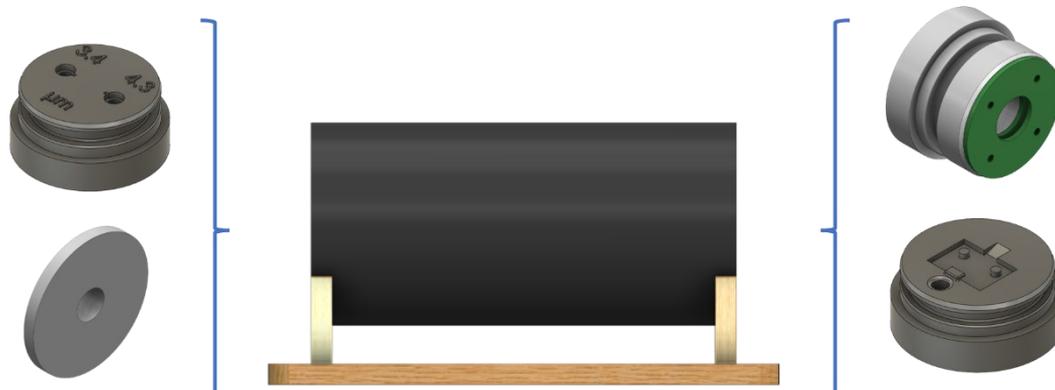


Travail de Bachelor

Capteur de gaz ultra-rapide par nanotechnologie

Non confidentiel



Étudiant :

Martijn Sassen

Travail proposé par :

Laurent Gravier
HEIG-VD – COMATEC
Route de Cheseaux 1
1400 Yverdon-les-Bains

Enseignant responsable :

Laurent Gravier

Année académique :

2021-2022

Yverdon-les-Bains, le 29 juillet 2022

Travail de Bachelor 2021-2022 – Rapport intermédiaire

Capteur de gaz ultra-rapide par nanotechnologie

Résumé publiable

Des capteurs de gaz pour le dioxygène de carbone (CO_2) sont utilisés tous les jours. Que ce soit pour des mesures environnementaux ou pour le bien-être domotique, il existe plusieurs méthodes de mesures. Ceci-dit, les solutions actuelles sont généralement lentes (plus d'une minute pour la plupart). L'objectif de ce travail est d'étudier la faisabilité d'une nouvelle génération de capteur qui permettrait de battre ces records, tout en conservant un coût raisonnable.

La mesure se fait sur le même principe qu'une solution commune du marché : Non-Dispersive Infra-Red. Une diode émet à une longueur d'onde qui interagit avec le CO_2 (environ $4.3 \mu\text{m}$). En présence du gaz, l'intensité lumineuse arrivant au capteur est réduite, permettant la mesure du CO_2 . La solution développée fonctionne sur le même principe, sauf la partie sensible. Par sa faible taille, celui-ci présente une faible inertie thermique. Ceci permet une dynamique du capteur plus élevée. Le but de ce travail est donc d'établir un environnement d'essai permettant de qualifier ce nouveau type de capteur.

Ainsi, un banc d'essai modulaire a été développé. Sa modularité vient des inserts qui peuvent tenir différents composants. Le montage a été validé avec un capteur du marché avant d'étudier les capteurs fabriqués. Lors des essais, il s'est avéré que les diodes infra-rouges ne sont pas assez puissantes pour être détectable. C'est pourquoi la qualification des capteurs s'est fait avec un laser. Ce dernier permet une bonne visualisation du signal, validant la dynamique des capteurs et le système. Les effets de plusieurs variables ont été observés, dont la face du capteur et la présence d'un point noir. Cependant, il est actuellement impossible de détecter le CO_2 car la longueur d'onde du laser ne correspond pas à celle absorbée par le gaz.

Ce projet représente une étape dans la chaîne pour faire un capteur de gaz fonctionnel. Il faudra dès lors travailler sur l'adaptation du banc d'essai aux diodes infra-rouges.

Étudiant :

Martijn Sassen

Enseignant responsable :

Laurent Gravier

Date et lieu :

Grandvaux, 29.07.2022

Date et lieu :

.....

Signature :

.....


Signature :

.....

Préambule

Ce travail de Bachelor (ci-après TB) est réalisé en fin de cursus d'études, en vue de l'obtention du titre de Bachelor of Science HES-SO en Ingénierie.

En tant que travail académique, son contenu, sans préjuger de sa valeur, n'engage ni la responsabilité de l'auteur, ni celles du jury du travail de Bachelor et de l'Ecole.

Toute utilisation, même partielle, de ce TB doit être faite dans le respect du droit d'auteur.

HEIG-VD

Le Chef du Département

Yverdon-les-Bains, le 29 juillet 2022

Authentification

Le soussigné, Martijn Sassen, atteste par la présente avoir réalisé seul ce travail et n'avoir utilisé aucune autre source que celles expressément mentionnées.

Yverdon-les-Bains, le 29 juillet 2022

A handwritten signature in black ink that reads "Martijn". The signature is written in a cursive style with a long horizontal stroke at the bottom that loops back under the 'n'.

Martijn Sassen

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Abréviations	1
1.2	Contexte	1
1.3	Etat de l'art	1
1.3.1	Non-Dispersive Infra-Red (NDIR).....	2
1.3.2	Photo-Acoustique (PA).....	3
1.3.3	Electrochimique (EC).....	3
1.3.4	Metal Oxide Semiconductor (MOS).....	3
1.3.5	Combustion catalytique (CC).....	4
1.3.6	Capteur de gaz ultra-rapide à nanotechnologie (CGUN)	4
1.4	Objectifs.....	5
1.5	Livrables.....	5
1.6	Planning	5
1.7	Plan du rapport	5
1.8	Fichiers électroniques.....	6
2	Fabrication des CGUN	7
2.1	Principe de fonctionnement	7
2.2	Procédé de fabrication	7
2.2.1	Physical Vapor Deposition (PVD).....	8
2.2.2	Electrodéposition (ED)	10
2.3	Résultats	13
2.3.1	Série BC	13
2.3.2	Série BD.....	14
2.3.3	Série BE	15
2.3.4	Série C	17
3	Fabrication du banc d'essai	18
3.1	Etude	18
3.1.1	Source lumineuse	18
3.2	Schéma bloc.....	19
3.3	Conception.....	20
3.3.1	Tube	21
3.3.2	Inserts	22
3.3.3	Support	26
3.3.4	Système laser	26
4	Procédure	29
4.1	Paramétrisation des appareils	29
4.1.1	Générateur de signaux.....	29
4.1.2	Amplificateur.....	29
4.2	Mensuration avec montage laser.....	30
5	Mesures	31
5.1	Capteur C01	31
5.1.1	C01-2 : Face 1 normal	31
5.1.2	C01-1 : Face 2 normale	32
5.1.3	C01-3 : Face 1 noircie.....	34
5.1.4	C01-4 : Face 2 noircie.....	34
5.1.5	Comparaison des résultats.....	35
5.2	Capteur C05	36
6	Conclusions.....	38
6.1	Objectifs.....	38
6.2	Mesures sur capteurs	39

6.3	Délivrables	39
6.4	Perspectives	39
6.5	Remarques personnelles	39
Annexe A.	Mesures C01	1
Annexe B.	Mesures C05	3
Annexe C.	Clause de confidentialité	5
Annexe D.	Descriptif du TB	6

Liste des tableaux

TABLEAU 2-1 : DESCRIPTIF COURBE ED [11]	11
TABLEAU 2-2 : CARACTÉRISTIQUES SÉRIE BE (SOURCE : L. GRAVIER)	15
TABLEAU 2-3 : CARACTÉRISTIQUES SÉRIE C (SOURCE : L. GRAVIER)	17
TABLEAU 3-1 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : TUBE SOLUTION A	21
TABLEAU 3-2 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : TUBE SOLUTION B	21
TABLEAU 3-3 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : INSERT TD2XP SOLUTION A	23
TABLEAU 3-4 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : INSERT TD2XP SOLUTION B	23
TABLEAU 3-5 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : INSERT CGUN SOLUTION A	24
TABLEAU 3-6 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : INSERT CGUN SOLUTION B	24
TABLEAU 3-7 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : MONTAGE LASER SOLUTION A	26
TABLEAU 3-8 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS : MONTAGE LASER SOLUTION B	27
TABLEAU 4-1 : PARAMETRES GENERATEUR DE SIGNAUX	29

Liste des figures

FIGURE 1-1 : SCHÉMA DE FONCTIONNEMENT D'UN CAPTEUR NDIR [3]	2
FIGURE 1-2 : SCHÉMA DE FONCTIONNEMENT D'UN CAPTEUR NDIR À DOUBLE LONGUEUR D'ONDE [4]	2
FIGURE 1-3 : SCHÉMA DE FONCTIONNEMENT DU CAPTEUR PHOTO-ACOUSTIQUE [5]	3
FIGURE 1-4 : EXEMPLE DE MONTAGE CAPTEUR PA [5]	3
FIGURE 1-5 : SCHÉMA DE FONCTIONNEMENT DU CAPTEUR À COMBUSTION CATALYTIQUE [8]	4
FIGURE 1-6 : SCHÉMA DE PRINCIPE D'UN CGUN EN COUPE	4
FIGURE 2-1 : DIMENSIONS DES MEMBRANES (SOURCE : MILLIPORE).....	7
FIGURE 2-2 : ETAPES DE FABRICATION	7
FIGURE 2-3 : SCHÉMA D'UNE CHAMBRE PVD [9, P. 4].....	8
FIGURE 2-4 : MACHINE PVD UTILISÉE	8
FIGURE 2-5 : MASQUES PVD. GAUCHE : FORME T 0.5 MM. MILIEU : FORME T 1 MM. DROITE : RECTANGLE 3 MM.	9
FIGURE 2-6 : COMBINAISON DE MASQUES PVD	9
FIGURE 2-7 : SCHÉMA DE MONTAGE POUR L'ÉLECTRODÉPOSITION [10].....	10
FIGURE 2-8 : COUBRE ED TYPIQUE	11
FIGURE 2-9 : VUE THÉORIQUE APRÈS L'ED.....	12
FIGURE 2-10 : INTERACTION DE LA LUMIÈRE AVEC LES NANOPORES ET NANOFILS	12
FIGURE 2-11 : EXEMPLE D'ED SOUS BINOCULAIRE	12
FIGURE 2-12 : EXEMPLE DE RÉSULTAT CGUN AVEC NICKEL.....	13
FIGURE 2-13 : COURBES I-T / SÉRIE BC	13
FIGURE 2-14 : IMAGES SOUS BINOCULAIRE DES CAPTEURS BD02 ET BD03.....	14
FIGURE 2-15 : COURBES I-T / SÉRIE BD	14
FIGURE 2-16 : IMAGES SOUS BINOCULAIRE DES CAPTEURS BE02-2 ET BE03	15
FIGURE 2-17 : COURBES I-T / SÉRIE BE.....	16
FIGURE 2-18 : COURBE I-T / SÉRIE C	17
FIGURE 3-1 : BANDE ABSORPTION DE L'AIR ET SES COMPOSANTS [12].....	18
FIGURE 3-2 : BANDE D'ÉMISSION DE DEUX LED ET BANDE D'ABSORPTION DU CO ₂ [13]	19
FIGURE 3-3 : SCHÉMA BLOC DE MESURE	19
FIGURE 3-4 : SCHÉMA DE CONCEPT DU BANC DE TEST	20
FIGURE 3-5 : CAPTEUR CO ₂ DE LABORATOIRE COMMERCIAL [14].....	21
FIGURE 3-6 : MODÈLE 3D DE L'INSERT LEDS	22
FIGURE 3-7 : MODÈLE 3D DE L'INSERT TD2XP.....	23
FIGURE 3-8 : INSERT CGUN : SOLUTION A.....	24
FIGURE 3-9 : INSERT CGUN : SOLUTION B - CONTACT RESSORT [15]	24
FIGURE 3-10 : GAUCHE : MODÈLE 3D DE L'INSERT CGUN. CENTRE : VUE EN COUPE DE CE MODÈLE. DROITE : PCB SUPÉRIEUR	25
FIGURE 3-11 : MONTAGE PCB CGUN (SANS CABLAGE).....	25
FIGURE 3-12 : MODÈLE 3D DU SUPPORT	26
FIGURE 3-13 : MONTAGE LASER : SOLUTION A	26
FIGURE 3-14 : MONTAGE LASER : SCHEMA SOLUTION B	27
FIGURE 3-15 : SCHÉMA DE CONCEPT DU MONTAGE LASER	27
FIGURE 3-16 : MONTAGE DU SYSTÈME LASER	28
FIGURE 4-1 : BRANCHEMENT DE L'AMPLIFICATEUR.....	29
FIGURE 4-2 : CONFIGURATION DE L'AMPLIFICATEUR.....	30
FIGURE 5-1 : SIGNAL MESURÉ : C01, FACE 1, 0.5 HZ.....	31
FIGURE 5-2 : SIGNAL MESURÉ : C01, FACE 2, 0.5 HZ.....	32
FIGURE 5-3 : COUPE DE CGUN AVEC LUMIÈRE DIFFÉRÉE	32
FIGURE 5-4 : REPRÉSENTATION DES NANOFILS INCOMPLETS QUI ABSORBENT LA LUMIÈRE	33
FIGURE 5-5 : SIGNAL MESURE : C01, FACE 2, 2 HZ	33
FIGURE 5-6 : SIGNAL MESURÉ : C01, FACE 1 NOIRCIE, 0.5 HZ	34
FIGURE 5-7 : SIGNAL MESURE : C01, FACE 2 NOIRCIE, 0.5 HZ	34
FIGURE 5-8 : C01 : VPP EN FONCTION DE F.....	35
FIGURE 5-9 : C01 : VMOY EN FONCTION DE F.....	35
FIGURE 5-10 : SIGNAL MESURE : C05, FACE 2 NORMALE, 0.5 HZ.....	36
FIGURE 5-11 : SIGNAL MESURE : C05, FACE 2 NORMALE, 10 HZ. SOURCE ACTIVE ENTRE -5 ET -2.5 S.....	36
FIGURE 5-12 : C05 : VPP EN FONCTION DE F.....	37
FIGURE 5-13 : C05 : VMOY EN FONCTION DE F	37

1 Introduction

1.1 Abréviations

Abréviation	Signification
HEIG-VD	Haute École d'Ingénierie et de Gestion du Canton de Vaud
ED	Electro-déposition
PVD	Physical Vapor Deposition
CGUN	Capteur de Gaz Ultra-rapide à Nanotechnologie (le capteur développé dans le cadre de ce TB).

1.2 Contexte

Dans le cadre des études de Bachelor en microtechniques à l'HEIG-VD, un travail de Bachelor personnel est fait.

Ce travail constitue en une étude de faisabilité d'un capteur de gaz à partir de la nanotechnologie. En effet, même si de nombreux capteurs de gaz existent, ceux-ci sont souvent lents. Une mesure prend en souvent 1 à 2 minutes [1]. La nanotechnologie pourrait permettre une meilleure performance dans ce domaine. Le gaz à détecter est le dioxyde de carbone (CO₂) car il est facile à obtenir et à manipuler. De plus, il présente une propriété chimique intéressante, décrite plus loin.

Ainsi, l'objectif principal est de créer un environnement pour tester le fonctionnement de ces nouveaux capteurs.

1.3 Etat de l'art

Sur le marché on trouve principalement quatre types de capteurs utilisés pour la détection du CO₂ [2] :

- Non-Dispersive Infra-Red (NDIR)
- Photo-Acoustique (PA)
- Electrochimique (EC)
- Metal Oxide Semiconductor (MOS)
- Combustion catalytique (CC)

1.3.1 Non-Dispersive Infra-Red (NDIR)

Le NDIR fonctionne sur le principe démontré dans la Figure 1-1.

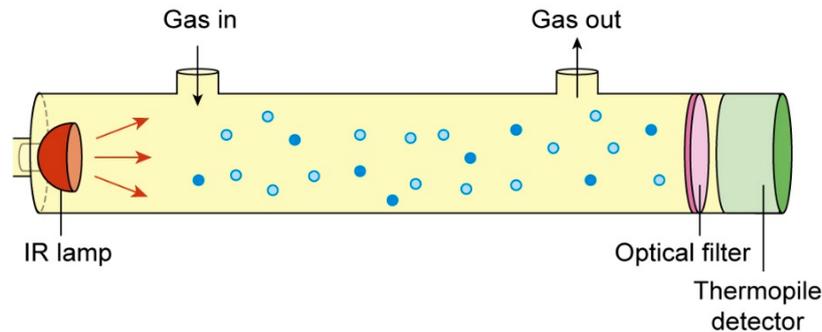


Figure 1-1 : Schéma de fonctionnement d'un capteur NDIR [3]

Une source lumineuse émet dans le spectre infrarouge. Un capteur mesure ensuite l'intensité lumineuse de ladite source. Devant le capteur se trouve un filtre spectral, qui laisse passer uniquement la lumière avec un longueur d'onde proche du spectre d'absorption du CO₂. Ainsi, en présence de plus de gaz, la lumière sera plus atténuée la mesure plus faible.

Pour améliorer la mesure, il est commun d'ajouter une deuxième source lumineuse (ou capteur) qui émet à une longueur d'onde externe à la plage d'absorption du CO₂. Celle-ci émet en opposé à la diode principale. Une alternative équivalente est d'utiliser des filtres spectraux (Figure 1-2). Ce montage permet une mesure différentielle, compensant pour un éventuel offset (dérive) lié au capteur.

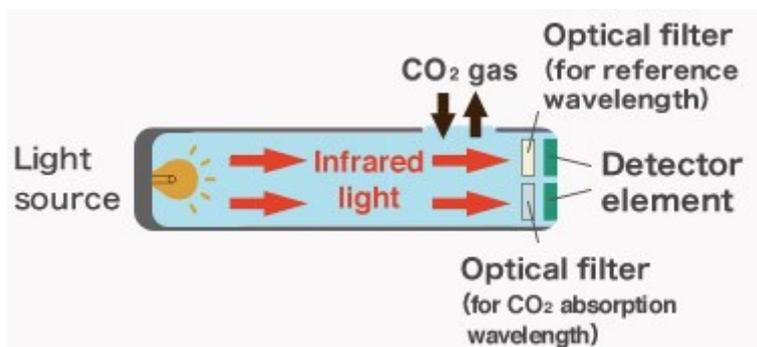


Figure 1-2 : Schéma de fonctionnement d'un capteur NDIR à double longueur d'onde [4]

1.3.2 Photo-Acoustique (PA)

De façon similaire au NDIR, le capteur PA utilise le phénomène d'atténuation de la lumière dans l'infra-rouge (cf. Figure 1-3). Cependant, plutôt que de mesurer l'intensité lumineuse directement, la pression est mesurée.

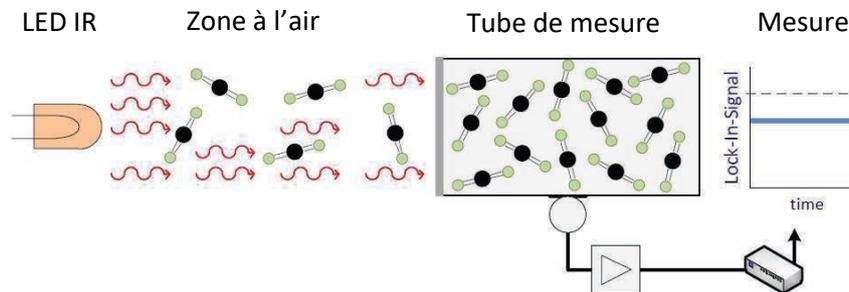


Figure 1-3 : Schéma de fonctionnement du capteur Photo-Acoustique [5]

La lumière ayant traversée la zone à l'air se transforme en énergie cinétique lors de l'entrée en contact avec le CO₂ du tube de mesure. Cette accumulation d'énergie cinétique engendre une augmentation du volume. Le volume étant clos, il en résulte une augmentation de la pression (loi des gaz parfaits ; $PV = nRT$). Cette variation de pression (onde sonore) peut alors être mesurée avec un microphone. Un exemple de montage est visible à la Figure 1-4.

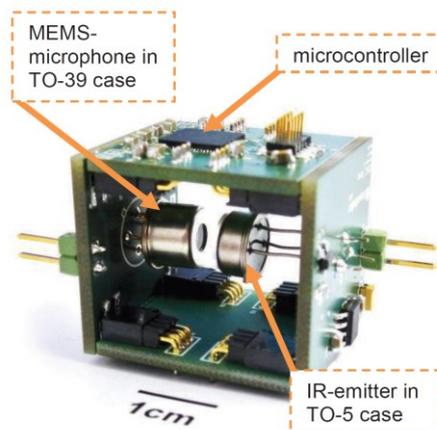


Figure 1-4 : Exemple de montage capteur PA [5]

1.3.3 Electrochimique (EC)

Les capteurs CO₂ électrochimiques utilisent la réaction d'oxydo-réduction. Lorsque la molécule du gaz entre en contact avec l'électrode, elle subit une oxydation. Ceci génère des ions et électrons, soit un courant qui peut ensuite être mesuré [6].

1.3.4 Metal Oxide Semiconductor (MOS)

Ici, le capteur utilise une plaquette semiconductrice chauffée à haute température. En air propre, des molécules d'oxygène se lie à la plaquette, ce qui empêche la circulation du courant. Dans la présence du gaz réducteur, les molécules d'oxygènes sont repris, relâchant des électrons libres dans le circuit [7].

1.3.5 Combustion catalytique (CC)

Le capteur est composé de deux bobines (cf. Figure 1-5) : la première est revêtue d'une couche d'oxydant et la deuxième est inerte. Lorsque le gaz rentre en contact avec la bobine active, celui-ci brûle. En brûlant, la bobine chauffe, ce qui augmente sa résistance électrique. La deuxième sert de référence pour compenser les effets de la température ambiante (affecte la résistance).

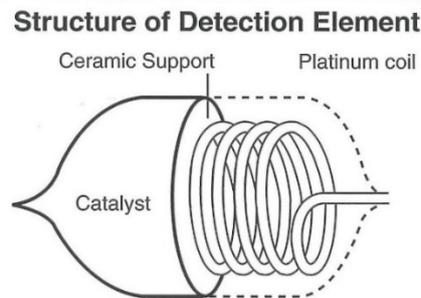


Figure 1-5 : Schéma de fonctionnement du capteur à Combustion Catalytique [8]

1.3.6 Capteur de gaz ultra-rapide à nanotechnologie (CGUN)

Le CGUN est un capteur NDIR mais dont la partie sensible est différente. En effet, le principe d'atténuation de la lumière arrivant au capteur est identique.

Le capteur CGUN fonctionne sur le principe suivant :

1. Une source lumineuse arrive sur une face du capteur
2. La lumière chauffe un côté du capteur, créant un gradient de température sur l'épaisseur.
3. Une différence de tension est produite par l'effet Seebeck, appelée thermo-tension. L'élément générant la tension est appelé générateur thermoélectrique (thermo-electric generator, TEG).

La partie sensible du capteur est faite d'une membrane plastique d'une épaisseur de 25 μm . Cette faible épaisseur permet d'avoir une faible inertie thermique, ce qui permettrait une dynamique plus élevée.

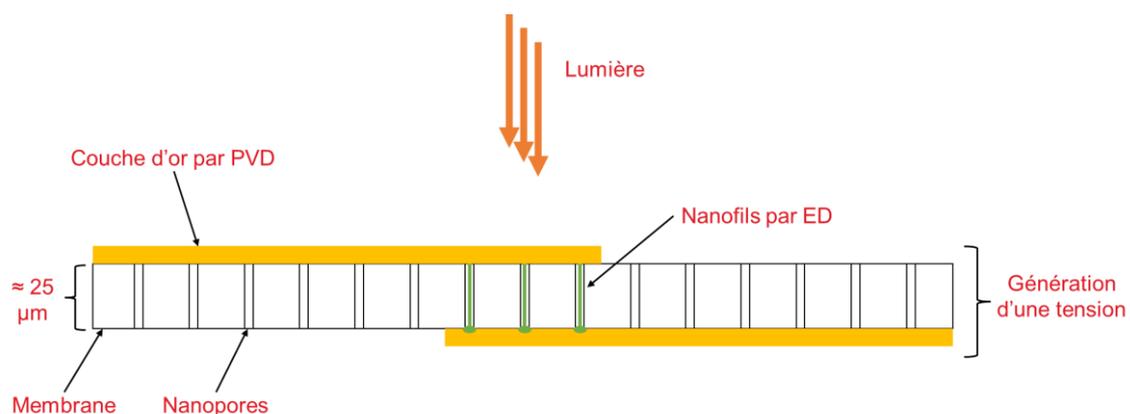


Figure 1-6 : Schéma de principe d'un CGUN en coupe

La Figure 1-6 ci-dessus montre une coupe d'un CGUN. A noter que les éléments ne sont pas à l'échelle (notamment le nombre et densité des nanopores). Un CGUN mesure environ 4x1 cm.

1.4 Objectifs

1. Fabriquer des CGUN.
2. Concevoir et fabriquer un banc d'essai capable de qualifier les CGUN.
3. Evaluer l'influence de divers paramètres sur la détection du gaz :
 - a. Distance entre source lumineuse et capteur.
 - b. Taille de la surface sensible.
 - c. Présence d'un point noir sur la partie sensible.
 - d. Composant chimique utilisé lors de l'ED.
4. Valider la détection ou la mesure de CO₂.
 - a. La détection/mesure doit se faire en moins que 5 secondes.
 - b. La mesure aura une imprécision maximale de 100 ppm + 2%.

1.5 Livrables

Les livrables pour ce projet sont :

- Un rapport écrit (ce document).
- Les fichiers de conception pour les pièces créées.
- Un banc de test physique.

1.6 Planning

Semaine	Temps-Partiel				Plein-Temps					
	7-11	12-16	17-22	23-24	25	26	27	28	29	30
Prise en main projet	v									
Etat de l'art	v									
Prise en main PVD/ED		v								
Conception banc de test			v							
Rendu intermédiaire				v						
Banc de test terminé					v					
Fabrication CGUN BiTe					v	v				
Vérification banc de test						v	v			
Mesures synchrones								v	v	
Rédaction protocole										v
Rédaction rapport										v

Des séances hebdomadaires ont eu lieu tous les jeudis matin.

1.7 Plan du rapport

La suite du rapport est organisée comme suit :

2. La conception et la fabrication des capteurs CGUN.
3. La conception et la fabrication du banc d'essai.
4. Procédures et instructions pour effectuer des mesures répétables.
5. Résultats de mesures et analyses.
6. Conclusion

1.8 Fichiers électroniques

Chemin	Descriptif
/01 Administratif/	Echéanciers, communications importantes, planning, etc.
/02 Documentation/	Documentation technique et fiches fournisseurs
/03 Dessins/	Fichiers 3D des pièces créées
/04 Calculs/	Feuilles de calculs, par ex. pour la sélection des joints
/05 Bibliographie/	Documents sources citées dans le rapport
/06 Logs/	Journaux de mesures ED, CGUN, thermoélectrique
/08 Rendus/	Fichiers rendus (présentation intermédiaire, affiche, rapport)
/09 Photos/	Photos ou captures d'écran, dessins papier

2 Fabrication des CGUN

2.1 Principe de fonctionnement

Les membranes disponibles sont (Figure 2-1) :

Membrane	Matériau	Épaisseur (μm)	Densité de pores (cm^{-2})	Diamètre de pores (nm)	Porosité de surface (-)
VCTP	PC	25	2.7×10^8	100	4.2%
ATTP*	PC	25	2.0×10^7	800	20.1%
ATTP*	PC	25	5.0×10^6	800	5.0%
GTPP	PC	25	1.8×10^8	220	13.7%
PC65005	PC	65	1.0×10^9	50	3.9%
PI25005	PI	25	4.0×10^9	50	15.7%
PI25005L	PI	25	1.0×10^8	50	0.4%
PI2501	PI	25	4.0×10^9	100	62.8%
PI1201	PI	12	4.0×10^9	100	62.8%
PI0801	PI	8	4.0×10^9	100	62.8%

Figure 2-1 : Dimensions des membranes (Source : Millipore)

Des membranes VCTP ont été utilisées pour leur bon ratio petit diamètre / prix. Effectivement, plus le diamètre des pores est petit, plus faible sera l'inertie thermique. Cependant, plus petit est plus compliqué à produire et donc plus cher.

2.2 Procédé de fabrication

Résumé des étapes (correspondant à Figure 2-2) :

1. Dépôt d'une couche dorée par PVD.
2. Création de nanofils par ED.
3. Dépôt d'une couche d'or par PVD sur l'autre face.

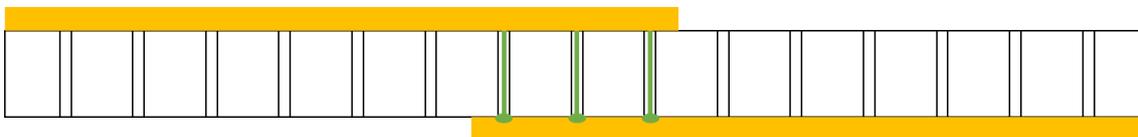


Figure 2-2 : Etapes de fabrication

2.2.1 Physical Vapor Deposition (PVD)

Le PVD (aussi appelé sputtering) est un procédé de dépôt de couche dans milieu vacuum. Le fonctionnement se résume en trois étapes [9] :

1. Le matériel à déposer est converti en vapeur par plasma.
2. La vapeur se déplace vers la cible.
3. Une condensation de la vapeur a lieu sur la surface de la cible.

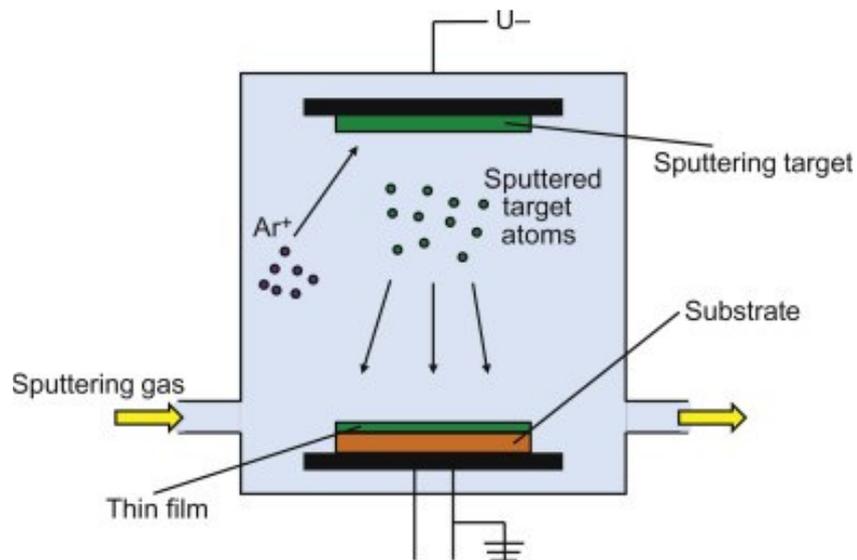


Figure 2-3 : Schéma d'une chambre PVD [9, p. 4]

La Figure 2-3 schématise l'intérieur d'une chambre à vide pour PVD. Dans ce projet, le gaz PVD (« Sputtering gas ») est l'azote.



Figure 2-4 : Machine PVD utilisée

La machine utilisée est Leica EM SCD050 (cf. Figure 2-4).

Pour limiter le dépôt d'or à surface et pour donner la forme du capteur voulu, un masque est utilisé (cf. Figure 2-5).

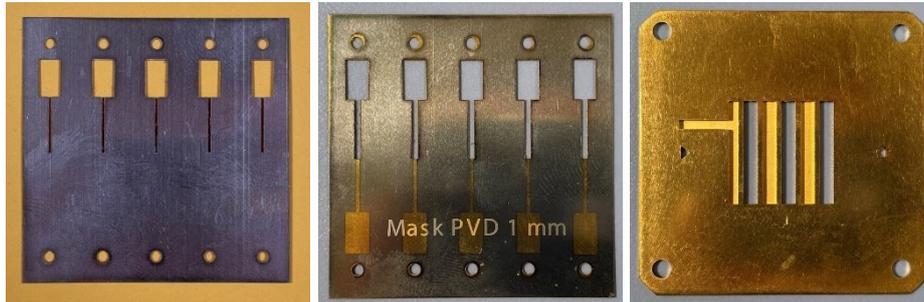


Figure 2-5 : Masques PVD. Gauche : forme T 0.5 mm. Milieu : forme T 1 mm. Droite : Rectangle 3 mm.

Il est possible de faire des combinaisons de masques. Pour certaines séries, le format suivant a été adopté (Figure 2-6) :

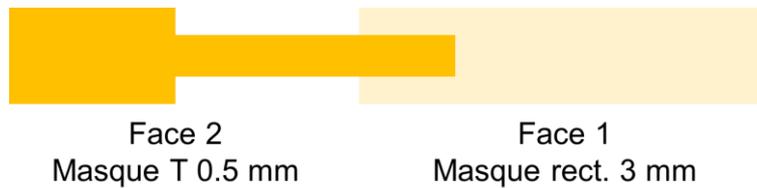


Figure 2-6 : Combinaison de masques PVD

Pour éviter des ambiguïtés « recto-verso », les faces ont été définies ainsi :

- Face 1 : premier côté ayant subi la PVD
- Face 2 : deuxième côté ayant subi la PVD

2.2.2 Electrodeposition (ED)

Une fois la PVD faite, une ED est faite afin de remplir les nanopores avec un matériau conducteur.

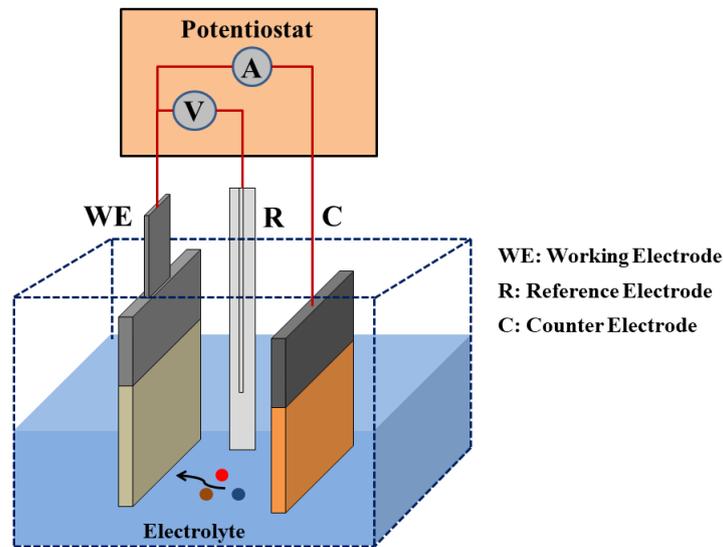


Figure 2-7 : Schéma de montage pour l'électrodeposition [10]

Le montage pour l'ED se compose de (cf. Figure 2-7)

- 3 électrodes
- 1 potentiostat
- 1 bain avec un électrolyte

2.2.2.1 Les électrodes

La contre-électrode (**Counter Electrode ; CE**) est le point d'entrée du courant dans le bain.

L'**électrode de travail (Working Electrode ; WE)** est l'élément qui subira le traitement de dépôt. Pour ce projet, c'est ici que sera placée la membrane. La face de la membrane ayant subi la PVD est posée contre la WE.

L'**électrode de référence (Reference Electrode ; RE)** sert de point de référence de la tension. Celle-ci ne conduit pas de courant.

2.2.2.2 Le potentiostat

Agit comme une source de tension idéale, ajustant le courant afin de garantir une tension constante, malgré la variation de résistance. La machine était réglée à 0.1 V pour les fabrications. Equipement utilisé :

- Metrohm Autolab PGSTAT204 ; s/n AUT50529
- Metrohm Autolab NOVA version 1.11.2, modules : PGSTAT302N, ADC164, DAC164, External, DIO48
- PC "T10aPC05" avec Windows 10x64 Enterprise version 1809

2.2.2.3 L'électrolyte

Le choix de l'électrolyte imposera le matériau déposé. Ce matériau a son importance car c'est celle-ci qui sera (en combinaison avec la couche d'or) responsable de la génération de la thermo-tension qui sera mesurée par la suite.

Initialement, une solution au nickel a été utilisée car elle présente peu de risques. Une solution tellure de bismuth (BiTe) sera utilisée pour les CGUN car elle présente coefficient de Seebeck (rapport tension/température) 13 fois plus grand que la solution nickel.

2.2.2.4 Courbe attendue

Lors de l'ED, la tension est fixe et la résistance varie au long du procédé. Ainsi, par la loi d'Ohm, le courant varie de façon proportionnelle. Une courbe du courant en fonction du temps est donc tracée. Ce graphe permet de surveiller la croissance en sachant le stade de croissance des nanofils.

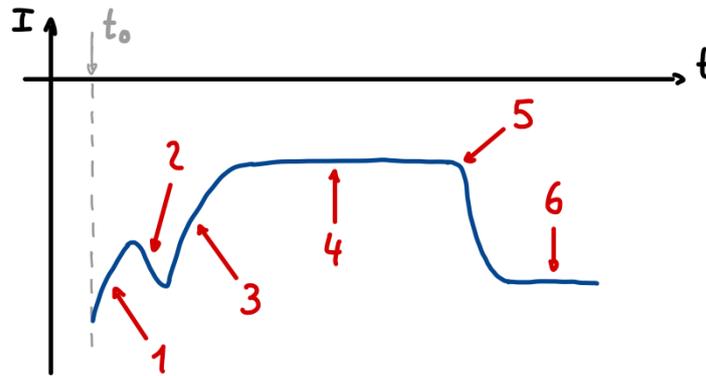


Figure 2-8 : Courbe ED typique

Les étapes principales sont (Figure 2-8, Tableau 2-1) :

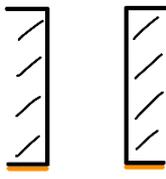
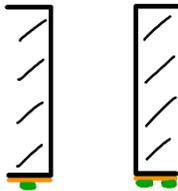
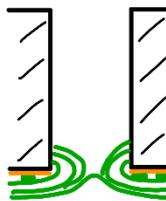
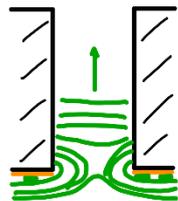
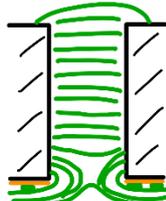
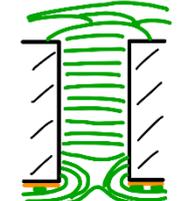
N°		N°	
1	 Appauvrissement des ions Ni ²⁺ en surface	2	 Augmentation des points de nucléation
3	 Fermeture des pores	4	 Croissance dans les pores
5	 Croissance atteint la surface	6	 Croissance uniforme sur la surface (croue)

Tableau 2-1 : Descriptif courbe ED [11]

2.2.2.5 Visualisation

Après l'ED, il est possible d'observer le capteur sous des binoculaires. Ceci est la méthode la plus intuitive pour déterminer si l'ED est bonne.

Il y a en principe 4 couleurs visibles (cf. Figure 2-9) :

- Blanc : la membrane
- Doré : résultat de la PVD
- Argenté : nanofils arrivés en surface
- Noir : nanofils « incomplets », qui ne sont par arrivés en surface



Figure 2-9 : Vue théorique après l'ED

En zoomant sur quelques nanopores (cf. Figure 2-10), on peut expliquer les couleurs argentés et noires.

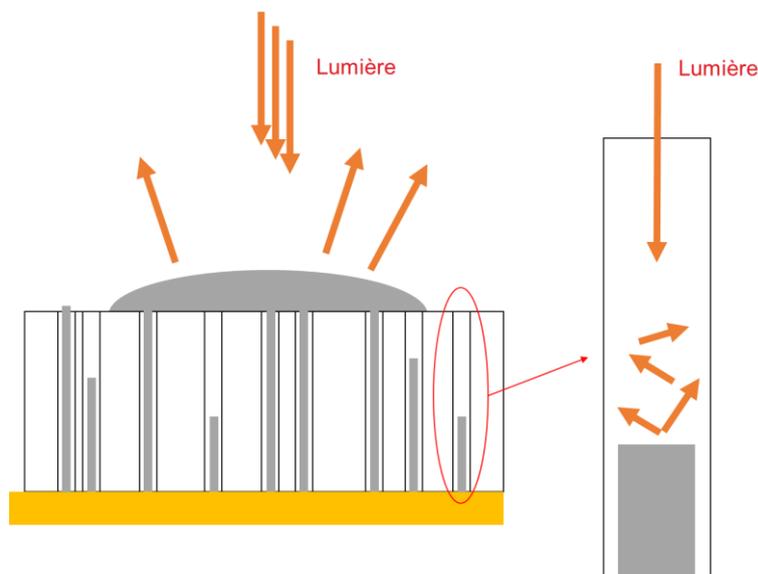


Figure 2-10 : Interaction de la lumière avec les nanopores et nanofils

Tel visible sur le schéma ci-dessus, lorsqu'un nanofil n'atteint pas la surface, les réflexions internes font que la lumière ne ressort pas du nanopore. Un exemple est visible à la Figure 2-11.

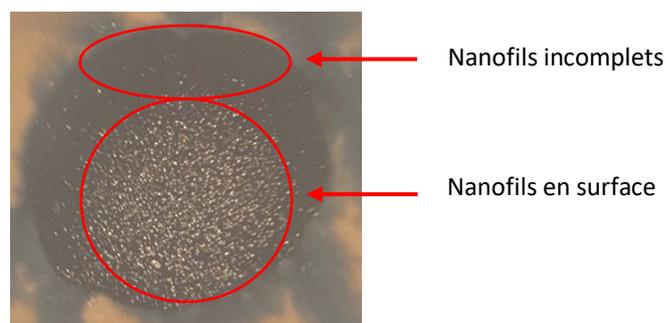


Figure 2-11 : Exemple d'ED sous binoculaire

2.3 Résultats

2.3.1 Série BC

Une série (BC) de 3 CGUN a été fabriquée avec du nickel comme électrolyte et un masque à 1 mm (Figure 2-12). Ces capteurs servent de validation de la fabrication, mais ne seront pas étudiés en détails à cause de l'amplitude du signal.

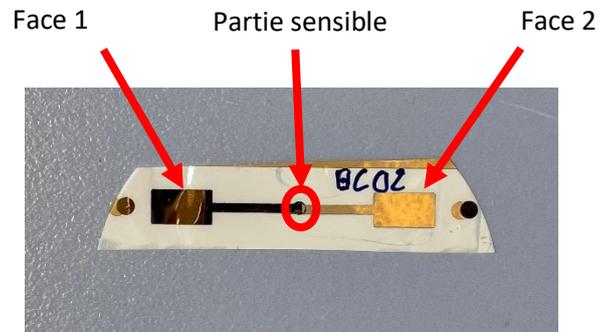


Figure 2-12 : Exemple de résultat CGUN avec nickel

Des petites variations (approx. 10 μ V) de tension ont été observées au voltmètre en maintenant une source lumineuse (laser) sur la partie sensible.

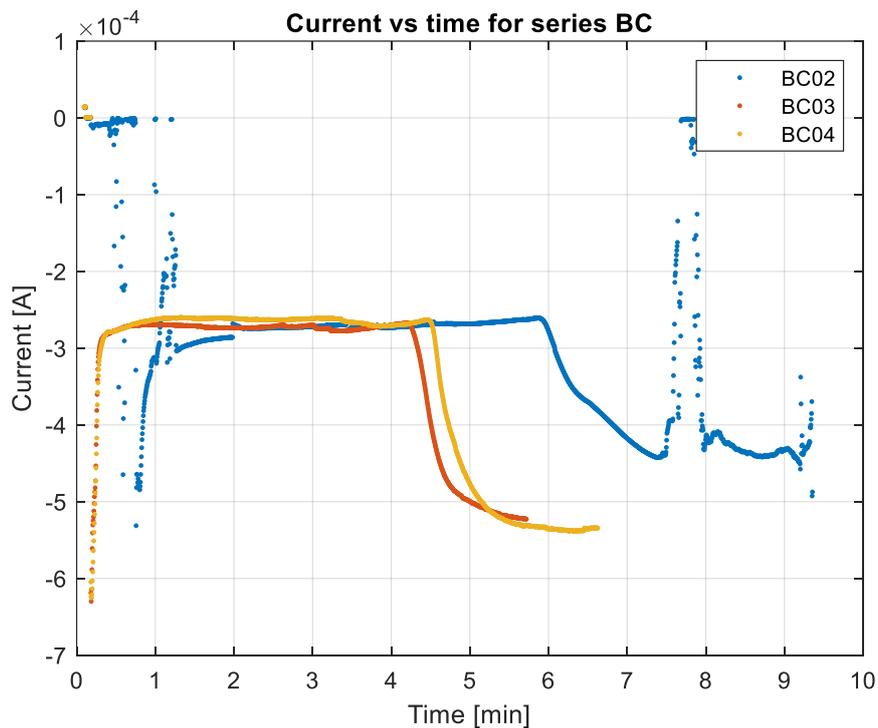


Figure 2-13 : Courbes I-t / Série BC

Sur la Figure 2-13, on observe :

- Cohérence avec l'allure attendue (malgré le bruit de BC02, causé par un mauvais contact électrique).
- Inflexion franche après 5 à 6 minutes.
- Un plateau de courant à -0.27 mA.

2.3.2 Série BD

La série BD est identique à la précédente, mais elle a été faite avec du BiTe. Des fuites au niveau de la partie sensible ont engendré plusieurs fois une croissance de nanofils hors de la région cible (cf. Figure 2-14). La croissance a été non-productive, visible par l'absence de nanofils en surface.

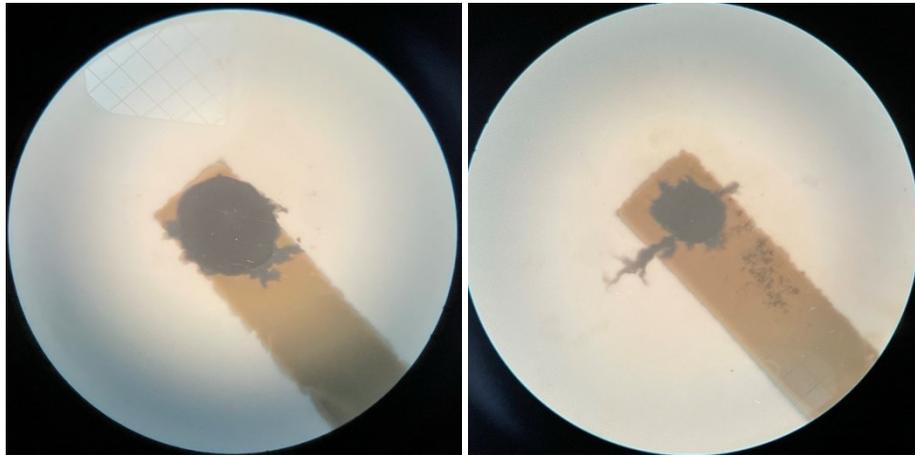


Figure 2-14 : Images sous binoculaire des capteurs BD02 et BD03

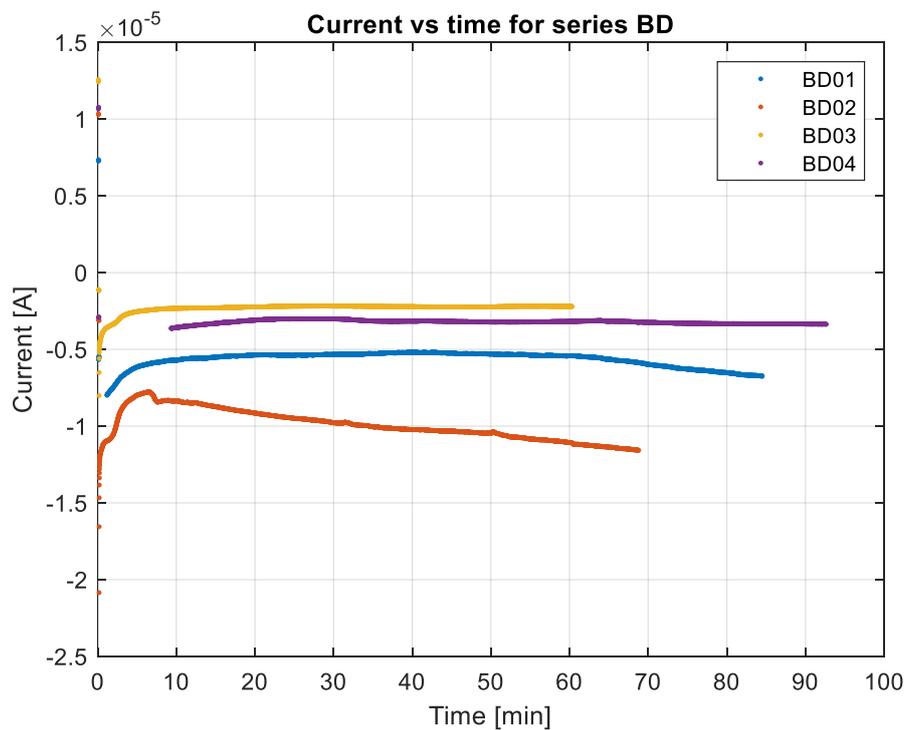


Figure 2-15 : Courbes I-t / Série BD

Sur la Figure 2-15, on observe :

- Pas d'inflexion nette après un temps supérieur à 1h.
- Un courant de plateau variant entre -2 et -10 μA .
- BD04 : Un manque de points initiaux car la durée de la mesure entraine une perte de ces points.

2.3.3 Série BE

Afin de répondre au problème susmentionné, les ED ont été faits avec les masques rectangulaires 3 mm. Les fuites, qui sont encore visibles (cf. Figure 2-16), n'affectent plus la procédure.

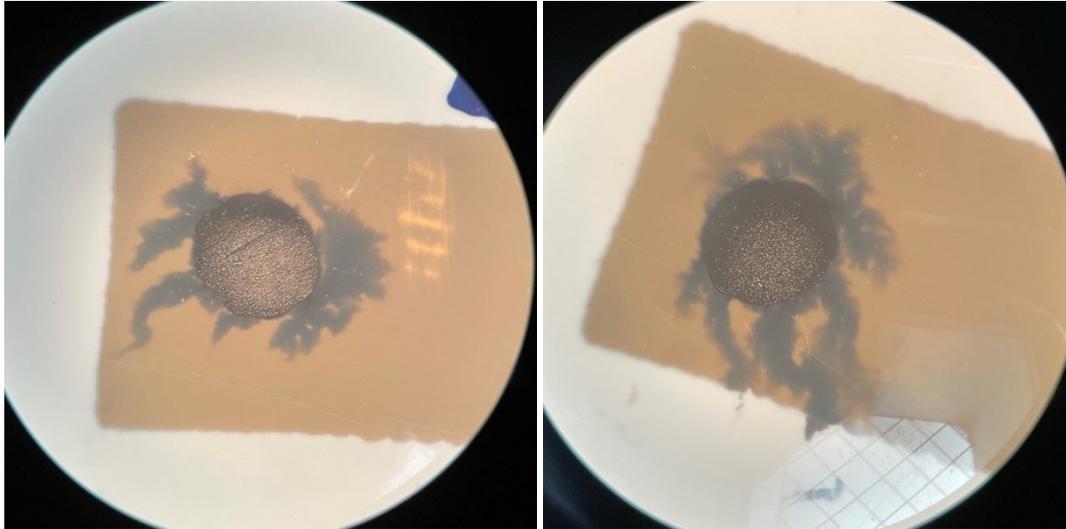


Figure 2-16 : Images sous binoculaire des capteurs BE02-2 et BE03

Également visible est la formation de croute en surface. En effet, les points grisés correspondent aux nanofils atteignant la surface.

Des mesures du coefficient de Seebeck (S) ont été effectuées :

Sensor	Ved [V]	S [$\mu\text{V}/\text{K}$]	R [Ω]	Pmax [μW]
BE02	0.1	-20.1	0.253295	-0.4
BE03	0.1	4.5	1.44549	-0.004
BE04	0.1	-13.5	7.34219	-0.006

Tableau 2-2 : Caractéristiques série BE (Source : L. Gravier)

Les coefficients de Seebeck (Tableau 2-2) sont plus faibles qu'attendues (environ 13 plutôt que 200 $\mu\text{V}/\text{K}$).

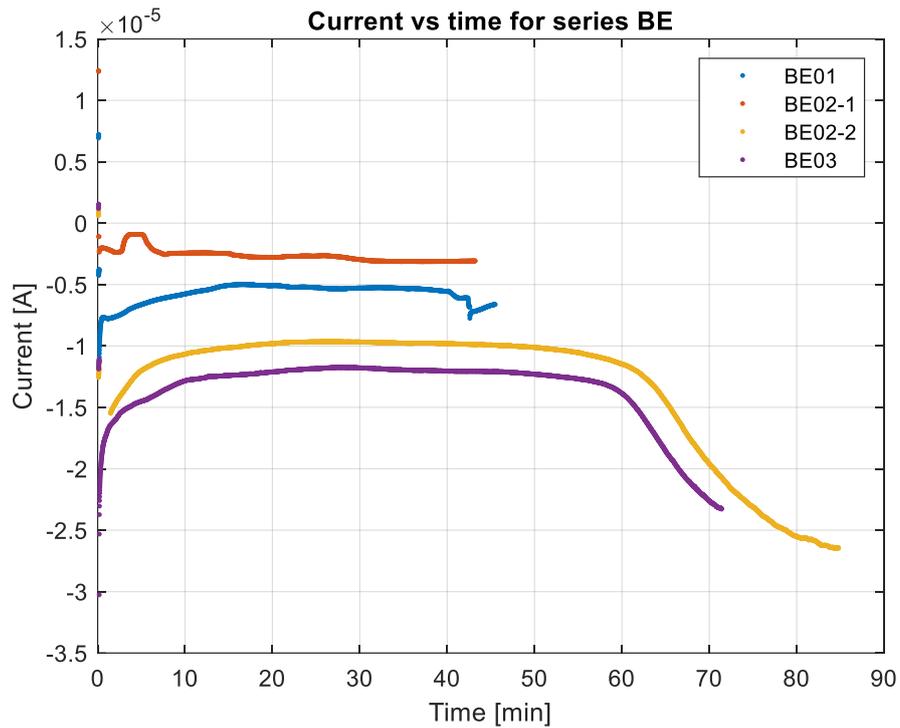


Figure 2-17 : Courbes I-t / Série BE

Sur la Figure 2-17, on observe :

- BE01 : Echoué pour des raisons inconnues.
- BE02 : Echoué à la première tentative.
- Un courant de plateau variant entre -10 et -12 μA .
- Une inflexion à 1h dans les cas réussis (BE02-2 et BE03).
- L'inflexion est bien visible mais moins franche qu'avec la série BC (Figure 2-13). Ceci est certainement lié à l'électrolyte utilisé.

2.3.4 Série C

Dans l'objectif d'améliorer le coefficient de Seebeck, une nouvelle série a été produite. Pour ce faire, une deuxième solution de l'électrolyte BiTe a été utilisée. Celle-ci présente une concentration plus élevée de sels que la première. Une combinaison de masques PVD a été utilisée (Figure 2-6).

Des nouvelles mesures de coefficient de Seebeck (S) ont été faites :

Sensor	Ved [V]	S [$\mu\text{V/K}$]	R [Ω]	Pmax [μW]
C01	0.08	-69.5	5.99E-02	-20
C02	0.07	-46.7	1.11E+00	-0.42
C03	0.06	-50	3.13E-01	-2.2
C04	0.05	-33.7	2.09E+00	-0.21
C05	0.075	-63.8	7.08E-02	-14.8
C06	0.085	-67.7	6.67E-02	-27.5

Tableau 2-3 : Caractéristiques série C (Source : L. Gravier)

Les capteurs C01, C05, et C06 ont tous une augmentation d'environ 32x relativement à la série précédente.

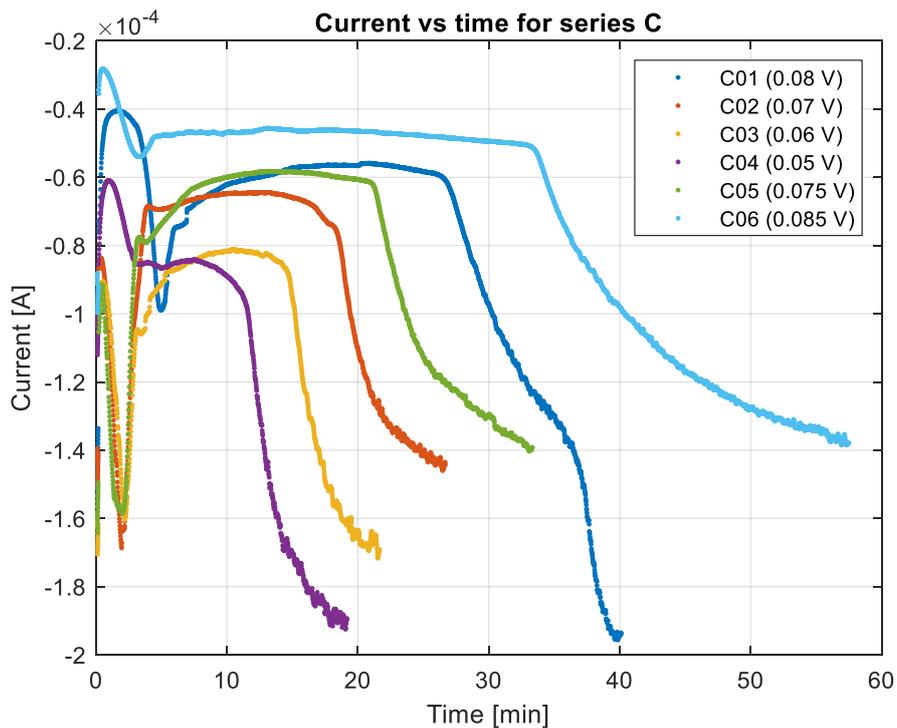


Figure 2-18 : Courbe I-t / Série C

Sur la Figure 2-18, on observe :

- Si la tension augmente, alors :
 - o La durée de l'ED augmente
 - o L'amplitude du courant de plateau diminue

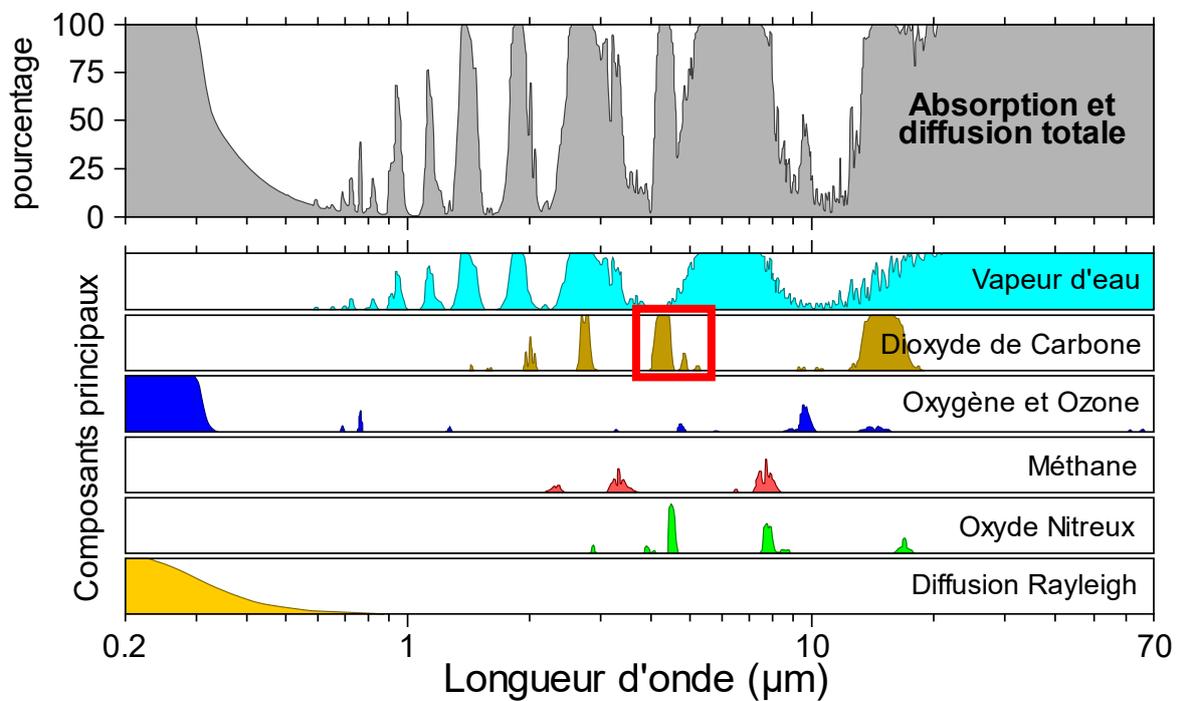
3 Fabrication du banc d'essai

3.1 Etude

Le fonctionnement global du système est similaire à celui du capteur NDIR. C'est-à-dire une source lumineuse, une longueur utile pour l'atténuation de la lumière par le CO₂, suivie d'une partie sensible.

3.1.1 Source lumineuse

Tel pour le capteur NDIR, le travail se fait dans le domaine de l'infra-rouge. C'est où se trouve le spectre d'absorption du CO₂. En effet, en regardant le spectrographe de l'air atmosphérique (Figure 3-1), on constate plusieurs longueurs d'ondes qui paraissent utilisables. Cependant, elles coïncident tous avec un autre gaz. C'est généralement la vapeur d'eau qui pose un problème, sauf à 4.3 µm où l'azote (oxyde nitreux) est plus proche. Il est plus probable que le taux d'azote dans l'air soit constant plutôt que la vapeur d'eau qui peut varier d'heure en heure. Ainsi, il est choisi de travailler à 4.3 µm (Figure 3-1, carré rouge) pour la lumière qui sera absorbée.



Un fabricant de diodes propose un projet similaire. Dans cet exemple, une diode à 4.3 μm est utilisée pour détecter et une à 3.4 μm pour la référence (cf. Figure 3-2).

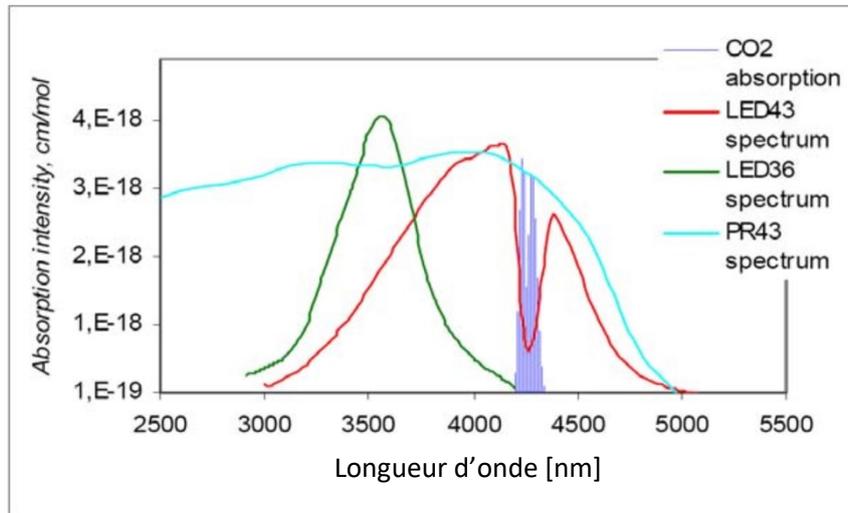


Figure 3-2 : Bande d'émission de deux LED et bande d'absorption du CO₂ [13]

3.2 Schéma bloc

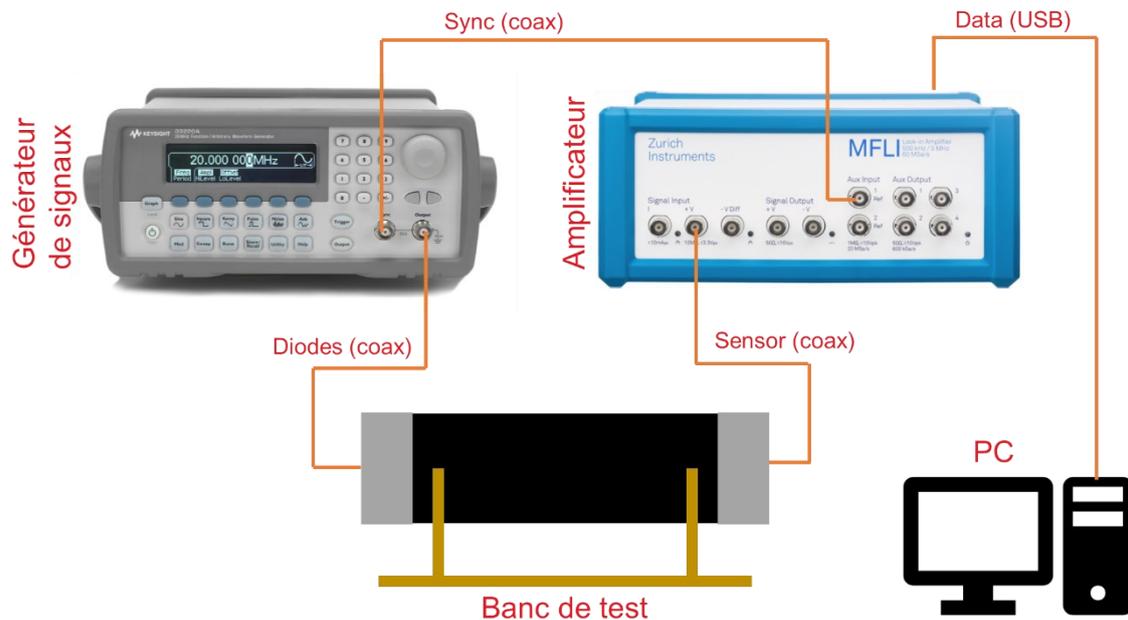


Figure 3-3 : Schéma bloc de mesure

Remarques concernant la Figure 3-3 :

- Le générateur de signaux émet sur sa sortie « Sync » un signal carré 0~3.3 V à la même fréquence que la sortie « Output ». Ce signal est utilisé par l'amplificateur afin d'effectuer une modulation/démodulation.
- L'amplificateur possède également un générateur de signaux, mais uniquement de forme sinusoïdale (et non la forme carrée). La diode ne peut pas être alimentée par l'amplificateur.

3.3 Conception

Le banc de test est fait avec un système modulaire facilement (dé-)montable afin de pouvoir changer les composants sans efforts. Il sera composé de plusieurs éléments (cf. Figure 3-4), notamment :

- **Tube** : permet de contenir le gaz.
- **Inserts** : contient soit les sources lumineuses, le CGUN, ou le capteur de référence TD2XP. Cette méthode permet une modularité.
- **Support** : tient le tube en place, évitant les déplacements.

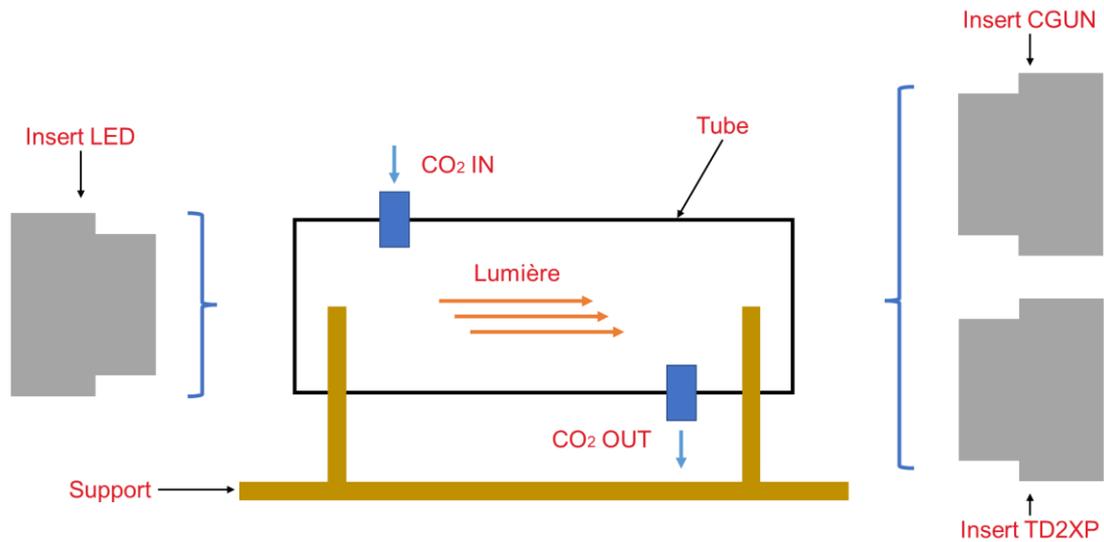


Figure 3-4 : Schéma de concept du banc de test

3.3.1 Tube

Le tube est le corps du banc d'essai, il sert de :

- Fixation des inserts.
- Canal lumineux.
- Espace clos pour la circulation du CO₂.

3.3.1.1 Solutions étudiées

A. Tube rond

Avantages	Inconvénients
Facilité d'usinage mécanique (par ex. au tour)	Roule si pas fixé, donc prévoir un insert
Moins de matériau pour les inserts	
Forme plus commune sur le marché	

Tableau 3-1 : Avantages et inconvénients : Tube solution A

B. Tube carré

Avantages	Inconvénients
Pas besoin de support	Forme peu commune et difficile à usiner

Tableau 3-2 : Avantages et inconvénients : Tube solution B

3.3.1.2 Solution choisie

Le tube rond a été choisi pour les avantages précités (cf. Tableau 3-1).

Quelques remarques quant à sa conception :

- Afin d'éliminer l'effet de la lumière extérieur sur les mesures, le tube doit être opaque.
- La surface intérieure doit être réfléchissante afin de maximiser la lumière atteignant le capteur.
- Le diamètre du tube n'a pas d'importance sur l'aspect physique. A partir de la taille des membranes, 50 mm était choisi comme ordre de grandeur. Finalement, un diamètre intérieur de 42 mm a été choisi pour sa disponibilité à l'école.
- Plusieurs longueurs de tube ont été prévus (100 et 200 mm) afin d'étudier l'effet de cette variable sur la détection du gaz.
- L'entrée du gaz est prévue en haut et la sortie en bas car le CO₂ est plus dense que l'air.
- Il serait possible d'ajouter un capteur CO₂ commercial afin d'effectuer un étalonnage.
- La longueur du tube est choisie selon ce qui se fait sur le marché (cf. Figure 3-5)



Figure 3-5 : Capteur CO₂ de laboratoire commercial [14]

3.3.2 Inserts

Les inserts font la modularité du système. Il y a actuellement 3 inserts :

1. Insert LEDs
2. Insert TD2XP
3. Insert CGUN

Les inserts sont en polymère PLA fabriqués par impression 3D. Afin de minimiser l'échappement du CO₂, des joints toriques (o-ring) sont prévus. Un calcul a été fait pour trouver les meilleures dimensions parmi le matériel disponible à l'école. Les cotes de rainure ont été calculées, mais uniquement la largeur a été utilisée. En effet, en appliquant la profondeur conseillée, il devient plus difficile à rentrer/sortir l'insert. Pour finir un joint de dimensions 36.2x3 a été choisi. La rainure fait donc 3.65 mm de large et 36.50 mm en diamètre (plutôt que 37.20).

3.3.2.1 Insert LEDs

Objectif : maintenir les LEDs infrarouges



Figure 3-6 : Modèle 3D de l'insert LEDs

Tel visible sur la Figure 3-6 :

- Des trous sont prévus afin d'accueillir les LEDs. Ces trous sont traversants pour passer les fils.
- Des espaces pouvant accueillir les languettes des LEDs sont prévues pour éviter la rotation.
- Pour minimiser l'échappement du gaz, les trous sont bouchés par du silicone.
- Des textes détrompeurs sont directement imprimés sur la face intérieure.
- Des étiquettes analogues sont collées sur l'autre côté.
- Une étiquette d'avertissement est placée car la lumière infra-rouge est nocive pour l'œil.

3.3.2.2 Insert TD2XP

Objectif : maintenir un capteur TD2XP.

3.3.2.2.1 Solutions étudiées

A. Fixation avec vis

Avantages	Inconvénients
Plus stable	Ajoute une étape au montage
Compatible impression 3D	

Tableau 3-3 : Avantages et inconvénients : Insert TD2XP solution A

B. Fixation sans vis

Avantages	Inconvénients
Facile de changer de capteur	Complicé à usiner mécaniquement
Compatible impression 3D	

Tableau 3-4 : Avantages et inconvénients : Insert TD2XP solution B

3.3.2.2.2 Solution choisie

La solution B a été choisie (cf. Tableau 3-4). Pour lutter contre des mouvements fortuits, du scotch peut être utilisé. Même si cette méthode est plus compliquée à usiner, elle est compatible avec l'impression 3D.

Le capteur TD2XP qui fonctionne sur le même principe que notre capteur. Son utilisation a pour objectif de vérifier le montage, notamment le fonctionnement des LEDs. Ces derniers émettant hors du spectre visible, il n'est pas possible de vérifier leur état à l'œil nu.



Figure 3-7 : Modèle 3D de l'insert TD2XP

Tel visible sur la Figure 3-7 :

- Le capteur se fixe sous une languette qui dépasse légèrement.
- Une fente est prévue pour passer un tournevis afin de sortir le capteur.
- Un trou traversant existe pour passer les fils. Ce trou sera bouché avec du silicone pour limiter l'échappement du gaz.
- Les fils sont fixés par laque d'argent (colle conductrice). Les contraintes mécaniques doivent être minimisées.

3.3.2.3 Insert CGUN

Objectif : Maintenir le CGUN en place et assurer un contact électrique fiable.

3.3.2.3.1 Solutions étudiées

A. Contact par lamelles

La Figure 3-8 montre le concept avec lamelles.

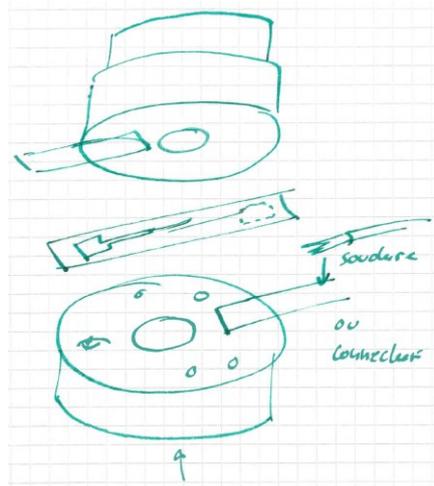


Figure 3-8 : Insert CGUN : Solution A

Avantages	Inconvénients
Prix	Pas de contact garantie
Simplicité	Résistance importante

Tableau 3-5 : Avantages et inconvénients : Insert CGUN solution A

B. Contact par contacts ressorts

Un contact ressort schématisé est visible à la Figure 3-9.



Figure 3-9 : Insert CGUN : Solution B - Contact ressort [15]

Avantages	Inconvénients
Contacts dorés	Prix (CHF 1.73 sur mouser.ch)
Effet ressort garantie bon contact	

Tableau 3-6 : Avantages et inconvénients : Insert CGUN solution B

3.3.2.3.2 Solution choisie

La solution B a été choisie afin d'assurer un bon contact électrique. En effet, cela réduit le risque de problèmes de mesures par la suite.

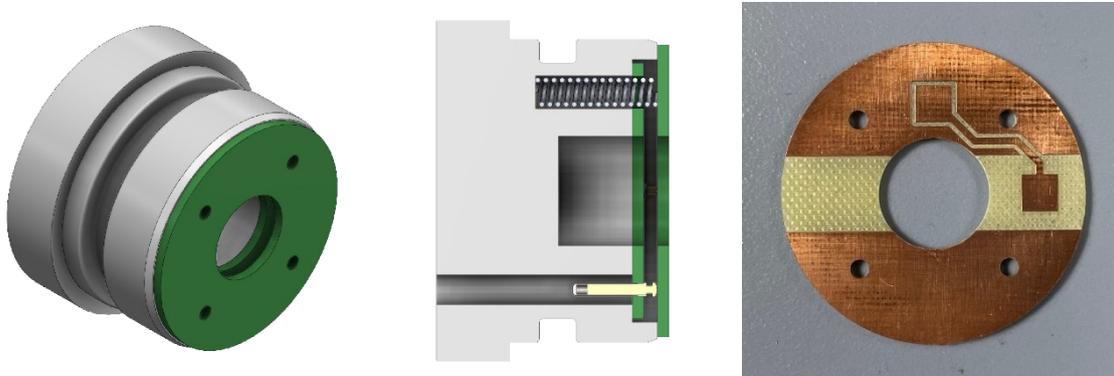


Figure 3-10 : Gauche : Modèle 3D de l'insert CGUN. Centre : Vue en coupe de ce modèle. Droite : PCB supérieur

Tel visible sur la Figure 3-10 :

- Un PCB est utilisé pour avoir des combinaison point de contact et support physique. Celui-ci permet aussi la création d'un contact électrique avec l'autre pad du capteur.
- Des contacts ressorts sont utilisés pour assurer le contact électrique.
- Un creux derrière le centre du CGUN pour éviter l'ajout d'une inertie thermique.

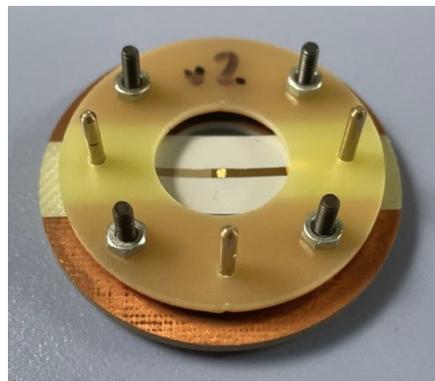


Figure 3-11 : Montage PCB CGUN (sans câblage)

3.3.3 Support

Objectif : Maintenir la structure en place et éviter que le tube roule.



Figure 3-12 : Modèle 3D du support

Le support est fait de plaques MDF découpées au laser.

3.3.4 Système laser

Afin de valider le banc d'essai et le capteur CGUN, un laser est utilisé. Ceci présente une difficulté car le faisceau doit arriver exactement sur la partie sensible.

3.3.4.1 Solutions étudiées

A. Utilisation d'une table XYZ avec vis micrométriques

Un exemple de table micrométrique est visible ci-dessous (Figure 3-13).



Figure 3-13 : Montage laser : Solution A

Avantages	Inconvénients
Système existant ; mise en place rapide	Volumineux
Précis	Cher

Tableau 3-7 : Avantages et inconvénients : Montage laser solution A

B. Insert réglable en XY

Un insert est conçu avec la capacité de se déplacer sur l'axe XY (cf. Figure 3-14).

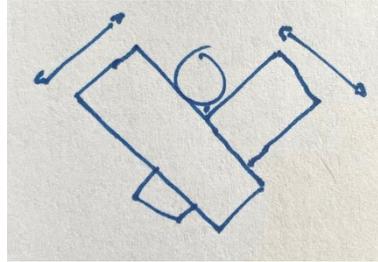


Figure 3-14 : Montage laser : Schéma solution B

Avantages	Inconvénients
Petit (format d'insert)	Fabrication compliquée

Tableau 3-8 : Avantages et inconvénients : Montage laser solution B

3.3.4.2 Solution choisie

La solution A est choisie, notamment pour sa rapidité de mise en place.

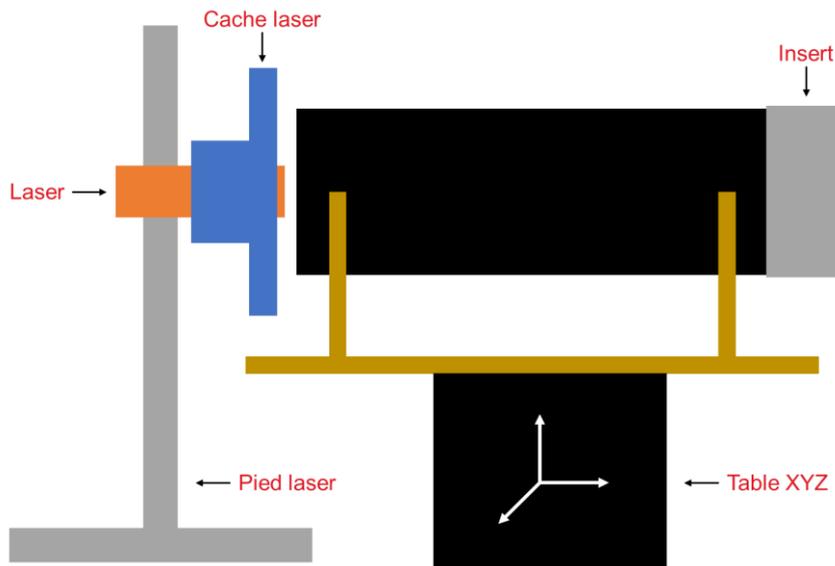


Figure 3-15 : Schéma de concept du montage laser

Concernant la Figure 3-15 :

- Le tube se trouve sur une plateforme mobile XYZ réglable par vis micrométriques.
- Un cache monté sur le laser réduit la lumière ambiante.
- Une bande antiglisse est fixée sous la table XYZ pour éviter les déplacements fortuits.
- Ce montage pourrait être fait à l'envers (laser sur une plateforme mobile et tube fixe) pour une meilleure stabilité. La solution actuelle a été choisie pour sa rapidité de fabrication.

Le montage est visible sur la Figure 3-16.

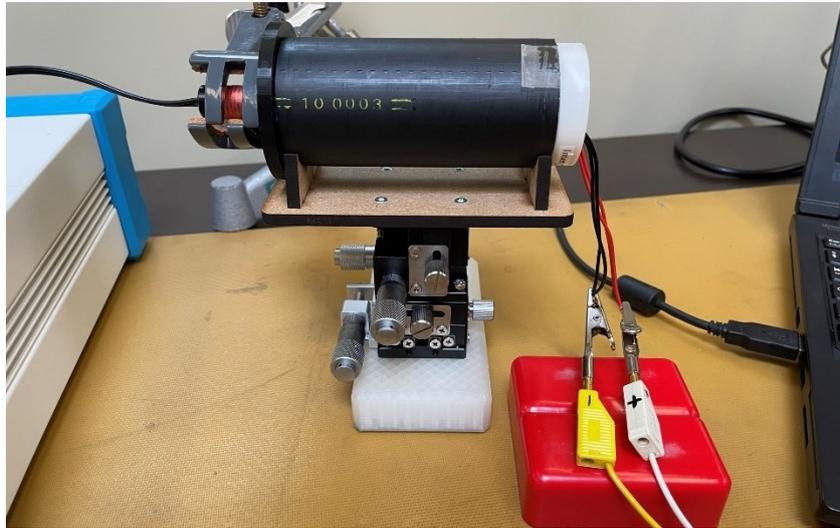


Figure 3-16 : Montage du système laser

4 Procédure

4.1 Paramétrisation des appareils

4.1.1 Générateur de signaux

Dans tous les cas :

- Sortie « sync » doit être active
- Signal type carré
- Fréquence initiale à 0.5 Hz

Réglages spécifiques :

Situation	Tension crête-crête [V]	Offset [V]
Laser	4	2
Diode 3400W	1	0.5
Diode 4300W	0.5	0.25

Tableau 4-1 : Paramètres générateur de signaux

4.1.2 Amplificateur

Installer les logiciels et drivers nécessaires selon le « MFLI User Manual » §1.4.2 et §1.7.1.

Brancher l'amplificateur selon la Figure 4-1. De plus, brancher le câble USB à l'arrière de l'amplificateur dans le PC.



Figure 4-1 : Branchement de l'amplificateur

Sous l'onglet « Lock-in », saisir les paramètres comme sur la Figure 4-2 (carrés rouges).



Figure 4-2 : Configuration de l'amplificateur

1. Aller sous l'onglet Lock-in
2. Mettre la référence du démodulateur 2 sur « ExtRef 1 »
3. Mettre les signaux d'entrées des démodulateurs 1 et 2 sur « Sig In 1 » et « Aux In 1 » respectivement
4. Ajuster le filtre passe-bas à un ordre 3 et mettre la bande passante à environ 10 Hz.
5. Vérifier que l'oscillateur interne s'accorde avec la fréquence du générateur de fonctions.
6. Effectuer un auto-ajustement de l'échelle en entrée. 3 mV permet des bonnes mesures.

La configuration a été enregistré comme profil sous l'onglet Config avec le nom TB_MSN.

4.2 Mesuration avec montage laser

1. Allumer, paramétrer et brancher le générateur de signaux et l'amplificateur. Dans la mesure du possible, éviter le croisement des câbles et minimiser les longueurs de câbles (bruit).
2. Aligner grossièrement le laser sur le centre du capteur. Réduire la tension pour éviter de se faire éblouir.
3. Positionner le tube devant le laser en maximisant la fermeture par le cache. S'aider du plotter de l'amplificateur pour garder l'alignement grossier.
4. Enclencher le générateur de signaux selon le Tableau 4-1.
5. Ajuster finement l'alignement du laser à l'aide des vis micrométriques. En regardant le plotter, essayer de maximiser la tension crête V_{pp} .
6. Lorsque la bonne position est trouvée, ne plus déplacer le système.
7. Mettre la fréquence à 0.5 Hz.
8. Mesurer l'amplitude crête V_{pp} et la tension moyenne V_{moy} à l'aide des curseurs. Saisir dans un tableau.
9. Mettre la fréquence à 1 Hz.
10. Répéter les étapes 8 et 9 pour les fréquences suivantes :

0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 175, 200, 225, 250, 275, 300 [Hz]

5 Mesures

Pour les mesures, des analyses fréquentielles ont été faites. C'est-à-dire que pour divers fréquences, l'amplitude crête-crête ainsi que la tension moyenne a été mesurée. La mesure est faite à l'aide des curseurs sur l'écran.

Une incertitude de lecture de $0.01 \mu\text{V}$ est présente sur toute les mesures.

Tous les résultats bruts sont disponibles dans les annexes (Annexe A et Annexe B).

5.1 Capteur C01

5.1.1 C01-2 : Face 1 normal

L'effet du laser seul a été observé sur la face 1 du capteur C01.

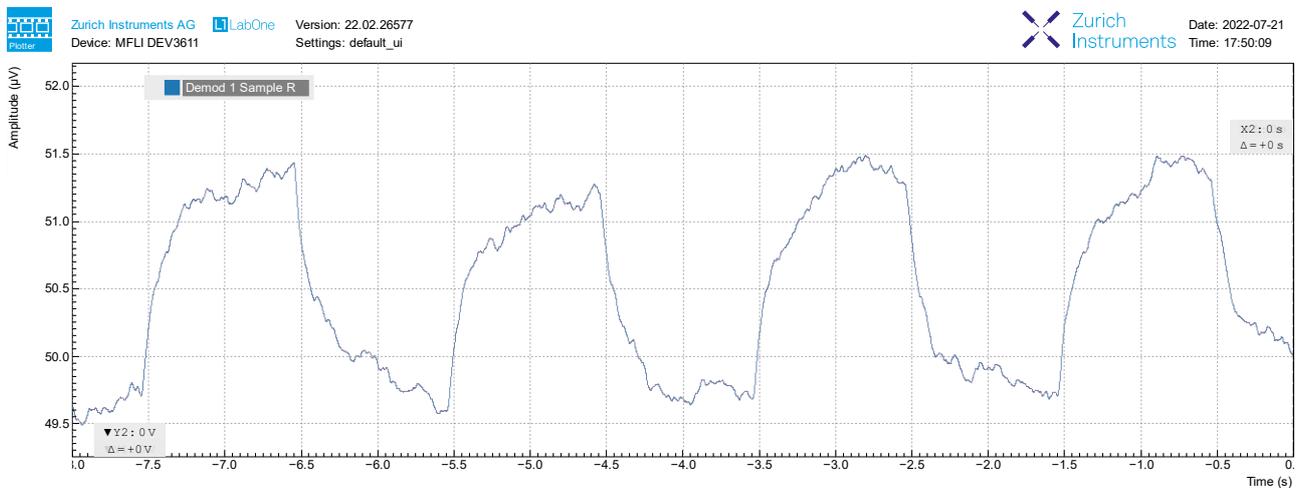


Figure 5-1 : Signal mesuré : C01, face 1, 0.5 Hz

On observe (cf. Figure 5-1) :

- Une amplitude d'environ $1.5 \mu\text{V}$
- Une tension moyenne de $50.5 \mu\text{V}$

5.1.2 C01-1 : Face 2 normale

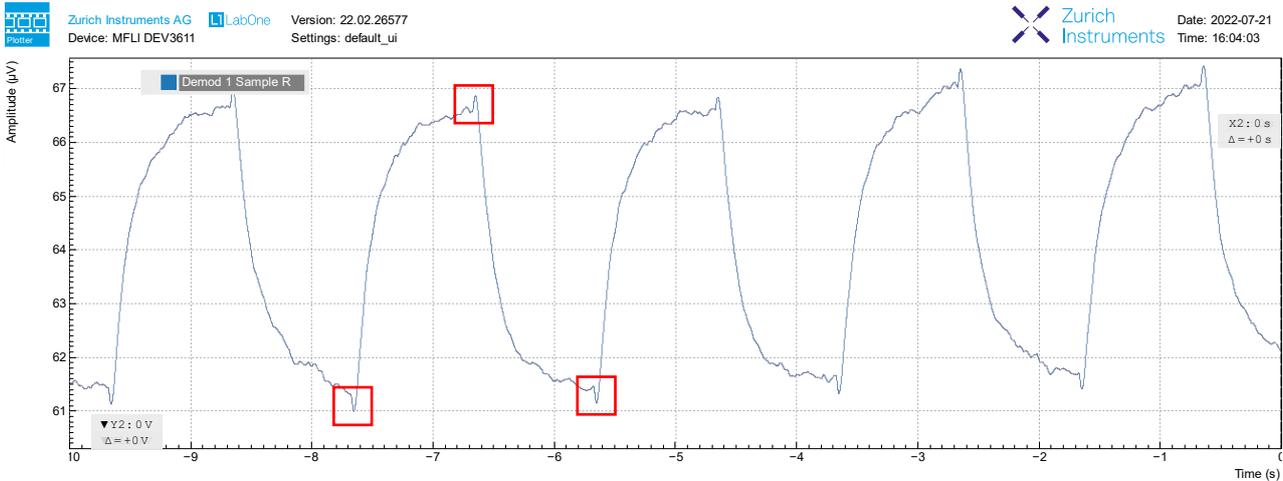


Figure 5-2 : Signal mesuré : C01, face 2, 0.5 Hz

On observe (cf. Figure 5-2) :

- Une amplitude d'environ 6 μV . Cela équivaut à une augmentation de 4x relativement à la face 1.
- Une tension moyenne de 64 μV . Augmentation de 14 μV comparé à la face 2.
- Il est intéressant de noter les crêtes opposées avant chaque saut (carrés rouges). Ces crêtes ont une amplitude de 3 à 4 μV .

Ces pics sont causés par le réchauffement initial de la face opposée à la lumière (cf. Figure 5-3). En effet, la face 2 possède une croute et a donc une inertie thermique plus importante que la face 1. La face lointaine est donc chauffée en premier, causant une brève différence thermique opposée à celle qui suit.

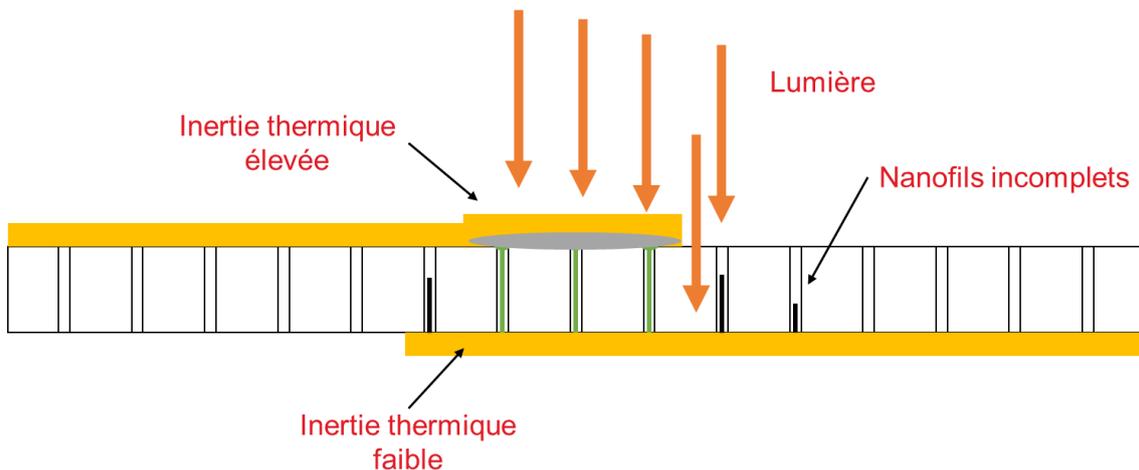


Figure 5-3 : Coupe de CGUN avec lumière différée

Ce phénomène est d'autant plus prononcé par les nanofils qui ne sont pas arrivés en surface. Ces nanofils absorbent bien la chaleur (cf. Figure 5-4).

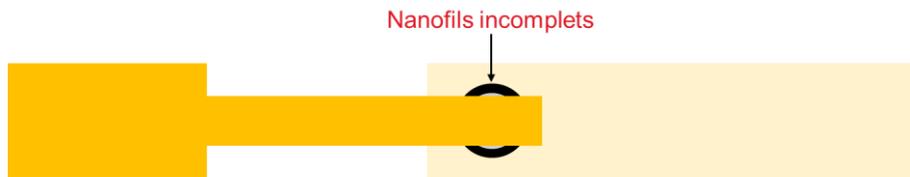


Figure 5-4 : Représentation des nanofils incomplets qui absorbent la lumière

Ces pics opposés restent identifiables jusqu'à 2 Hz environ (carrés rouges Figure 5-5).

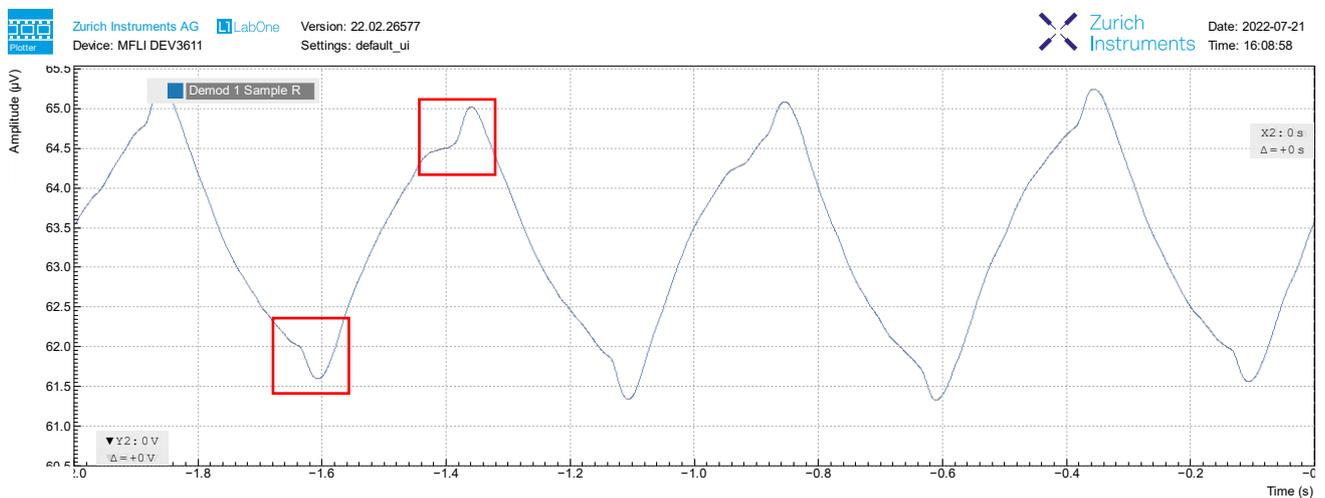


Figure 5-5 : Signal mesuré : C01, face 2, 2 Hz

5.1.3 C01-3 : Face 1 noircie

Dans le but d'augmenter l'amplitude de la mesure, il est possible de noircir la partie sensible du capteur. En ce faisant, plus de chaleur est absorbée mais l'inertie thermique augmente aussi. En conséquence la mesure pourrait être moins dynamique. Ici, le noircissement se fait en dessinant délicatement au feutre.

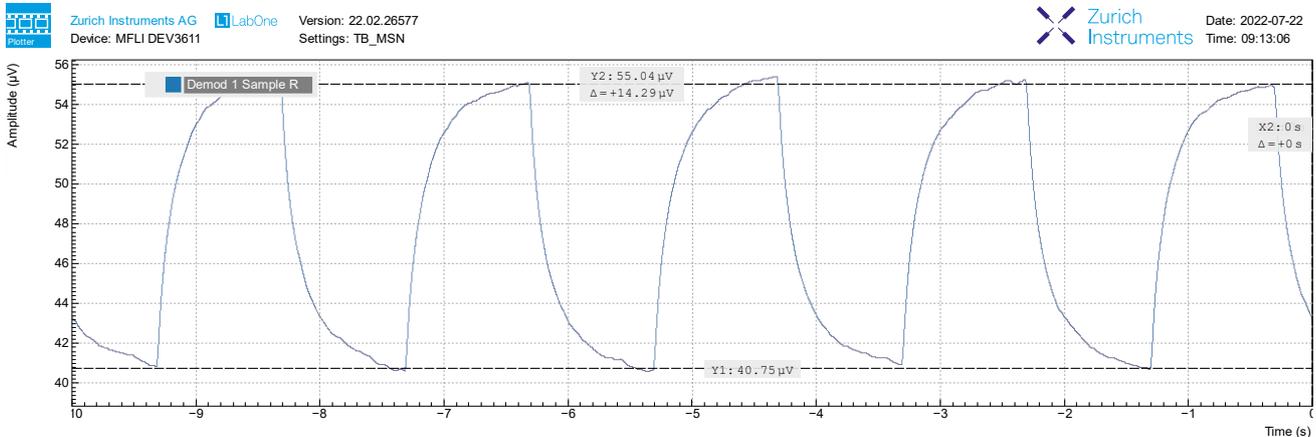


Figure 5-6 : Signal mesuré : C01, face 1 noircie, 0.5 Hz

On observe (cf. Figure 5-6) :

- Une amplitude d'environ 14.3 μV . Cela équivaut à une augmentation de 9x relativement à la même face sans point noir (1.5 μV). Ce résultat confirme qu'une surface noire est mieux pour l'amplitude du capteur plutôt
- Une tension moyenne de 58 μV .

5.1.4 C01-4 : Face 2 noircie

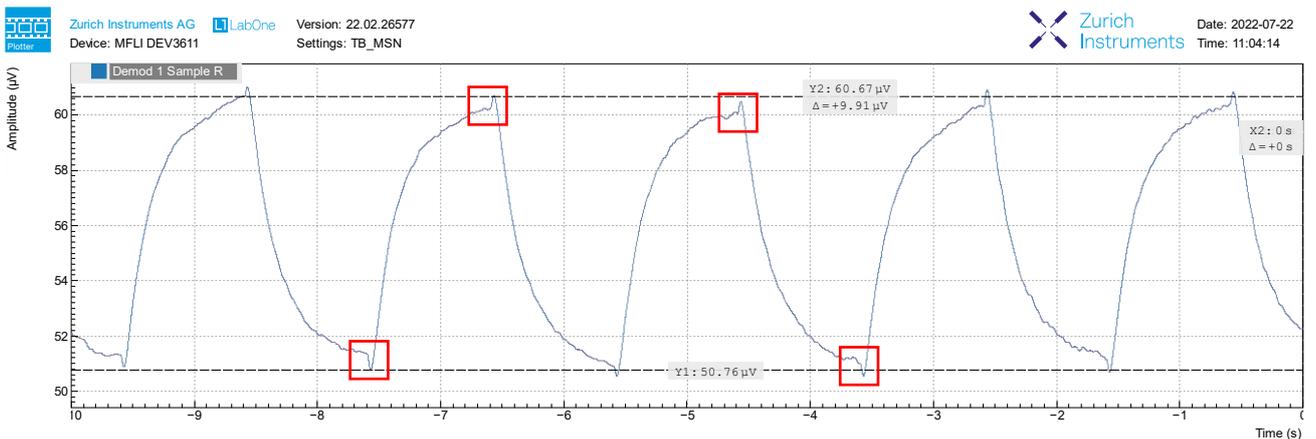


Figure 5-7 : Signal mesuré : C01, face 2 noircie, 0.5 Hz

On observe (cf. Figure 5-7) :

- Un pic en sens opposé est toujours présent (carrés rouges), contrairement aux attentes.
- Une amplitude d'environ 9.9 μV . Cela représente une augmentation de 3.9 μV comparé à la même mesure sans point noir.

5.1.5 Comparaison des résultats

Globalement, on s'attend à une meilleure performance de la face 2 et la face noircie.

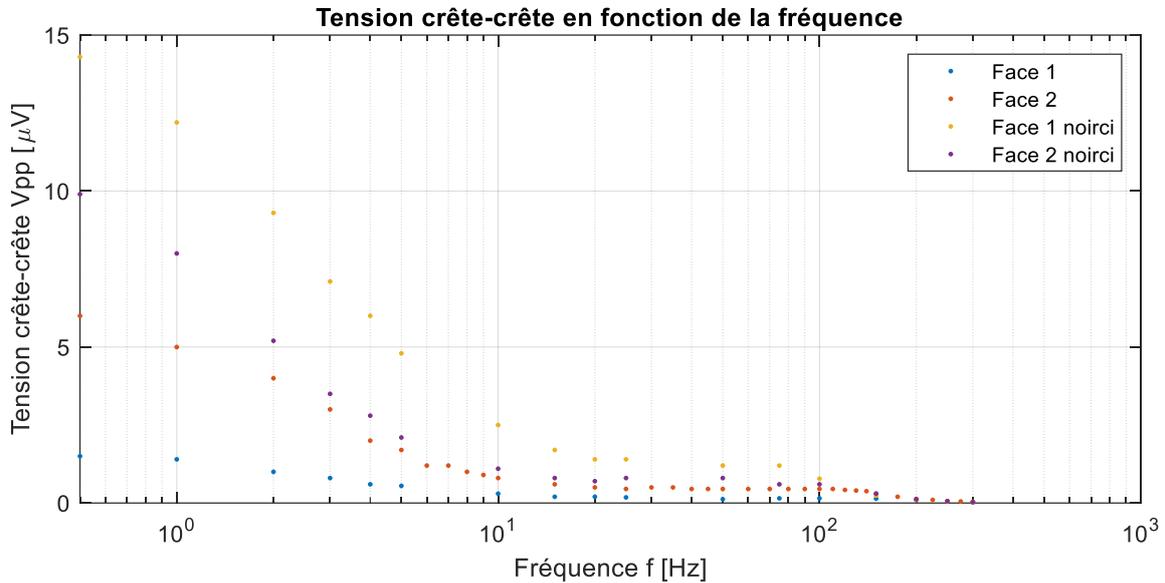


Figure 5-8 : C01 : Vpp en fonction de f

On observe (cf. Figure 5-8) :

- Dans chaque série :
 - o Diminution logarithmique jusqu'à environ 40 Hz
 - o Plateau linéaire jusqu'à 75 Hz
 - o Diminution finale vers 0.02 μV à 300 Hz. A ce stade, la mesure est au même ordre de grandeur que le bruit. De plus, l'incertitude de 0.01 μV est alors considérable.
- La face 1 noircie a la meilleure performance jusqu'à 100 Hz. Après ce point, les séries convergent.
- Le noircissement de la face affecte peu la dynamique de mesure. La couche de feutre est trop faible pour modifier de façon significative l'inertie thermique.

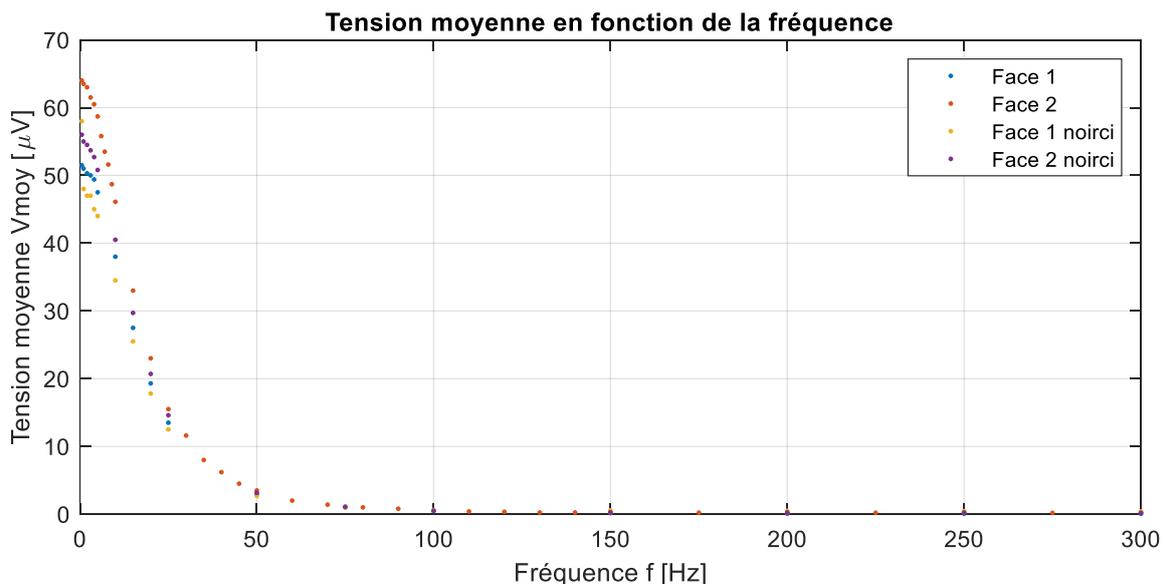


Figure 5-9 : C01 : Vmoy en fonction de f

On observe (cf. Figure 5-9) :

- Diminution logarithmique, excepté avant 5 Hz.
- A basse fréquence, la face 2 normale a la meilleure performance (amplitude plus grande). Ceci est grâce aux pics opposés (§5.1.2).
- Une convergence se produit et à partir de 50 Hz les valeurs ont peu d'écart (max. 0.6 μV @50 Hz ; 0.15 @100 Hz).

5.2 Capteur C05

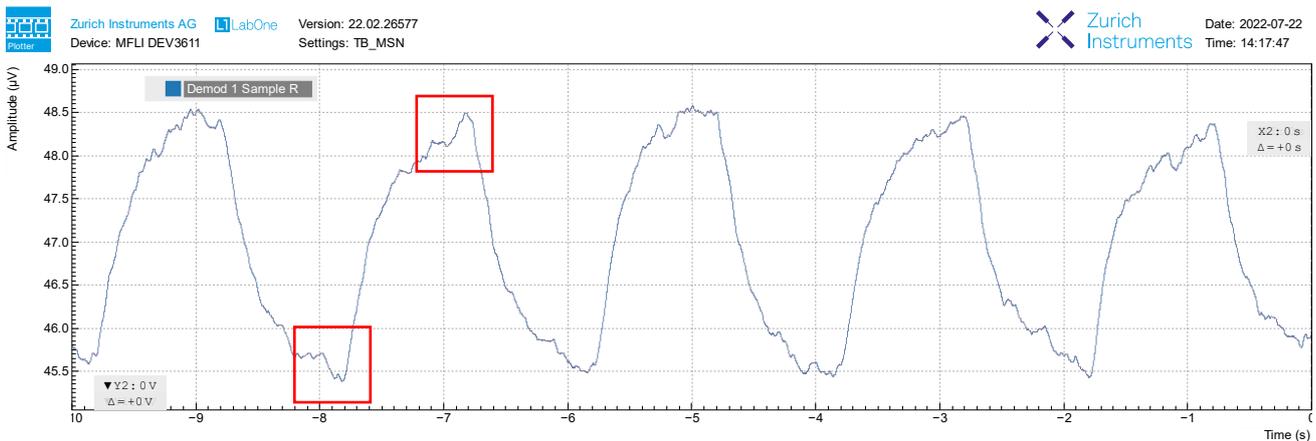


Figure 5-10 : Signal mesuré : C05, face 2 normale, 0.5 Hz

On observe (cf. Figure 5-10) :

- Les crêtes opposées sont moins (voire pas) discernables (carrés rouges).
- Une amplitude d'environ 3 μV
- Une tension moyenne de 47 μV

Par sa faible amplitude initiale, la face 2 devient inexploitable dès 10 Hz (Figure 5-11). En effet, l'amplitude est à peine plus grande que le bruit. Même si la stimulation est reconnaissable, il sera difficile d'effectuer des mesures concluantes.

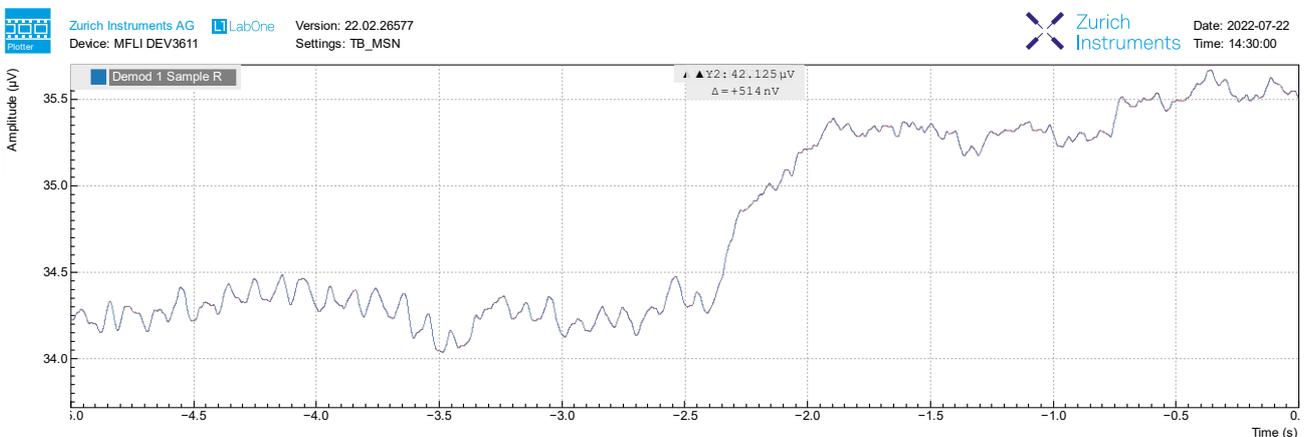


Figure 5-11 : Signal mesuré : C05, face 2 normale, 10 Hz. Source active entre -5 et -2.5 s

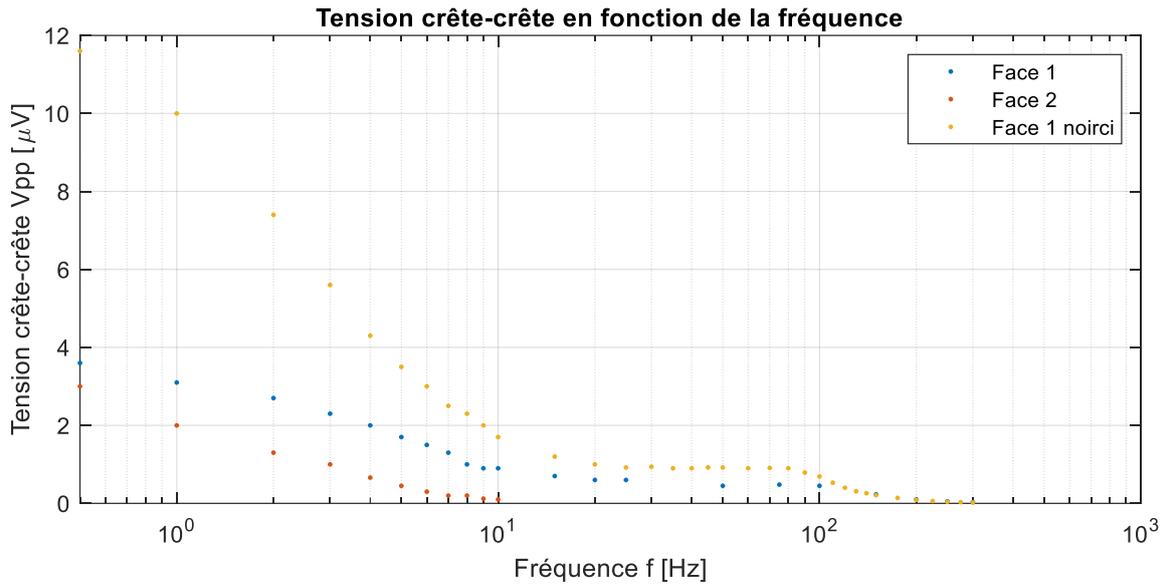


Figure 5-12 : C05 : Vpp en fonction de f

On observe (cf. Figure 5-12) :

- Diminution logarithmique jusqu'à 20 Hz. Plateau jusqu'à 80 Hz. Convergence des tracés vers 0.
- La face 1 noircie, comme pour le capteur C01, présente la meilleure performance (11.6 μ V @0.5 Hz).
- Le noircissement a permis une augmentation de l'amplitude d'un facteur 3.2 (3.6 à 11.6 μ V @0.5 Hz).

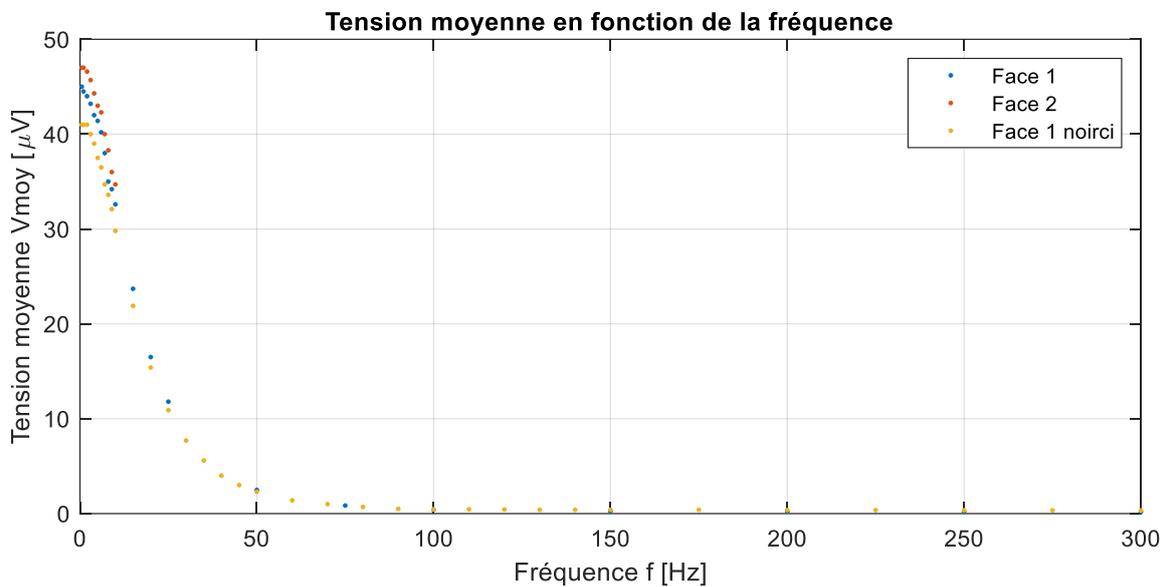


Figure 5-13 : C05 : Vmoy en fonction de f

Comme pour le capteur C01, on observe pour le C05 (cf. Figure 5-13) une diminution logarithmique des valeurs pour converger dès 50 Hz.

6 Conclusions

6.1 Objectifs

1. Fabriquer des CGUN

Atteint : plusieurs CGUN ont été fabriqués. Deux électrolytes ont été utilisés, soit le Nickel et le Tellure de Bismuth. Dans des études complémentaires, des CGUN ont été faits en étudiant différents paramètres de déposition, tel que la tension d'ED et la concentration d'électrolyte. Ces études n'ont pas été plus détaillées car elles ne font partie des objectifs du projet.

2. Concevoir et fabriquer un banc d'essai capable de qualifier les CGUN

Atteint. Un banc test modulaire a été conçu et fabriqué, capable d'être adapté facilement par la suite. De nouveaux modules peuvent être conçus facilement. Afin de s'ajuster à la faible puissance des diodes infra-rouges, un nouveau montage devra être conçu avec des distances plus faibles.

3. Evaluer l'influence de divers paramètres sur la détection du gaz :

a. Distance entre source lumineuse et capteur

Pas atteint. L'utilisation du laser signifie que la distance aura très peu (théoriquement aucune) influence sur la détection. Cette variable est surtout importante avec les diodes. Dans l'exemple photo-acoustique (Figure 1-4), on observe des distances très faibles.

b. Taille de la surface sensible

Pas atteint. Plusieurs surfaces ont été fabriquées lors de la série BD. Cependant, elles n'ont pas été testées avec la fabrication de la série C.

c. Présence d'un point noir sur la partie sensible

Atteint : l'effet a été mesuré et montre des résultats concluants. Le point noir augmente l'amplitude du signal mesuré. L'effet est surtout présent pour la face 1, car celle-ci est la plus brillante et n'a pas de surface réfléchissante de l'autre côté.

d. Composant chimique utilisé lors de l'ED

Partiellement atteint. La qualification s'est fait au multimètre en exposant le capteur à une lumière laser. De là, il est possible de conclure que le BiTe est effectivement meilleur que le Nickel.

4. Valider la détection ou la mesure de CO₂

Pas atteint. La mesure du CO₂ n'a pas pu se faire car les diodes prévues ne sont pas assez puissantes dans ce montage ou pour cette application. Ainsi, un laser a été utilisé mais celui-ci ne permet pas la mesure du CO₂ car sa longueur d'onde ne correspond pas au spectre d'absorption dudit gaz (laser à environ 650 nm plutôt que 4300 nm).

a. La détection/mesure doit se faire en moins que 5 secondes :

Théoriquement possible (§6.2)

b. La mesure aura une imprécision maximale de 100 ppm + 2% : N/A

6.2 Mesures sur capteurs

Le phénomène de crête opposée, supposée intéressante pour la haute fréquence est en réalité d'importance faible car assez rapidement (> 50 Hz) les valeurs convergent entre les séries.

Supposons une intégration (moyennage) sur 100 courbes sur 2 secondes. Ceci signifie une fréquence de 50 Hz. En allant jusqu'à 100 Hz, on pourrait intégrer sur 50 courbes en 0.5 secondes. En partant de ce principe, il serait possible de faire un capteur de gaz atteignant la dynamique posée dans les objectifs du TB. Il s'agit de trouver un bon équilibre entre le nombre de courbes moyennées et l'amplitude crête-crête (variable dépendante de la fréquence).

Tous les capteurs testés ont un plateau d'amplitude (V_{pp}) entre 20 et 80 Hz environ. Une bonne fréquence se trouverait donc proche 80 Hz. Ici, le signal est encore exploitable tout en restant le plus rapide possible.

La présence du point noir ajouté par feutre augmente de manière significative l'amplitude mesurée. En effet, un facteur variant entre 3 et 9 a été mesuré.

La tension moyenne (V_{moy}) diminue d'un facteur 10 entre 0.5 et 50 Hz. Après cela, une convergence a lieu à des valeurs faibles ($< 1 \mu V$).

6.3 Délivrables

Tous les livrables demandés sont délivrés, c-à-d. :

- Un rapport écrit (ce document).
- Les fichiers de conception pour les pièces créées.
- Un banc de test physique.

Le tube du banc de test n'est pas encore équipé pour accueillir du gaz ; cela nécessite le perçage de deux trous pour l'entrée et sortie.

6.4 Perspectives

L'objectif cité dans le titre du projet (« Capteur de gaz... ») n'a pas été atteint. En conséquence, la perspective principale du projet est de détecter du CO_2 . Pour ce faire, la démarche suivante est proposée :

1. Etude de l'influence d'un courant inséré dans le capteur sur l'amplitude mesurée.
2. Ajustement du banc test pour les diodes infra-rouges.
3. Qualification du montage ajusté.
4. Mensuration du CO_2 .

6.5 Remarques personnelles

Ce travail a été intéressant par son aspect innovant et l'inconnu.

Bibliographie

- [1] M. Sassen, « Etat De L'art De Capter Du CO2 - Résumé Des Sources ». 14 avril 2022.
- [2] « CO2 Sensors: definition, types, and how to choose? - Renke ». <https://www.renkeer.com/co2-sensors-types-and-choose/> (consulté le 20 juin 2022).
- [3] L. Mendes, N. Ogink, N. Edouard, H. van Dooren, I. Tinôco, et J. Mosquera, « NDIR Gas Sensor for Spatial Monitoring of Carbon Dioxide Concentrations in Naturally Ventilated Livestock Buildings », *Sensors*, vol. 15, n° 5, p. 11239-11257, mai 2015, doi: 10.3390/s150511239.
- [4] thermokon, « How are CO2 sensors calibrated? », *thermokon*. <https://www.thermokon.de/en-gb/contact/support/faq/faq/how-are-co2-sensors-calibrated> (consulté le 28 juillet 2022).
- [5] A. Ambs, J. Huber, et J. Wöllenstein, « Compact Photoacoustic Gas Measuring System for Carbon Dioxide Indoor Monitoring Applications », *Proc. IRS² 2015*, p. 918-921, mai 2015, doi: 10.5162/irs2015/2.3.
- [6] « Gas Sensors types and mechanism », *Tutorials | CO2 Sensors | Products | Asahi Kasei Microdevices (AKM)*. <https://www.akm.com/content/www/akm/global/en/products/co2-sensor/tutorial/types-mechanism.html> (consulté le 20 juin 2022).
- [7] « Operating principle -MOS-type gas sensor ». <https://www.figaro.co.jp/en/technicalinfo/principle/mos-type.html> (consulté le 20 juin 2022).
- [8] « Catalytic combustion sensors | GASTEC CORPORATION ». <https://www.gastec.co.jp/en/product/detail/id=2205> (consulté le 20 juin 2022).
- [9] M. Aliofkhaezai et N. Ali, « Physical Vapour Deposition », p. 9.
- [10] H. Soonmin, « A review of nanostructured thin films for gas sensing and corrosion protection », *Mediterr. J. Chem.*, vol. 7, n° 6, p. 433-451, déc. 2018, doi: 10.13171/mjc7618111916hs.
- [11] L. Gravier, « TB_MSN_Notes de séance ». 22 mars 2022.
- [12] « Absorption band », *Wikipedia*. 12 décembre 2021. Consulté le: 20 juin 2022. [En ligne]. Disponible sur: https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Absorption_band&oldid=1059972926
- [13] « Mid-IR - Carbon Dioxide Detection », p. 1.
- [14] « CO2 Gas Sensor », *Vernier*. <https://www.vernier.com/product/co2-gas-sensor/> (consulté le 29 juillet 2022).
- [15] Interconnect Devices, Inc, « IDI Catalog - Series SS & GSS ».

Annexes

Annexe A. Mesures C01

C01-1

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks	Parameters	
0.5	6	64	C01_Laser_0.5Hz_0A		Laser signal	Square
1	5	63.5			Laser voltage	4 V
2	4	63	C01_Laser_2Hz_0A		Face	2
3	3	61.5			Black dot	No
4	2	60.5			ΔV	0.01
5	1.7	58.7				
6	1.2	55.8				
7	1.2	53.5				
8	1	51.6				
9	0.9	48.7				
10	0.8	46.1				
15	0.6	33				
20	0.5	23				
25	0.45	15.5				
30	0.5	11.6				
35	0.5	8				
40	0.45	6.2				
45	0.45	4.5				
50	0.45	3.5		Bruit env. 0.6 uV pk-pk @ 0.02 uV		
60	0.45	2				
70	0.45	1.4				
80	0.45	1				
90	0.45	0.8				
100	0.45	0.53				
110	0.45	0.4				
120	0.42	0.35				
130	0.4	0.25				
140	0.38	0.25				
150	0.3	0.22				
175	0.2	0.22				
200	0.13	0.2				
225	0.1	0.2		Bruit env. 0.04 uV pk-pk @ 0.02 uV		
250	0.06	0.18				
275	0.05	0.19				
300	0.04	0.19		Bruit env. 0.02 uV pk-pk @ 0.02 uV		

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks
0.5	1.5	51.5	C01_Face1_Laser_0.5Hz_0A	
1	1.4	51		
2	1	50.3		
3	0.8	50		
4	0.6	49.4		
5	0.55	47.5		
10	0.3	38		
15	0.2	27.5		
20	0.2	19.3		
25	0.18	13.5		
50	0.12	2.9		
75	0.15	1		Bruit env. 0.05 uV pk-pk @ 1 uV
100	0.15	0.45		
150	0.14	0.15		Bruit env. 0.05 uV pk-pk @ 0.15 uV
200	0.1	0.07		
250	0.06	0.06		
300	0.02	0.06		Bruit env. 0.02 uV pk-pk @ 0.02 uV

Parameters	
Laser signal	Square
Laser voltage	4 V
Face	1
Black dot	No
ΔV	0.01

C01-3

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks
0.5	14.3	58	C01_Face1_dot_Laser_0.5Hz_0A	
1	12.2	48		
2	9.3	47		
3	7.1	47		
4	6	45		
5	4.8	44		
10	2.5	34.5		
15	1.7	25.5		
20	1.4	17.8		
25	1.4	12.5		
50	1.2	2.7		
75	1.2	1		Bruit env. 0.06 uV pk-pk @ 1 uV
100	0.78	0.6		
150	0.24	0.55		
200	0.1	0.48		Bruit env. 0.03 uV pk-pk @ 0.06 uV
250	0.06	0.45		
300	0.03	0.41		Bruit env. 0.02 uV pk-pk @ 0.02 uV

Parameters	
Laser signal	Square
Laser voltage	4 V
Face	1
Black dot	Yes
ΔV	0.01

C01-4

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks
0.5	9.9	56	C01_Face2_dot_Laser_0.5Hz_0A	
1	8	55		
2	5.2	54.5		
3	3.5	53.7		
4	2.8	52.7		
5	2.1	50.8		
10	1.1	40.5		
15	0.8	29.7		
20	0.7	20.7		
25	0.8	14.6		
50	0.8	3.15		
75	0.6	1.1		
100	0.6	0.5		
150	0.3	0.28		
200	0.12	0.25		
250	0.06	0.23		
300	0.03	0.2		Bruit env. 0.03 uV pk-pk @ 0.02 uV

Parameters	
Laser signal	Square
Laser voltage	4 V
Face	2
Black dot	Yes
ΔV	0.01

C05-1

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks	Parameters	
0.5	3	47	C05_Face2_Laser_0.5Hz_0A		Laser signal	Square
1	2	47			Laser voltage	4 V
2	1.3	46.6			Face	2
3	1	45.7			Black dot	No
4	0.66	44.3			ΔV	0.01
5	0.45	43				
6	0.3	42.3				
7	0.2	40				
8	0.2	38.3				
9	0.12	36				
10	0.1	34.7	C05_Face1_Laser_10Hz_0A	Photo: ON -> OFF (noise++)		

C05-2

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks	Parameters	
0.5	3.6	45	C05_Face1_Laser_0.5Hz_0A		Laser signal	Square
1	3.1	44.5			Laser voltage	4 V
2	2.7	44			Face	1
3	2.3	43.2			Black dot	Yes
4	2	42			ΔV	0.01
5	1.7	41.4				
6	1.5	40.2				
7	1.3	38				
8	1	35				
9	0.9	34.2				
10	0.9	32.6				
15	0.7	23.7				
20	0.6	16.5				
25	0.6	11.8				
50	0.45	2.5				
75	0.48	0.85				
100	0.45	0.4				
150	0.23	0.24				
200	0.1	0.22				
250	0.05	0.2				
300	0.03	0.19		Bruit env. 0.03 uV pk-pk @ 0.02 uV		

C05-3

Freq [Hz]	Pk-Pk [uV]	Mean [uV]	Photo	Remarks	Parameters	
0.5	11.6	41	C05_Face1_dot_Laser_0.5Hz_0A		Laser signal	Square
1	10	41			Laser voltage	4 V
2	7.4	41			Face	1
3	5.6	40			Black dot	Yes
4	4.3	39			ΔV	0.01
5	3.5	37.5				
6	3	36.5				
7	2.5	34.7				
8	2.3	33.6				
9	2	32.1				
10	1.7	29.8				
15	1.2	21.9				
20	1	15.4				
25	0.92	10.9				
30	0.94	7.7				
35	0.9	5.6				
40	0.9	4				
45	0.92	3				
50	0.92	2.3		Bruit env. 0.1 uV pk-pk @ 2.65 uV		
60	0.9	1.4				
70	0.91	1				
80	0.9	0.7				
90	0.79	0.5	C05_Face1_dot_Laser_90Hz_0A			
100	0.69	0.45				
110	0.53	0.45				
120	0.4	0.43				
130	0.31	0.4				
140	0.26	0.4				
150	0.21	0.4				
175	0.14	0.4				
200	0.09	0.37				
225	0.06	0.36				
250	0.04	0.35		Bruit env. 0.04 uV pk-pk @ 0.03 uV		
275	0.03	0.35				
300	0.02	0.33		Bruit env. 0.02 uV pk-pk @ 0.02 uV		



HAUTE ÉCOLE
D'INGÉNÉRIE
ET DE GESTION
DU CANTON
DE VAUD

Confidentialité liée au Travail de Bachelor (TB)

Diplômant : Sassen Martijn
Titre du travail de Bachelor : Capteur de gaz ultra-rapide par nanotechnologie
Enseignant responsable du TB : Gravier Laurent

Tous les TB sont déposés à la Bibliothèque de la HEIG-VD qui en gère l'archivage et la consultation. Quel que soit le niveau de confidentialité du TB, le nom du diplômant, le nom de l'enseignant responsable, le titre du TB et le résumé publiable figurent dans tous les documents de présentation des TB ainsi que sur la plateforme de consultation des TB (<http://tb.heig-vd.ch>). L'enseignant responsable veille à ce que le titre du TB et le résumé publiable soient rédigés conformément au niveau de confidentialité voulu. Les TB peuvent être soumis à un logiciel anti-plagiat. Dans ce cas, leur contenu sera traité de manière confidentielle.

Le TB n'est pas confidentiel

Outre les informations mentionnées ci-dessus, les documents de présentation du TB contiennent également les noms des entreprises partenaires, le résumé publiable et une affiche. Le TB peut être consulté sur la plateforme des TB.

Le TB est confidentiel.

Les conditions suivantes de diffusion des informations sont appliquées :

*Aucune consultation ou emprunt du TB n'est permis hormis par l'enseignant responsable du TB et le diplômant qui s'engagent à ne pas faire usage des informations mises à leur disposition. Le TB porte la mention « **confidentiel** ».*

Oui Non *Nous acceptons que **les noms des entreprises partenaires** figurent dans les documents publiés (titre, résumé, affiche, etc.), ainsi que dans la plateforme de consultation des TB.*

Oui Non *Nous acceptons que **l'affiche** du TB figure sur la plateforme de consultation des TB (l'affiche est au préalable validée par les entreprises partenaires).*

Dans tous les cas, un accord de confidentialité doit être signé par le diplômant, l'expert et toutes les personnes participant à l'évaluation du TB.

Nous déclarons accepter les conditions de diffusion du Travail de Bachelor indiquées.

Diplômant

Date: 22.07.2022
Nom et signature: Sassen Martijn *Martijn*

Enseignant responsable

Date: _____
Nom et signature: Gravier Laurent

N.B.: *Ce document fait partie intégrante du cahier des charges du TB. La forme masculine est utilisée comme genre neutre et désigne à la fois les hommes et les femmes.*

7/28/22, 3:10 PM

Travail de Bachelor [gaps] 4.58

Capteur de gaz ultra-rapide par nanotechnologie	
	 Validation du résumé publiable indisponible  Validation du descriptif indisponible
Année académique	2021-2022
Responsable	Gravier Laurent
Affecté à l'étudiant	Sassen Martijn
Département	Technologies industrielles (TIN)
Filière	Microtechniques (MTEC)
Instituts	COMATEC
Entreprises partenaires	
Confidentiel	non  Télécharger la clause de confidentialité (PDF)
Domaine de recherche	
Langue	Français
Rapport	 Télécharger le canevas du rapport du travail de Bachelor (Word)

Énoncé
<p>Mots-clés : sécurité, détection de gaz, nanotechnologie</p> <p>Contexte : la sécurité des sites industriels sensibles est assurée par des détecteurs de gaz dangereux ou polluants. Les détecteurs actuels ont une très bonne sensibilité, mais ont un temps de réaction très long, de l'ordre de la dizaine de seconde.</p> <p>Ce projet vise à démontrer la faisabilité d'un nouveau type de détecteur de gaz ultra-rapide, réagissant à la milliseconde. Ce capteur innovant combine l'optique laser avec un micro-capteur composite élaboré par nanotechnologie à la HEIG-VD (prof. L. Gravier). Il a été testé sur la détection du dioxyde de carbone.</p> <p>Un premier travail de Bachelor terminé en avril 2020 a permis de définir le procédé de fabrication des micro-capteurs composites.</p> <p>Le travail de Bachelor sera proposé comme candidat au prix Sensor.ch.</p> <p>Objectifs :</p> <ul style="list-style-type: none"> Analyse critique du premier TB – Elaboration d'un cahier de spécifications. Fabrication de capteurs nanostructurés par nanotechnologie low-cost. Conception et réalisation d'un banc de mesure de gaz intégrant un capteur nanostructuré, par technique de détection synchrone. Qualification du banc de test par mesure directe de concentration de gaz. <p>Livrables :</p> <ul style="list-style-type: none"> Cahier de spécifications. Banc de test fonctionnel. Rapport technique

Cahier des charges