Sensor de alta sensibilidad para gas H₂S construido con película delgada de SnO₃/CuO nanoestructurado

Mariana Poiasina¹, Cristian Arrieta², Claudio Gillari², Marcelo Cabezas¹, Norberto Boggio³, Claudia Bojorge¹

- ¹ DEMAPE, UNIDEF (CITEDEF-CONICET) Villa Martelli, Bs.As. Argentina
- ² DEA-Microelectrónica (CITEDEF-MINDEF) Villa Martelli, Bs.As. Argentina
- ³ Dpto.de Micro y Nanotecnología INN (CAC-CONICET) San Martín, Bs.As. Argentina

Resumen. En este trabajo se presentan los avances alcanzados en el desarrollo de un sensor para la detección de bajas concentraciones de gas sulfhídrico (H₂S) en aire (10 a 15 ppm). Para ello, se sintetizó dióxido de estaño (SnO₂) nanocristalino dopado con óxido de cobre (CuO), en forma de película delgada integrada a un microcalefactor. Este tipo de sensores basados en un material semiconductor como el SnO₂, varían su resistencia eléctrica cuando están expuestos a gases específicos. El depósito de la película sobre un microcalefactor permite un control preciso de la temperatura de operación del sensor. Al optimizar la temperatura, se puede maximizar la sensibilidad y selectividad del sensor hacia el gas H₂S.

Además de detectar H₂S, si se modifica el dopante el SnO₂ puede utilizarse para detectar otros gases combustibles, tóxicos y/o contaminantes, como por ejemplo H₂, CO y compuestos orgánicos volátiles, por lo que estos desarrollos tienen importantes aplicaciones militares y duales.

Parte Experimental

Síntesis y caracterización de películas

Se implementó la técnica de *sol-gel* para la síntesis de las películas. Se preparó una solución precursora 0.5 M de SnCl₂.2H₂O, dopada al 5% en peso con CuCl₂.2H₂O, que fue depositada sobre sustratos de silicio nitrurado para la caracterización estructural y eléctrica. Se usó Difracción de Rayos X (DRX) para el estudio cristalino del material obtenido. La morfología superficial de las películas fue observada mediante Microscopía Electrónica de Barrido (FESEM).

Se determinó el rango de sensibilidad y la temperatura óptima de operación (To) de la película sensora midiendo su resistencia eléctrica, alternando la circulación de aire puro y aire con una mezcla de gas a distintas concentraciones. Se calculó la sensibilidad S (1):

$$S = R_{air} / R_{air+qas} \tag{1}$$

donde R_{air} y $R_{air+aas}$ son los valores de la resistencia en aire y en aire más gas, respectivamente.

Resultados y Conclusiones

Los difractogramas DRX (Fig.2) verificaron la formación cristalina del SnO, con un tamaño promedio de cristalita de (10±1) nm. La micrografía FESEM del perfil (Fig.3) permitió determinar el espesor medio del film (e=137,7nm). Las imágenes de la superficie (Fig.4 a-b) mostraron films homogéneos y tamaños de cristalitas que confirman el valor obtenido por DRX.

Se determinó que la To del sensor es de (140-150)°C (Fig.5). Las mediciones eléctricas demostraron una sensibilidad satisfactoria para la detección de H₂S (g) cumpliendo con los límites de concentración esperados de 10 ppm (Fig.6).

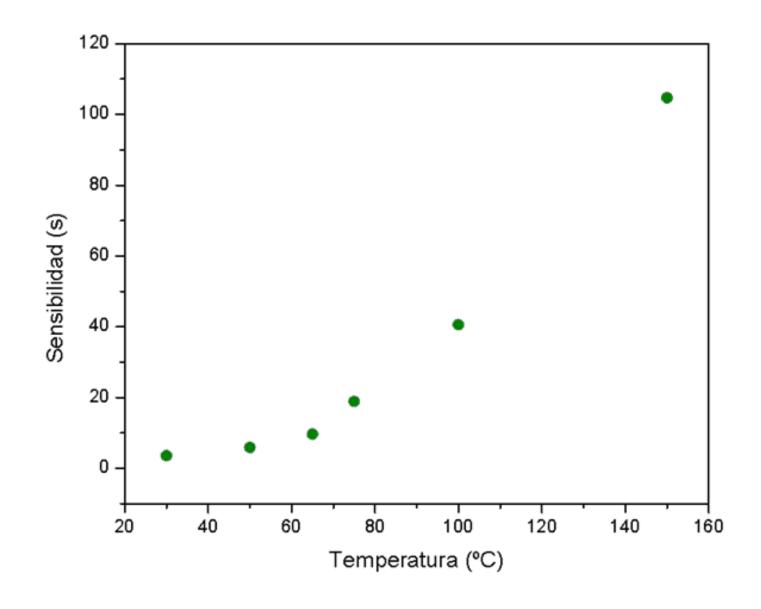


Fig.5. Mediciones eléctricas: Sensibilidad en función de la temperatura

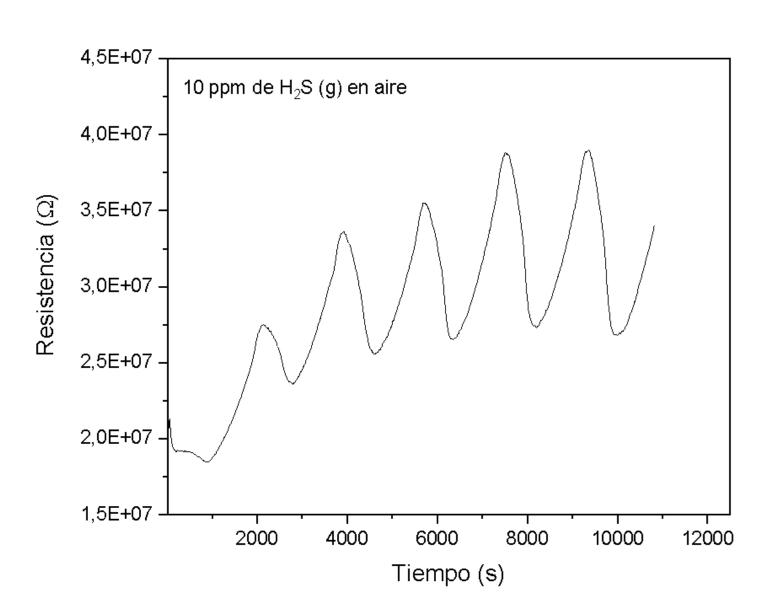


Fig. 6. Cambios de resistencia eléctrica del material en función del tiempo para circulación de aire puro y aire con 10 ppm de H₂S a 140°C.

Características del microcalefactor

El microcalefactor fue diseñado y fabricado por el Dto. de Micro y Nanotecnología, del Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA-CONICET). La configuración consta de una película dieléctrica suspendida, sobre la cual se colocan las termorresistencias que forman el calefactor, así como los contactos eléctricos de la película sensora (Fig.1a). Estos contactos cumplen una doble función: actúan como calefactor y como electrodos de contacto para las mediciones eléctricas del sensor. Este diseño permite un ahorro considerable de energía. La película sensora es depositada sobre el microcalefactor (Fig.1b).

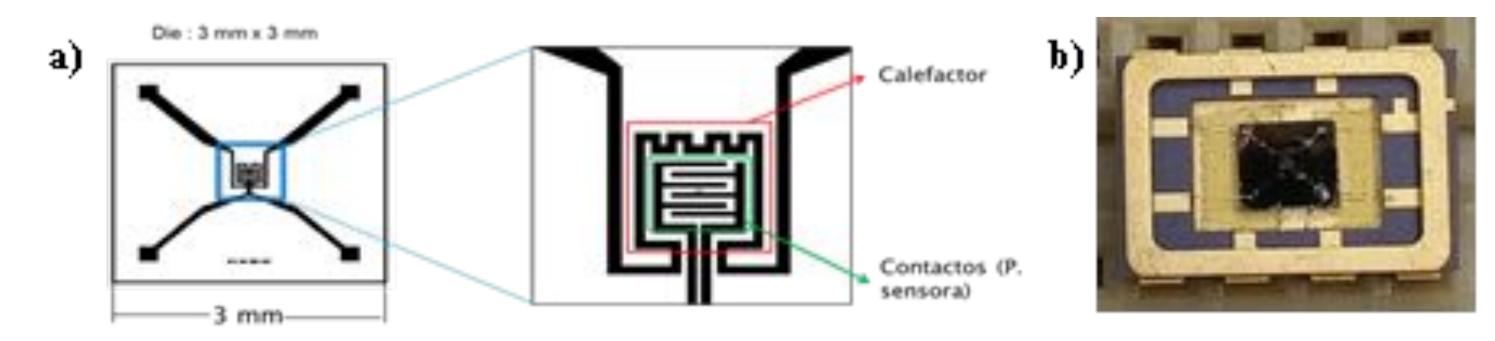


Fig. 1. a) Esquema del microcalefactor, b) sensor encapsulado.

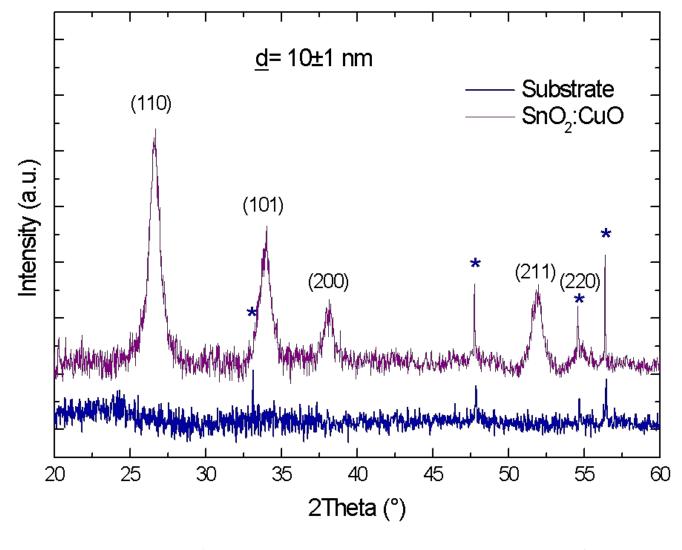


Fig. 2. Difractograma DRX de película sensora y sustrato.

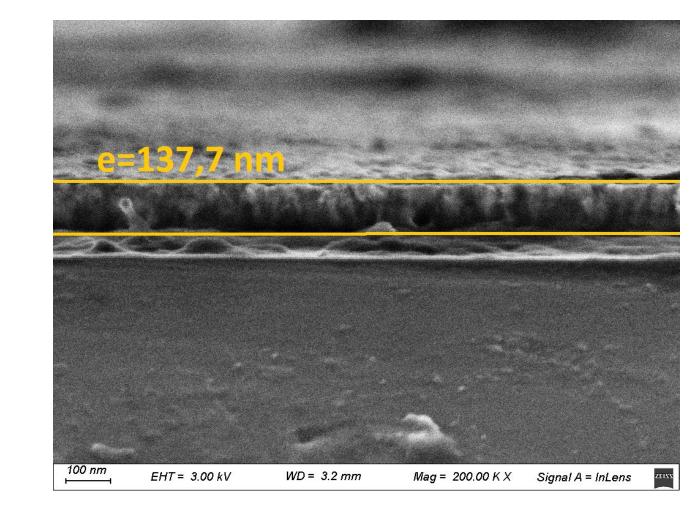


Fig. 3. Micrografía FESEM del perfil.

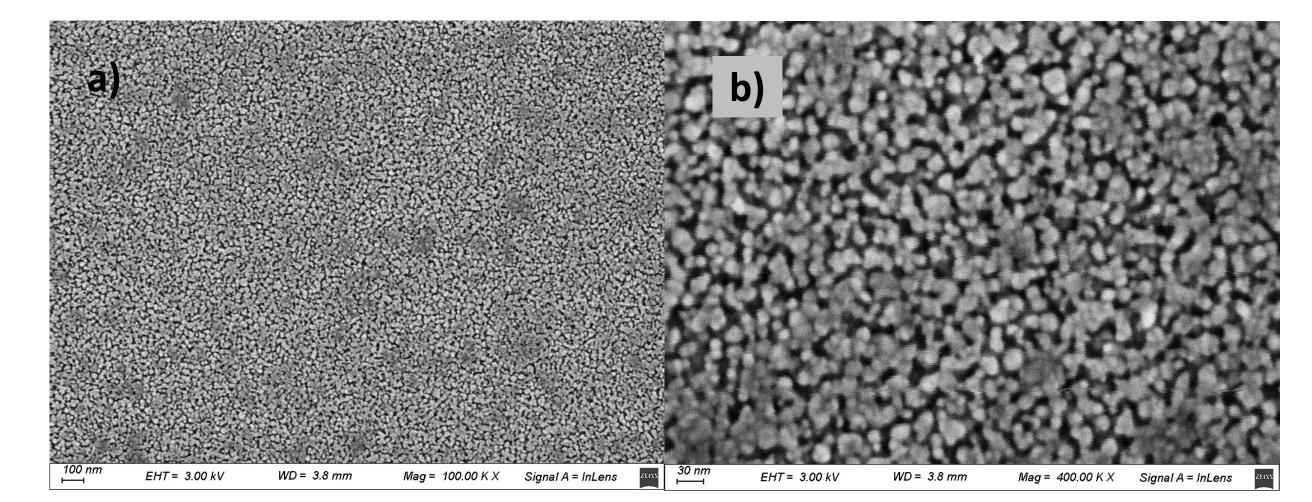


Fig. 4 a-b. Micrografías FESEM de la superficie de la película.

Los estudios indicaron que el SnO, nanocristalino, dopado con CuO (5% en peso) es un material sensible, adecuado para la detección de bajas concentraciones de gas H₂S. Este trabajo sienta las bases para futuros desarrollos en la detección de gases tóxicos, con aplicaciones potenciales en diversas industrias.

Agradecimientos. Los autores agradecen al Dr. Diego Lamas y a la Dra. Lucía Toscani del Laboratorio de Cristalografía Aplicada de la Universidad Nacional de San Martín (UNSAM), por la colaboración en la caracterización con la técnica DRX y al grupo de Micro y Nanotecnología, del Instituto de Nanociencia y Nanotecnología (CNEA-CONICET) por la realización de los microcalefactores. Este trabajo fue financiado por CONICET (PUE 2018-018).

