



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0053779

(51)⁷ G01N 27/00

(13) B

(21) 1-2019-04154

(22) 30/07/2019

(45) 25/11/2025 452

(43) 25/02/2020 383A

(73) 1. Đại học Bách khoa Hà Nội (VN)

Số 1, Đại Cồ Việt, Hai Bà Trưng, Hà Nội

2. Viện Đào tạo Quốc tế về Khoa học Vật liệu (ITIMS) (VN)

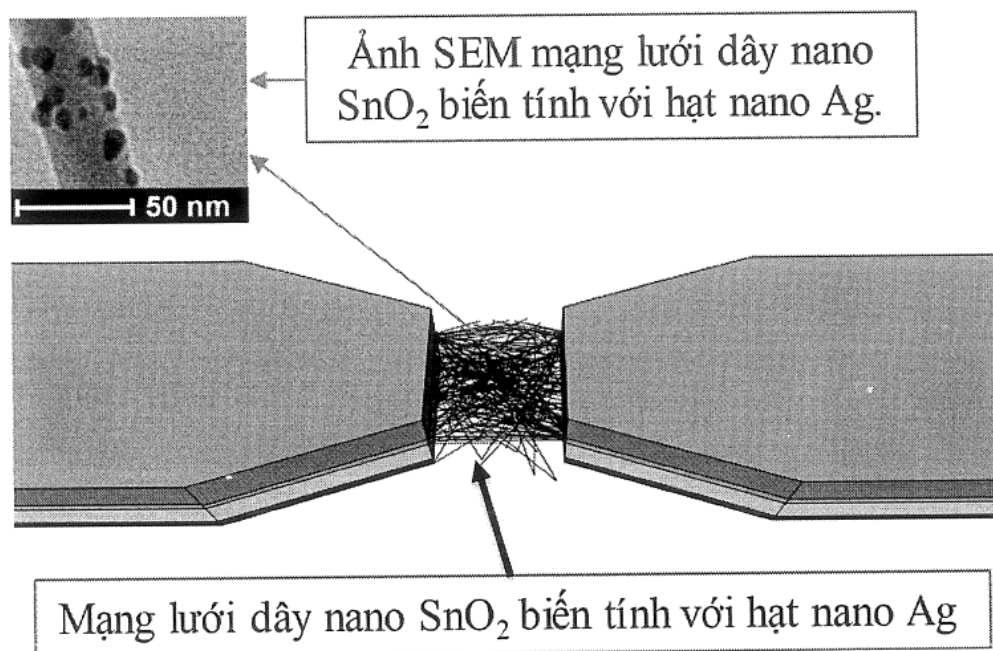
Tòa nhà ITIMS, trường ĐHBK Hà Nội - số 01, Đại Cồ Việt, thành phố Hà Nội

(72) Nguyễn Văn Duy (VN); Nguyễn Văn Toán (VN); Trịnh Minh Ngọc (VN); Nguyễn Đức Hòa (VN); Chử Mạnh Hưng (VN).

(54) CẢM BIẾN KHÍ (H₂S) DỰA TRÊN HIỆU ỨNG TỰ ĐÓT NÓNG CỦA MẠNG LƯỚI DÂY NANO ÔXÍT THIẾC BIẾN TÍNH VỚI KIM LOẠI BẠC (NWS SNO₂/AG) VÀ QUY TRÌNH CHẾ TẠO

(21) 1-2019-04154

(57) Sáng chế đề xuất quy trình chế tạo cảm biến khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc biến tính với kim loại bạc (NWs SnO_2/Ag), dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính với hạt nano kim loại Ag được tạo ra trên mặt phẳng đế thủy tinh 1, bao gồm các thành phần như điện cực Cr/Pt/Au/ITO 2, 3, 4, 5. Vật liệu nhạy khí là mạng lưới dây nano SnO_2 được mọc trực tiếp trên hai đầu điện cực sau đó biến tính với hạt nano kim loại Ag như trên hình 3. Sáng chế này khác biệt ở chỗ là sử dụng trực tiếp hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc biến tính với hạt nano kim loại bạc. Việc biến tính sử dụng hạt nano kim loại của ma trận dây nano này đã tạo ra các vật liệu có khả năng tăng cường độ đáp ứng khí, tính chọn lọc của vật liệu. Công suất tiêu thụ của cảm biến là rất thấp. Với khả năng như vậy của cảm biến, cảm biến rất có tiềm năng ứng dụng trong lĩnh vực IoT và các lĩnh vực khác.



Hình 3

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế tạo cảm biến đo khí có công suất tiêu thụ siêu thấp, đặc biệt là cảm biến đo khí Hydrogen sulfide (H_2S) dựa trên cơ sở hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc sử dụng xúc tác hạt nano kim loại bạc (NWs SnO_2/Ag) (Mạng lưới dây nano ôxít thiếc (NWs SnO_2) biến tính với hạt nano bạc (Ag)) và quy trình chế tạo, khả năng đo khí được đến nồng độ dưới một phần triệu (parts per million - ppm), với thời gian đo nhanh. Cảm biến cho độ chọn lọc cao nhất với khí H_2S . Công suất tiêu thụ của cảm biến cỡ mW.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Khí hydrogen sulfide (H_2S) được biết đến như là một chất khí cực kỳ độc hại, có thể gây ảnh hưởng trực tiếp đến sức khỏe con người ngay cả ở nồng độ thấp cỡ vài phần triệu (ppm). Trong tự nhiên, khí H_2S được sinh ra do các chất hữu cơ bị phân hủy, và có thể tìm thấy các bãi rác thải, ao hồ cạn, cống rãnh hay hầm lò khai thác than và dầu mỏ. Khí H_2S với mùi đặc trưng của trứng thối rất độc đối với sức khỏe con người. Con người có thể cảm nhận được mùi của khí H_2S ở nồng độ rất thấp cỡ 0.13 ppm. Tuy nhiên khả năng mũi người phát hiện mùi của khí H_2S bị suy giảm khi tiếp xúc trong một thời gian dài. Khi hít phải khí H_2S với nồng độ thấp sẽ gây ảnh hưởng đến đường hô hấp, giác mạc, niêm mạc, và có thể gây hôn mê hoặc tử vong tùy thuộc vào nồng độ khí tiếp xúc. Giới hạn cho phép đối với khí H_2S trong môi trường công nghiệp là 10 ppm với thời gian tiếp xúc ngắn dưới 8h làm việc. Khi mùi của khí H_2S ở nồng độ 500 - 700 ppm thì dẫn đến gây mất ý thức, ngừng (ngừng hoặc tạm ngừng) hô hấp và gây tử vong. Do đó, việc phát hiện và kiểm tra nồng độ khí H_2S ở nồng độ cỡ ppm là vấn đề rất quan trọng nhằm bảo vệ cuộc sống con người. Để kiểm tra nồng độ ô nhiễm khí H_2S trong môi trường, người ta dùng đến các loại cảm biến như cảm biến đo độ dẫn, cảm biến điện hóa, cảm biến quang, v.v.

Tập thể tác giả S. K. Pandey, K. H. Kim & K. T. Tang, “A review of sensor-based methods for monitoring hydrogen sulfide”, trên tạp chí “Trends in Analytical Chemistry, Vol. 32, 2012”. Bài báo tổng quan về các phương pháp đo khí H_2S trên cơ sở các loại cảm biến khác nhau và khả năng ứng dụng của chúng trong thực tiễn. Nghiên cứu này đã chỉ ra rằng, có rất nhiều loại vật liệu ôxít bán dẫn khác nhau dùng làm cảm biến đo khí H_2S , nhiều phương pháp chế tạo khác nhau, v.v. Cảm biến đo khí H_2S dựa trên nguyên lý quang học có thể đo được đến cỡ 1 phần tỷ (parts per billion – ppb). Tuy nhiên, cảm biến loại này thì

khá to và giá thành rất là đắt tiền, ngoài ra chi phí vận hành cũng khá tốn kém. Cảm biến này chủ yếu dùng trong phòng thí nghiệm để kiểm tra thành phần các khí. Ngoài ra, còn có cảm biến polyme dẫn, cảm biến vi cân tinh thể thạch anh, cảm biến sóng siêu âm bề mặt và cảm biến điện hóa. Các loại cảm biến này đo ở nồng độ cao, độ chọn lọc không cao. Trong các loại vật liệu đó thì cảm biến đo độ dẫn dựa trên nền vật liệu ôxít bán dẫn có nhiều ưu điểm hơn cả, đó là giá thành rẻ, dễ dàng chế tạo, tích hợp với hệ thống mạch tích hợp vi điện tử dễ dàng và ứng dụng được trong nhiều lĩnh vực khác nhau. Năm 1971, Taguchi đã đăng ký sáng chế số US3.631.436 về sử dụng vật liệu ôxít bán dẫn (SnO_2 , ZnO , WO_3 ...) ứng dụng cho đo khí. Trong sáng chế này, tác giả sử dụng một cặp điện cực tiếp xúc với chất bán dẫn sau khi được gia nhiệt dẫn đến sự thay đổi điện trở của vật liệu khi có sự thổi ngất khí lên chất bán dẫn. Tuy nhiên thời gian đáp ứng và hồi phục khí của vật liệu ôxít bán dẫn là khá lâu (trên 4 phút). Năm 2005, tác giả Bee-Yu Wei, Hsinchu City (TW) và cộng sự, với sáng chế số US 2005/0045477 A1. Trong sáng chế này, nhóm tác giả đã giới thiệu một phương pháp chế tạo cảm biến khí đơn giản. Tác giả sử dụng vật liệu Carbon nanotubes (CNTs) kết hợp với ôxít thiếc (SnO_2), dùng phương pháp in lưới vật liệu lên điện cực răng lược để đo một số các loại khí khác nhau như NO_2 , H_2S ... Nhược điểm của phương pháp này là độ chọn lọc với các loại khí là không có. Năm 2008, Christopher T. Holt, Columbus, OH (US), với sáng chế số US 2008/0006531 A1 về cảm biến H_2S trên nền đế CERAMIC. Tác giả đã chế tạo cảm biến trên cơ sở cảm biến điện hóa sử dụng vật liệu Molipden (Mo) và Tungsten (W) trộn lẫn với nhau sau đó tạo dạng màng dày phủ lên nền đế ceramic, dùng cặp điện cực để đo lấy tín hiệu điện trở của màng mỏng khi có khí H_2S thổi và không thổi. Cảm biến hoạt động tốt, nhưng nhiệt độ làm việc rất cao (trong khoảng $350 \div 450^\circ\text{C}$), cảm biến cho độ đáp ứng thấp ($S = 25\%$, nhiệt độ 350°C khi thổi 10 ppm khí H_2S). Tác giả RONALDI DASS & James Novak, Austin, TX (US), với sáng chế US 2009/0058431 A1, sử dụng phương pháp phún xạ (sputtering), lắng đọng chùm nguyên tử (PLD), lắng đọng hơi hóa học (CVD) các loại vật liệu như metal nitrides (MN_xO_4), metal oxynitrides (MC_xO_4), metal carbides or metal oxycarbides (MC_x) lên trên điện cực. Sử dụng phương pháp đo hiệu ứng trường, thay đổi điện áp cực cổng trong giải điện áp từ +3 V đến -3 V tín hiệu đo có sự dịch chuyển. Với cảm biến loại này đòi hỏi phải có sự đầu tư các thiết bị chế tạo, cũng như nguồn vật liệu sạch nên chi phí đắt.

I. S. Hwang, và cộng sự trên tạp chí Sensors and Actuators B 142 (2009), doi:10.1016/j.snb.2009.07.052. Tác giả nói đến phương pháp tăng cường tính chất nhạy khí H_2S của dây nano SnO_2 biến tính với CuO. Kết quả là cảm biến dây nano SnO_2 tăng lên 74 lần khi sử dụng phương pháp biến tính với CuO tại nồng độ 20 ppm khí H_2S , tại nhiệt độ 300°C . B. H. Jang và cộng sự trên tạp chí Sensors and Actuators B 188 (2013), (<http://dx.doi.org/10.1016/j.snb.2013.07.0010>). Độ chọn lọc với các khí khác nhau như H_2 , NO_2 , NH_3 , CO và SO_2 của dây nanofiber SnO_2 bằng cách trộn lẫn với hạt nano Pt. Kết quả

cho thấy cảm biến dây nano SnO_2 tăng cường hạt nano Pt có tính chọn lọc cũng như độ đáp ứng tốt nhất khí H_2 .

Để giảm thiểu công suất tiêu thụ của cảm biến khí dạng màng mỏng có kích thước (9 mm x 9 mm), dựa trên nền tảng công nghệ vi điện tử. Tác giả D.-D. Lee et al. / *Sensors and Actuators B* 33 (1996), đã dùng phương pháp ăn mòn silic mặt sau của cảm biến nhằm mục đích làm giảm bớt công suất tiêu thụ của lò vi nhiệt của cảm biến. Tác giả đã đo và kiểm tra sự tương đồng giữa nhiệt độ và công suất tiêu thụ của cảm biến. Kiểm tra đo các loại khí khác nhau như CH_4 , CO , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$... tại nhiệt độ 250 °C. Kết quả chỉ ra rằng công suất tiêu thụ của cảm biến tương đương là $60 \div 70$ mW. Đây là một trong các nghiên cứu đầu tiên tính đến giảm công suất tiêu thụ của cảm biến để ứng dụng trong việc tích hợp với công nghệ vi điện tử để thương mại hóa sản phẩm. A.J. Niskanen et al. / *Sensors and Actuators B* 148 (2010), đã sử dụng công nghệ lắng đọng lớp nguyên tử ôxít thiếc (SnO_2) lên trên bề mặt điện cực đã được sử dụng Kali hiđroxit (KOH) ăn mòn silic mặt sau của cảm biến có kích thước (500 μm x 500 μm và 1000 μm x 1000 μm). Đo kiểm tra công suất tiêu thụ cảm biến tại 300°C khi đo khí $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, thì công suất tiêu thụ của cảm biến 500 μm x 500 μm đạt tương ứng là 80 mW và 1000 μm x 1000 μm tương ứng đạt 180 mW.

Cảm biến đo khí trên thị trường hiện nay chủ yếu được chế tạo trên nền đế silic hoặc thủy tinh do độ dẫn nhiệt của vật liệu này tương đối thấp. Tuy nhiên khu vực đốt nóng là lò vi nhiệt thì tương đối lớn, kích cỡ lò vi nhiệt cỡ hàng trăm micro-mét tới milimet. Do đó các nhà khoa học đã chế tạo các loại cảm biến khí sử dụng đế silic trên nền tảng công nghệ vi điện tử (CMOS). Một trong các phương pháp đó là sử dụng công nghệ vi cơ điện tử (MEMS) như trong sáng chế số US 9.228,967 B2 dạng vi lò vi nhiệt (micro-hotplate device), kích cỡ của vi lò vi nhiệt trong khoảng 100 μm đến cỡ mm, công suất tiêu thụ trong khoảng từ $12 \div 24$ mW. Nhược điểm của cảm biến dựa trên công nghệ MEMS là: tính dẫn nhiệt cao của silic nên tổn thất nhiệt qua đế lớn; do hạn chế của quá trình ăn mòn nên chiều dày màng cũng như kích thước lò vi nhiệt lớn (vài trăm micro cho đến cỡ milimet) và cuối cùng là độ bền cơ học cũng là mối quan tâm lớn.

Trong công bố số US 2017/O1531.98 A1, tác giả đề cập tới việc chế tạo một loại cảm biến công suất tiêu thụ thấp cỡ 10 lần so với cảm biến khí dạng truyền thống. Tác giả đã sử dụng vật liệu có hệ số cách điện thấp đó là dùng vật liệu đế silic trên đế cách điện (Silicon-On-Insulator _SOI). Tác giả đã sử dụng nhiều công nghệ chế tạo khác nhau như quang khắc, ăn mòn khô, ăn mòn ướt để chế tạo ma trận cảm biến đo khí. Đây là một trong những công nghệ chế tạo rất đắt tiền, và không phải phòng thí nghiệm nào cũng có thể đầu tư chế tạo.

Tác giả L. F. Zhu và cộng sự trên tạp chí “Sensors & Actuators B 153 (2011)” công bố bài báo về hiệu ứng tự đốt nóng của cảm biến đo khí H_2 dựa trên mạng lưới dây nano $W_{18}O_{49}$ biến tính với hạt nano Pt. Cảm biến cho độ nhạy cao, độ chọn lọc tốt, công suất tiêu thụ của cảm biến trong khoảng $30 \div 60$ mW.

Khi so sánh với cảm biến quang hay các loại cảm biến có sử dụng các kim loại quý làm xúc tác để tăng cường tính chất nhạy khí của vật liệu. Chúng ta thấy cảm biến quang thì giá thành đắt, cồng kềnh. Cảm biến sử dụng kim loại quý như Pt, Pd, Au... làm vật liệu xúc tác thì đó đều là những vật liệu đắt, dẫn đến giá thành chi phí cao. Cảm biến chúng tôi chế tạo sử dụng vật liệu bạc (Ag) làm vật liệu tăng cường tính nhạy khí của vật liệu là loại vật liệu rẻ tiền, giúp cho chi phí cũng như giá thành của cảm biến rẻ hơn.

Năm 2019, tác giả N.V. Duy và cộng sự đã công bố bài báo “Cảm biến công suất thấp sử dụng mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính Ag tự đốt nóng có khả năng hoạt động như đa cảm biến nhằm chọn lọc khí H_2S ” (*Self-heated Ag-decorated SnO_2 nanowires with low power consumption used as a predictive virtual multisensor for H_2S -selective sensing*) trên tạp chí Analytica Chimica Acta, <https://doi.org/10.1016/j.aca.2019.04.020>. Chúng tôi sử dụng dây nano SnO_2 kết hợp với hạt nano bạc (Ag) đo 0,25 - 2 ppm khí H_2S . Kết quả cảm biến có công suất tiêu thụ thấp, độ đáp ứng cao, thời gian đáp ứng nhanh và chọn lọc tốt với các loại khí khác.

Vì vậy, trong sáng chế này chúng tôi đề xuất chế tạo cảm biến khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc (SnO_2) biến tính với hạt nano bạc (Ag) có công suất tiêu thụ siêu thấp, độ đáp ứng cao, độ chọn lọc tốt, thời gian đáp ứng nhanh.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là chế tạo cảm biến đo khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc (NWs SnO_2) biến tính với hạt nano bạc (Ag). Hiệu ứng tự đốt nóng có thể thực hiện bằng cách áp dòng điện trực tiếp qua đơn sợi, đa sợi hoặc tập hợp nhiều dây nano ở dạng mạng lưới (network) trong quá trình đo tín hiệu. Mạng lưới dây nano SnO_2 nhạy khí được chế tạo bằng phương pháp bốc bay nhiệt mọc trực tiếp tại hai đầu của điện cực, sau đó biến tính với hạt nano Ag bằng phương pháp lắng đọng vật lý hoặc hóa học. Việc kết hợp hiệu quả hai hiệu ứng này sẽ cho phép chúng ta phát triển được thể hệ cảm biến khí mới có độ chọn lọc cao và tiêu thụ công suất rất thấp. Công suất tiêu thụ của cảm biến trong khoảng $2 \div 10$ mW. Cảm biến cho độ đáp ứng là 21,2 lần khi thổi 0,5 ppm khí H_2S ứng với công suất tiêu thụ là 2 mW. Khi công suất tiêu thụ trên 20 mW thì mạng lưới dây nano SnO_2 bị đứt và cảm biến không đáp ứng với khí đo. Để đạt được mục đích nêu trên, cảm biến đo khí H_2S theo sáng chế hiện tại bao gồm:

Một cặp điện cực song song (khoảng cách giữa hai đầu điện cực trong khoảng từ $2 \div 10 \mu\text{m}$), dây nano nhạy khí biến tính hạt nano kim loại Ag (Hình 1).

Các cấu trúc cảm biến đo khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính với hạt nano kim loại Ag được chế tạo chủ yếu bằng phương pháp bốc bay nhiệt còn các linh kiện loại này được chế tạo bằng công nghệ vi điện tử truyền thống. Bề mặt dây nano sẽ được biến tính với các loại hạt xúc tác nano thích hợp bằng phương pháp lắng đọng vật lý hoặc hóa học. Phía trên lớp đế sẽ được phủ một lớp kim loại có tính chất dẫn điện tốt như Cr, Pt, Au và ITO. Các kim loại được lắng đọng sẽ phụ thuộc vào yêu cầu của ứng dụng. Sau khi lắng đọng lớp điện cực ta sử dụng phương pháp bốc bay nhiệt (CVD) tạo lớp nhạy khí dựa trên nguồn bột Sn tạo mạng lưới dây nano SnO_2 ở hai đầu của điện cực, sau đó dùng phương pháp phún xạ Ag lên các dây nano SnO_2 để tạo xúc tác.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là cấu trúc 3 chiều của cảm biến khí H_2S dạng mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính hạt nano Ag được đề xuất trong sáng chế này.

Hình 2 là các cấu trúc mặt cắt ngang quy trình các bước công nghệ chế tạo cảm biến H_2S .

Hình 3 là cấu trúc mọc dây nano SnO_2 biến tính hạt nano Ag.

Hình 4 là minh họa tính chất nhạy khí H_2S của cảm biến mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính hạt nano Ag trong dải công suất từ $2 \div 10 \text{ mW}$, nồng độ khí H_2S khi khảo sát là 0,5 ppm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được thể hiện trên hình 1, cấu trúc cảm biến đo khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính với hạt nano kim loại Ag bao gồm: Đế thủy tinh 1, lớp kim loại Cr 2, lớp kim loại Pt 3, lớp kim loại Au 4 và lớp ITO (ôxít thiếc Indi) 5. Vật liệu nhạy khí là mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính hạt nano Ag được mọc trực tiếp trên hai đầu điện cực như trên hình 3. Cảm biến đo khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng dựa trên mạng lưới dây nano SnO_2 biến tính với hạt nano Ag. Trên đế thủy tinh sẽ phủ một lớp kim loại có tính chất dẫn điện tốt như Cr, Pt, Au và ITO. Sau khi lắng đọng được điện cực, sử dụng phương pháp bốc bay nhiệt (CVD) tạo mạng lưới dây nano SnO_2 (từ nguồn bột Sn) trên hai đầu điện cực, sau đó sử dụng phương pháp phun xạ lớp mỏng màng Ag lên các dây nano SnO_2 để tạo xúc tác biến tính ma trận dây nano SnO_2 . Hiệu ứng tự đốt nóng có thể thực hiện bằng cách áp dòng điện trực tiếp qua đơn sợi, đa sợi hoặc tập hợp nhiều dây nano ở dạng mạng lưới (network) trong quá trình đo tín hiệu. Việc kết hợp hiệu quả hai hiệu ứng này sẽ cho phép chúng ta phát triển được thể hệ cảm biến khí mới có độ chọn lọc cao và tiêu thụ ít công suất siêu thấp. Ngoài ra đây là cơ sở để phát triển các ma trận cảm biến khí trên cơ sở vật liệu dây nano dùng làm mũi điện tử (e-nose). Các cảm biến chế tạo được có thể được sử dụng để đo và phát hiện các loại khí độc hại trong môi trường như NO_2 , CO, H_2S và SO_2 ở nồng độ cỡ một phần tỉ.

Hình 2 minh họa mặt cắt ngang của cảm biến trên đế thủy tinh, công nghệ chế tạo như sau:

Phương án:

Hình 2a minh họa mặt cắt ngang của đế thủy tinh;

Hình 2b minh họa mặt cắt ngang của đế thủy tinh được phủ lớp nhạy quang (photoresist), lớp photoresist được quay phủ trên máy quay phủ, chiều dày lớp màng $1 \div 1,4 \mu\text{m}$;

Hình 2c minh họa mặt cắt ngang của việc quang khắc mặt nạ để chế tạo điện cực, sử dụng ánh sáng tia cực tím (UV) để chiếu lên mặt nạ, thời gian chiếu sáng $20 \div 20,5$ giây;

Hình 2d minh họa mặt cắt ngang việc sử dụng dung dịch developer để tẩy bỏ lớp photoresit đã bị phân hủy đi;

Hình 2e minh họa mặt cắt ngang việc phun xạ catot các lớp để tạo điện cực bao gồm: màng ITO (20 nm), màng Au (10 nm), màng Cr (5 nm) và màng Pt (100 nm);

Hình 2f minh họa mặt cắt ngang của điện cực ITO/Au/Cr/Pt hoàn chỉnh sau khi chế tạo. Khoảng cách giữa 2 đầu của điện cực thay đổi trong khoảng từ $2 \div 10 \mu\text{m}$.

Hình 3 minh họa mặt cắt ngang của điện cực ITO/Au/Cr/Pt sau khi mọc mạng lưới dây nano SnO_2 và biến tính Ag bao gồm các bước: Mạng lưới dây nano SnO_2 được mọc trực tiếp từ nguồn bột Sn lên điện cực bằng phương pháp bốc bay nhiệt (CVD), nhiệt độ là 730°C ; thời gian duy trì phản ứng là 20 phút. Hạt nano Ag chế tạo bằng phương pháp phún xạ sau đó ủ trong 500°C , thời gian ủ là 3 giờ.

Hình 4 minh họa tính chất nhạy khí H_2S của cảm biến mạng lưới dây nano SnO_2 xúc tác với hạt nano Ag trong dải công suất từ $2 \text{ mW} \div 10 \text{ mW}$, nồng độ khí khảo sát là 0,5 ppm.

Quy trình chế tạo cảm biến khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc biến tính với kim loại bạc (NWs SnO_2/Ag) được thể hiện trên hình 2 và hình 3. Các bước thực hiện như sau:

Bước 1: Sử dụng thủy tinh làm đế;

Bước 2: Phủ lớp nhạy quang (photoresist), lớp photoresist được quay phủ trên máy quay phủ, chiều dày lớp màng $1 \div 1,4 \mu\text{m}$;

Bước 3: Quang khắc mặt nạ để chế tạo điện cực, sử dụng ánh sáng tia cực tím (UV) để chiếu lên mặt nạ, thời gian chiếu sáng $20 \div 20,5$ giây;

Bước 4: Sử dụng dung dịch developer để tẩy bỏ lớp photoresist đã bị phân hủy đi;

Bước 5: Phún xạ kim loại Cr/Pt/Au/ITO tạo điện cực. Sử dụng phương pháp phún xạ catot để chế tạo màng Cr, Pt, Au, ITO. Chiều dày lớp màng ITO (20 nm), màng Au (10 nm), màng Cr (5 nm) và màng Pt (100 nm);

Bước 6: Dùng hóa chất tẩy bỏ lớp kim loại hy sinh để tạo điện cực ITO/Au/Cr/Pt hoàn chỉnh. Khoảng cách giữa 2 đầu của điện cực thay đổi trong khoảng từ $2 \div 10 \mu\text{m}$;

Bước 7: Điện cực ITO/Au/Cr/Pt được đưa vào hệ bốc bay nhiệt (CVD) ở nhiệt độ 730°C , thời gian 20 phút, sử dụng bột Sn để bốc bay tạo mạng lưới dây nano SnO_2 ở hai đầu điện cực, sau khi chế tạo mạng lưới dây nano SnO_2 , dùng phương pháp phún xạ, phún xạ kim loại Ag trong khoảng thời gian từ $10 \div 80$ giây, công suất phún xạ 10 W, sau đó ủ trong 500°C , thời gian ủ là 3 giờ để tạo hạt nano kim loại Ag bám dính trên ma trận dây nano SnO_2 .

Hiệu quả kỹ thuật đạt được

Đây là một sáng chế liên quan trực tiếp đến việc đo khí độc ảnh hưởng tới sức khỏe con người và cảnh báo sự gây ô nhiễm môi trường. Cảm biến cho phép việc phát hiện nồng độ khí H_2S ở dải nồng độ rất thấp cỡ một phần triệu (ppm). Cảm biến đo khí H_2S được ứng dụng trong lĩnh vực quan trắc cũng như ô nhiễm môi trường. Cảm biến chúng tôi chế tạo được có ưu điểm đó là:

Cảm biến hoạt động dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng có thể đáp ứng với các khí thử khác nhau và có độ chọn lọc cao với khí H_2S , công suất hoạt động của cảm biến nằm trong khoảng 2 – 10 mW;

Cảm biến chế tạo được có thể tích hợp vào thiết bị di động để phát hiện khí H_2S ở nồng độ thấp (0,25 ppm).

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình chế tạo cảm biến khí H_2S dựa trên hiệu ứng tự đốt nóng của mạng lưới dây nano ôxít thiếc biến tính với kim loại bạc (NWs SnO_2/Ag) gồm:

bước 1: sử dụng thủy tinh làm đế;

bước 2: phủ lớp nhạy quang (photoresist), lớp photoresist được quay phủ trên máy quay phủ, chiều dày lớp màng $1 \div 1,4 \mu\text{m}$;

bước 3: quang khắc mặt nạ để chế tạo điện cực, sử dụng ánh sáng tia cực tím (UV) để chiếu lên mặt nạ, thời gian chiếu sáng $20 \div 20,5$ giây;

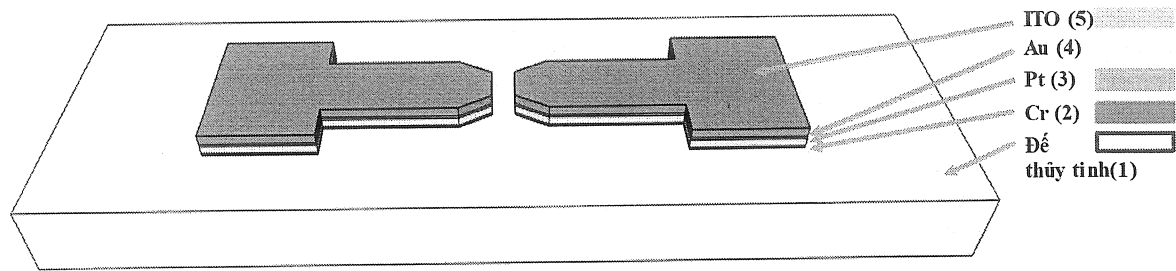
bước 4: sử dụng dung dịch developer để tẩy bỏ lớp photoresist đã bị phân hủy đi;

bước 5: phún xạ kim loại Cr/Pt/Au/ITO tạo điện cực sử dụng phương pháp phún xạ catot để chế tạo Cr, Pt, Au, ITO, chiều dày lớp màng ITO (20 nm), màng Au (10 nm), màng Cr (5 nm) và màng Pt (100 nm);

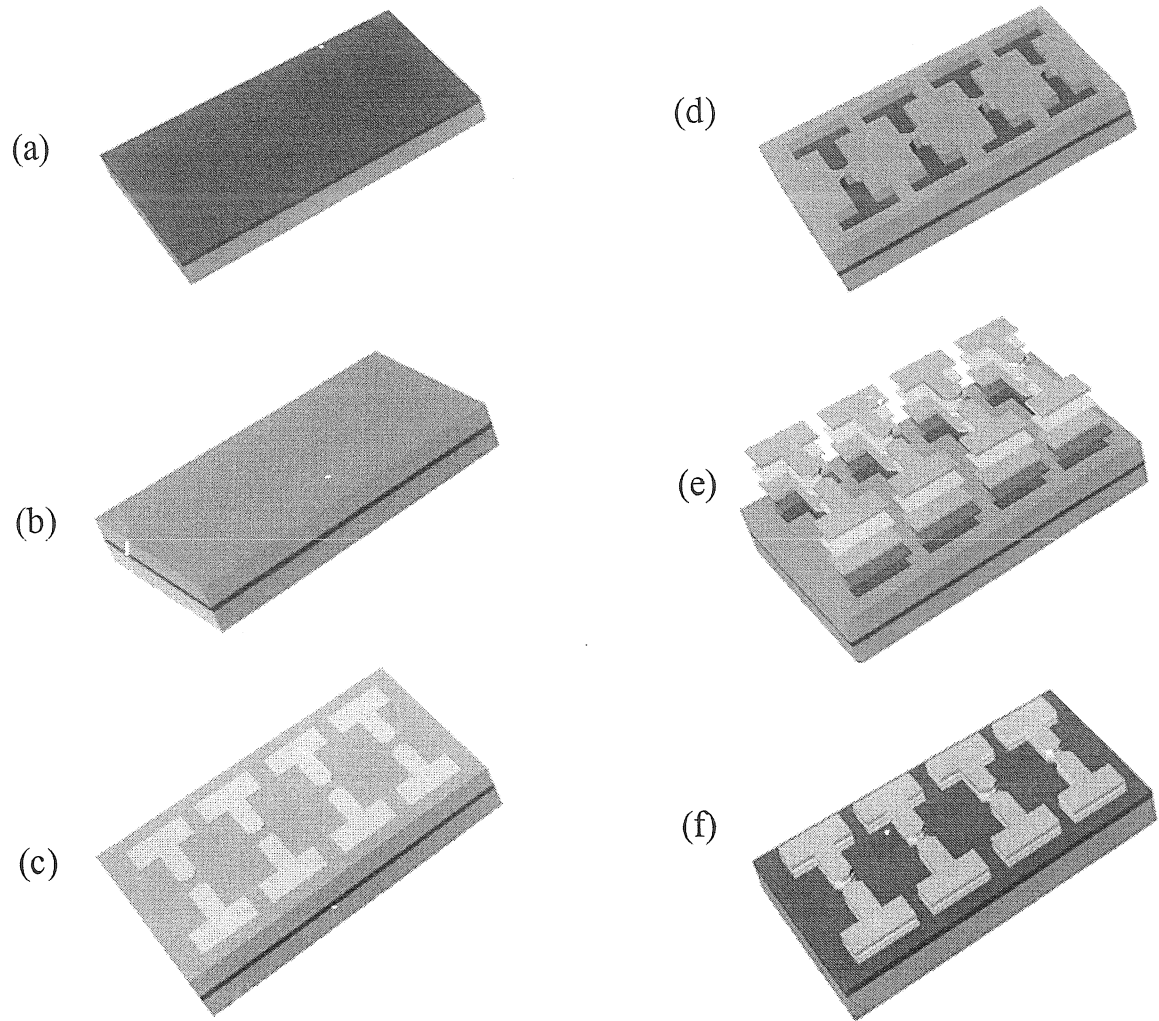
bước 6: dùng hóa chất tẩy bỏ lớp kim loại hy sinh để tạo điện cực ITO/Au/Cr/Pt hoàn chỉnh, khoảng cách giữa 2 đầu của điện cực thay đổi trong khoảng từ $2 \div 10 \mu\text{m}$.

bước 7: điện cực ITO/Au/Cr/Pt được đưa vào hệ bốc bay nhiệt (CVD) ở nhiệt độ 730°C , thời gian 20 phút, sử dụng bột Sn để bốc bay tạo mạng lưới dây nano SnO_2 ở hai đầu điện cực, sau khi chế tạo mạng lưới dây nano SnO_2 , dùng phương pháp phún xạ, phún xạ kim loại Ag trong khoảng thời gian từ $10 \div 80$ giây, công suất phún xạ 10 W, sau đó ủ trong 500°C , thời gian ủ là 3 giờ để tạo hạt nano kim loại Ag bám dính trên ma trận dây nano SnO_2 .

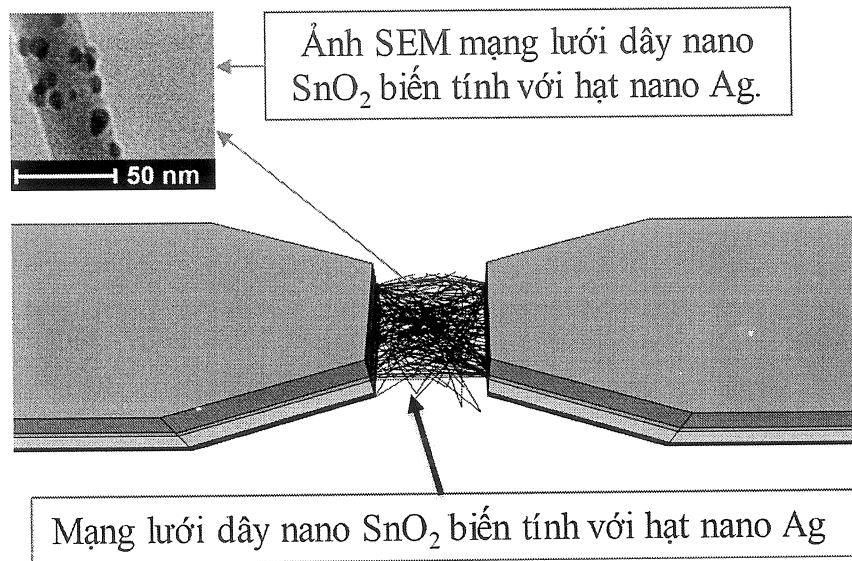
2. Quy trình chế tạo theo điểm 1, cảm biến được tạo ra trên mặt phẳng đế thủy tinh bao gồm các thành phần như điện cực Cr/Pt/Au/ITO (chiều dày trong khoảng $130 \div 135 \text{ nm}$), vật liệu nhạy khí là mạng lưới dây nano ôxít thiếc (NWs SnO_2) biến tính với hạt nano kim loại bạc (Ag) (chiều dày trong khoảng $2 \div 10 \text{ nm}$) được mọc trực tiếp trên hai đầu điện cực.



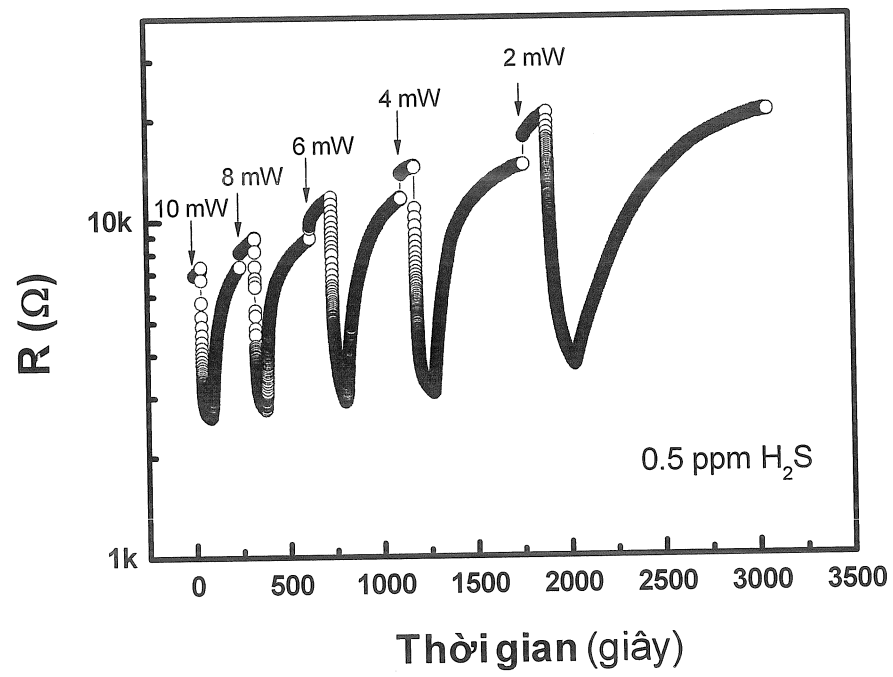
Hình 1



Hình 2



Hình 3



Hình 4.