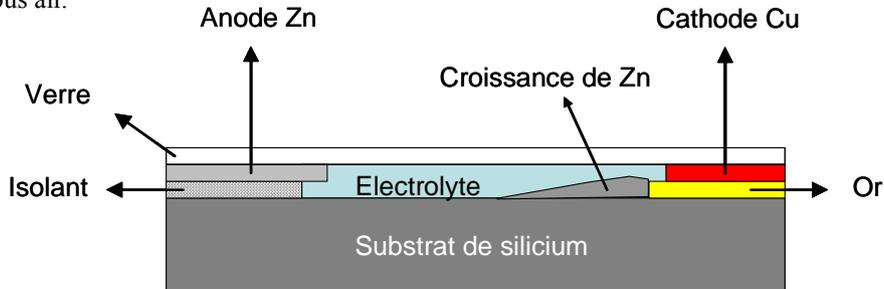


Figure 1 : Cellule d'électrodéposition.

La cristallinité des films minces a été mesurée par diffraction de rayons X (PALalytical X'Pert Pro) en incidence rasante (GIXD avec $\Omega = 0,5^\circ$), source CuK α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), sous une tension de 45 kV et un courant de 30 mA. Les figures de diffraction ont été enregistrées entre 30 et 80 ° (2θ) avec une résolution de 0,05 ° et un temps d'intégration est de 60 s.

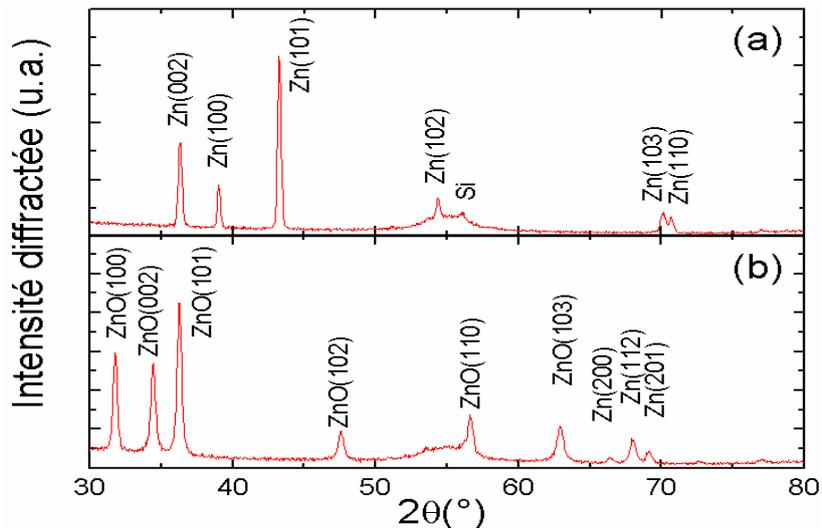


Figure 2 : Texture de Zn (a) et ZnO (b) sur Si(111) par diffraction de rayons X en incidence rasante.

Les diffractogrammes X observés sont caractéristiques de l'oxyde ZnO polycristallin de type hexagonal wurtzite avec des orientations privilégiées de croissance de type (100), (002) et (101). Le caractère très large des raies de diffraction confirme que le dépôt est nanocristallin. La taille de grain de ZnO, obtenue à l'aide de l'équation Scherrer [1] est d'environ 39,1 nm. Cette mesure a été vérifiée par microscopie électronique à balayage (MEB).

$$D_{(hkl)} = \frac{K\lambda}{\beta_e \cdot \cos \theta_{(hkl)}} \quad [1]$$

Avec :

$D_{(hkl)}$: diamètre moyen des cristallites dans la direction perpendiculaire à la famille de plans (hkl).

k : Facteur de forme. Ce facteur vaut 0,9 pour des cristallites de forme isotrope ou quasi-isotrope.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

β_e : La largeur à mi-hauteur observée dans le diagramme de diffraction

$\theta_{(hkl)}$: Angle de diffraction de la raie (hkl).

La figure 3 obtenue par MEB, présente un film de ZnO réalisé avec une densité de courant de 26 mA/cm^2 . On observe des grains de ZnO avec une taille de l'ordre de 47,2 nm présentant une symétrie hexagonale.

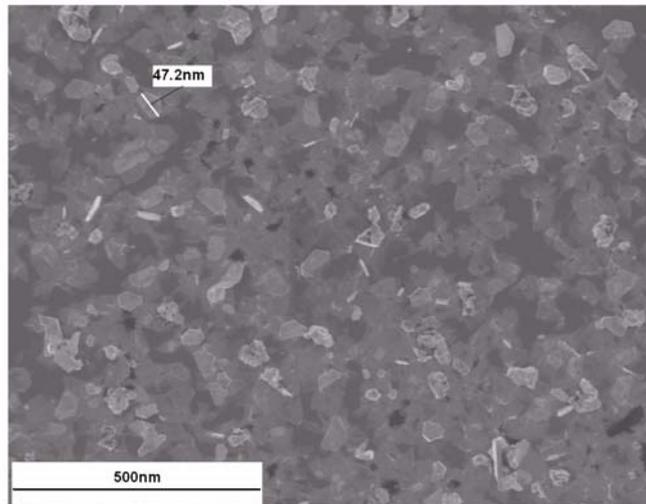


Figure 3 : Image MEB du film mince de ZnO électrodéposé sur le substrat de Si(111) en appliquant un courant de 26 mA/cm^2 .

3. Banc de mesure la résistance

Notre banc contient :

- Un porte échantillon avec le système des points de contact en tungstène,
- Un élément chauffant (température maximale $400 \text{ }^\circ\text{C}$),
- Un régulateur de température avec un PID,

- Une cage de type Faraday pour éviter les perturbations externes,
- Le contrôle de la température et l'enregistrement des données sous LabVIEW de National Instruments sont réalisés via une carte d'acquisition.

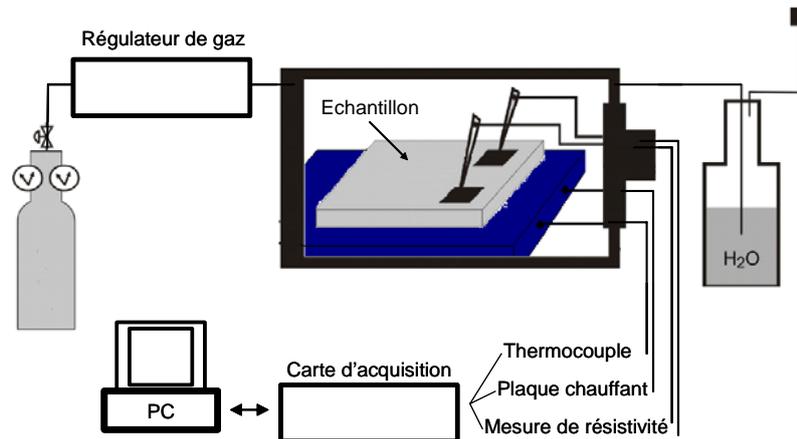


Figure 3 : Schéma du banc de mesure en résistance.

LabVIEW a permis de remplir le cahier des charges avec l'avantage d'un mode de programmation clair et didactique associé à une maintenance aisée. Le banc de mesure de la résistance permet de connaître précisément la résistance de l'échantillon en temps réel ainsi que la température de son environnement.

3.1. Test préalable :

Les premiers tests ont été effectués avec une carte d'acquisition de résistance "ordinaire" dont la valeur maximum est inférieure à quelques $M\Omega$, ce qui est insuffisant pour certaines expérimentations. Nous avons été orienté sur une carte d'acquisition de type multimètre Keithley 2700 qui peut mesurer jusqu'à $100 M\Omega$.

La force des appuis sur les points de contact et la validité du montage sont testés avec les résistances CMS. La valeur mesurée est restée dans la marge d'erreur indiquée par le constructeur qui est inférieure à de 1 %.

La résistance des films minces est dans le premier temps mesurée directement sur la surface avec les points de contact. La surface de contact étant trop faible pour réaliser des mesures reproductives, nous avons réalisé des plots d'or sur les films afin d'améliorer celles-ci. Des plots de contacts de 1 mm^2 de diamètre d'épaisseur 200 nm sont réalisés par évaporation thermique en utilisant un métalliseur Award 306.

3.2. Apport aux étudiants :

- Familiariser les étudiants :

- avec différents types de liaisons entre un appareil de mesure et l'ordinateur : liaisons série RS-232, IEEE-488 ou USB afin d'envoyer les commandes et recevoir les résultats. Nous allons montrer dans cet exemple la connection avec une liaison série RS-232. La configuration d'une liaison RS-232 :

Débit en baud : 9600

Bits de données : 8

Parité : Aucun

Contrôle de flux : Aucun

Bits d'arrêt : 1

- avec les différents moyens d'acquisition des données, utilisation le logiciel LabVIEW.

- Les précautions à prendre en manipulant des échantillons et les règles de sécurité.
- Leur apprendre à élaborer un PID.
- Les initier à la recherche.

4. Caractérisation électrique du film mince

Dans un premier temps, nous avons déterminé la signature du capteur pour différentes températures à l'air libre. La résistance du capteur diminue de façon linéaire lorsque la température augmente.

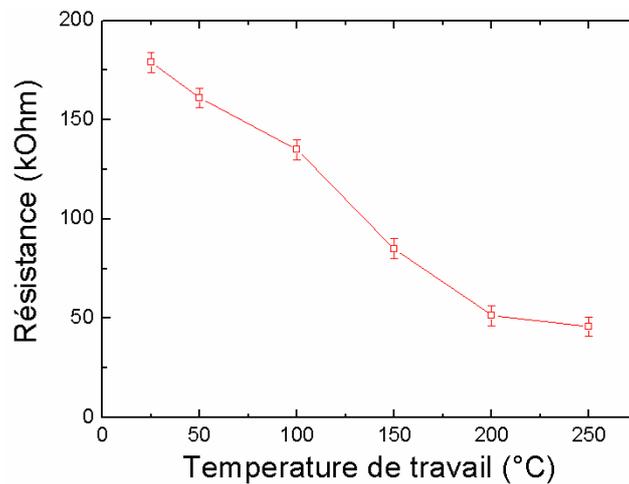


Figure 4 : Signature du capteur en fonction de la température.

La figure 5 montre une variation de la résistance en introduisant la fumée de cigarette à température ambiante. Ce phénomène est également observé par Liewhiran (Liewhiran et al. 2007) et Zhang (Zhang et al. 2008). Le retour à l'état initial est très rapide, ce qui montre que le capteur a une très bonne réversibilité. Les tests de sensibilité montrent que le capteur à base de film mince ZnO est plus efficace à température ambiante (Fig. 6).

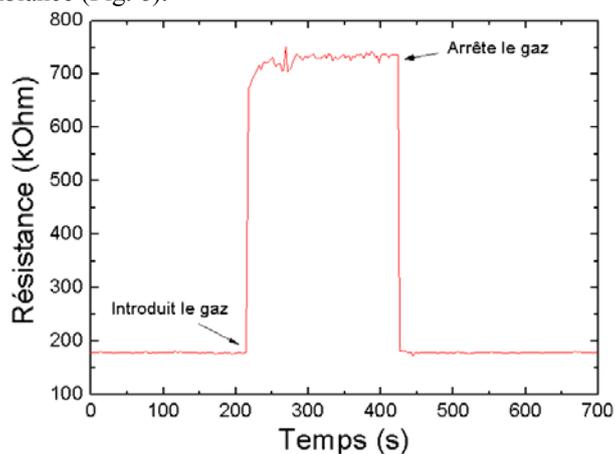


Figure 5 : Variation de la résistance du capteur sous flux de fumée cigarette à température ambiante.

La sensibilité du capteur (S) est définie, à température constante, comme ratio de la résistance du capteur sous gaz (R_g) sur la résistance sous air sec (R_a). Le graphe de la figure 5 montre la réponse de notre capteur sous flux de fumée cigarette. Pour l'essai à température ambiante, la sensibilité (S) est de 4.

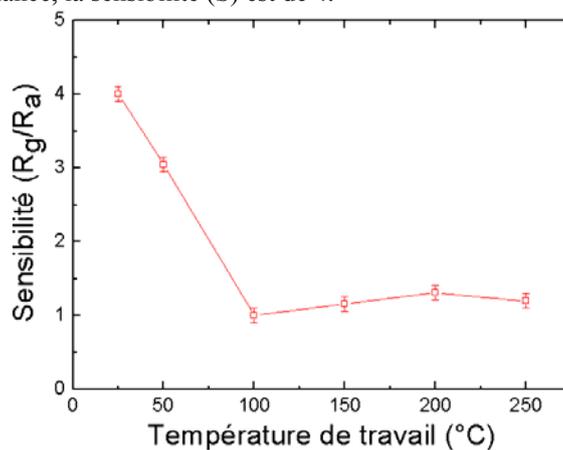


Figure 6 : Sensibilité en fonction de la température de travail.

5. Conclusion

Nous avons réussi à élaborer par voie électrochimique des films nanostructurés de bonne qualité de ZnO sur silicium dans le but de réaliser des capteurs de gaz. Les tests des capteurs montrent une très bonne sensibilité de ZnO avec la fumée de cigarette à différentes températures et surtout à température ambiante. L'applications en détecteur de fumée et des tests en fonction de différent gaz sont envisagés.

Le logiciel LabVIEW nous permet l'automatisation de l'acquisition des mesures au laboratoire de recherche mais également dans le cadre de divers enseignements à l'IUT : acquisition des données, pilotage des dispositifs, régulation, communication entre appareils.

Les nombreuses bibliothèques de fonctions et la relative simplicité de développement permet aux étudiants de réaliser rapidement des programmes complexes.

Remerciement

Nous aimerions remercier Mr. T. LE GRIVES, Mlle. L. BUDAIN et Mr. E. FICHOU pour les assistances techniques.

Bibliographie

Liewhiran C. and Phanichphant S. "Improvement of Flame-made ZnO Nanoparticulate Thick Film Morphology for Ethanol Sensing", *Sensors*, 7, 2007, p. 650-675.

Seiyama T., Kato A., Fudjiishi K. and Nagatani M., "A new detector for gaseous components using semiconducteur thin film", *Anal. Chem.*, 34, 1962, p.1502-1503.

Tagushi N., Japan patent, N°45-38200, 1962.

Zhang N., Yu K., Li Q., Q. Zhu Z. and Wan Q., "Room-temperature high-sensitivity H₂S gas sensor based on dendritic ZnO nanostructures with macroscale in appearance", *Journal of Applied Physics* 103, 2008, p. 104305.