

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

**Fakulta elektrotechnická
Katedra mikroelektroniky**



**Návrh a realizace systému pro elektronickou detekci a
charakterizaci plynů**

**Design and Implementation of a System for Electronic
Gas Detection and Characterization**

Diplomant: Bc. Michal Kočí
Studijní program: Elektronika a komunikace
Studijní obor: Elektronika
Vedoucí práce: Ing. Adam Bouřa, Ph.D.

Praha 2020

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Koči** Jméno: **Michal** Osobní číslo: **457092**
Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**
Zadávací katedra/ústav: **Katedra mikroelektroniky**
Studijní program: **Elektronika a komunikace**
Specializace: **Elektronika**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Návrh a realizace systému pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů

Název diplomové práce anglicky:

Design and Implementation of a System for Electronic Gas Detection and Characterization

Pokyny pro vypracování:

1. Seznamte se s principy konstrukce a aplikace senzorů pro detekci plynů, zejména plynů s oxidačními a redukčními vlastnostmi [1, 2]. Seznamte se s problematikou regulace průtoku plynů, konstrukcí vyhodnocovacích obvodů a automatizované regulace a řízení. Vyhodnoťte stávající stav problematiky z hlediska existujících systémů.
2. Na základě získaných poznatků navrhnete a realizujete systém pro přípravu a elektronickou detekci plyných směsí a pro charakterizaci vlastností senzorů plynů. Navrhnete metodiku přípravy plyných směsí s předem definovanou koncentrací a metodiku pro vyhodnocení odezvy vybraných senzorů.
3. Otestujte funkčnost realizovaného systému na sadě vybraných senzorů a pomocí plynů o známé koncentraci. Využijte plyny s oxidačními a redukčními vlastnostmi z dostupných tlakových lahví o bezpečné koncentraci. Kriticky zhodnoťte parametry vašeho řešení a navrhnete další možná vylepšení v rámci reálných měření.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Štulík, K., Barek, J., et al.: SENZORY, VŠCHT, Praha, 2007, ISBN 978-80-86238-20-3, URL:
<https://old.vscht.cz/anl/paci/PAC/prezentace/senzory.pdf>
[2] Rheaume, J.M. a Pisano, A.P.: A review of recent progress in sensing of gas concentration by impedance change, Ionics (2011) 17:99–108 (DOI 10.1007/s11581-010-0515-1).

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Adam Bouřa, Ph.D., katedra mikroelektroniky FEL

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **10.02.2020**

Termín odevzdání diplomové práce: _____

Platnost zadání diplomové práce: **30.09.2021**

Ing. Adam Bouřa, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. Ing. Pavel Hazdra, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Mgr. Petr Páta, Ph.D.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem zadanou diplomovou práci zpracoval sám s přispěním vedoucího práce a používal jsem pouze literaturu v práci uvedenou. Dále prohlašuji, že nemám námitek proti půjčování nebo zveřejňování mé diplomové práce nebo její části se souhlasem katedry.

V Praze dne 20.05.2020

.....

Bc. Michal Kočí

Poděkování

Děkuji svému vedoucímu diplomové práce Ing. Adamu Bouřovi, Ph.D. za čas, který mi věnoval při vypracovávání mé práce a cenné rady, které mi ji pomohly zhotovit. Dále bych chtěl poděkovat všem lidem, kteří mi pomáhali s tvorbou této práce, své rodině, spolužákům a kamarádům za podporu během celého studia. V neposlední řadě bych rád poděkoval zaměstnancům Fyzikálního ústavu Akademie věd České republiky, kde byl systém realizován za finanční podpory MŠMT, registrační číslo projektu LM2018110.

Anotace

Tato diplomová práce se zabývá problematikou návrhu a realizací systému pro elektronické testování plynových senzorů v plynné směsi o známé koncentraci a současně tím umožňuje charakterizaci a detekci plynů. Výhodou daného systému je možnost testovat odezvu senzorů na více druhů plynů bez zásahu obsluhy, popřípadě současné využití referenčního a neznámého plynu. V této práci jsou popsány různé typy senzorů a způsoby návržení měřících systémů. Ze získaných poznatků je navržen, zkonstruován a otestován systém pro detekci plynů, který slouží pro elektronické měření detekčních vlastností navržených a vyrobených senzorů plynů. Práce je ukončena ověřením funkčnosti a proměřením parametrů vybraných senzorů.

Klíčová slova

Senzory plynů, vodivostní senzor plynů, charakterizace plynů, detekce plynů, plynový systém

Annotation

This diploma-thesis deals with the issue of design and realization of system for electronic testing gas sensors in a gas mixture of known concentration and at the same time allows the characterization and detection of gases. The advantage of the system is the ability to test the response of sensors to multiple types of gases without operator intervention or use of reference and unknown gas. In this work are described different types of sensors and the way of designing systems. Based on the acquired knowledge, a gas detection system is designed, constructed, and tested, which is used to measure the detection properties of designed and manufactured gas sensors. Subsequently, the work is completed by verifying the functionality and measuring the sensor parameters.

Keywords

Gas sensors, conductivity gas sensor, gas characterization, gas detection, gas system

Obsah

Seznam zkratek, symbolů a veličin	12
Seznam obrázků	14
Seznam tabulek.....	16
Seznam grafů	18
Úvod	20
1. Teoretický rozbor	21
1.1 Testovací část systému	21
1.1.1 Senzor plynu.....	21
1.1.2 Testovací komora	30
1.1.3 Měření	30
1.2 Řídicí část testovacího systému.....	31
1.2.1 Napouštěcí systém plynů	31
1.2.2 Řízení průtoků plynů	32
1.2.3 Úprava vlastností plynů.....	34
1.2.4 Směšování plynů	35
1.2.5 Ventil pro řízenou distribuci plynů	35
1.2.6 Řízení a sběr dat.....	37
1.3 Příklady existujících systémů pro charakterizaci plynů	40
1.3.1 Systém navržený na Národní Univerzitě Tsing Hua v Taiwanu	40
1.3.2 Systém navržený na Univerzitě Mahidol	41
1.3.3 Systém navržený na Kalifornské Univerzitě	41
1.3.4 Komerční systém od firmy Kenosistec	42
2. Návrh systému	44
2.1 Návrh řídicí části systému.....	44
2.2 Návrh testovací části systému.....	46
2.2.1 Testovací komora	46
2.2.2 Měřicí přístroje	49
2.3 Návrh programového vybavení systému.....	50
2.3.1 Ovládací část programu	50
2.3.2 Programová část programu.....	52
3. Testování	54
3.1 Testování komerčních senzorů	54
3.1.1 Vodivostní senzor Figaro TGS 826	55
3.1.2 Pyroelektrický senzor PYREOS PY2055.....	57
3.1.3 Elektrochemický senzor SPECSensors DGS-NO2 968-043	58
3.2 Testování laboratorních interdigitálních vodivostních senzorů.....	60
3.2.1 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na amoniak NH_3 při změně teploty	61

3.2.2	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na oxid dusičitý NO ₂ při změně teploty.....	62
3.2.3	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace amoniaku NH ₃ při 125 °C.....	63
3.2.4	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace oxidu dusičitého NO ₂ při 125 °C.....	64
3.2.5	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu plynu mezi amoniakem NH ₃ oxidem dusičitým NO ₂ při 125 °C.....	65
3.2.6	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5.....	66
3.3	Porovnání parametrů měřených senzorů.....	67
3.4	Zhodnocení výsledků.....	68
3.4.1	Měřicí systém.....	68
3.4.2	Laboratorní interdigitální vodivostní senzory.....	68
4.	Návrh dalších vylepšení systému.....	70
	Závěr.....	71
	Použitá literatura.....	72
	Seznam příloh.....	76
	Tištěné.....	76
	Obsah disku.....	76
	Přílohy.....	77
	I. Fotografie kompletního systému.....	77
	II. Ovládací část programu.....	78
	III. Fotografie testovací komory s komerčními senzory.....	79
	IV. Průběhy výstupního napětí U _{gas} senzoru PY2055.....	80
	V. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na amoniak NH ₃ při změně teploty.....	81
	VI. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na oxid dusičitý NO ₂ při změně teploty.....	82
	VII. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace plynu....	83
	VIII. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na amoniak NH ₃ při změně teploty.....	84
	IX. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na oxid dusičitý NO ₂ při změně teploty.....	86
	X. Výkres základny testovací komory.....	88
	XI. Výkres testovací části komory.....	89
	XII. Výkres uchycení DPS testovací komory.....	90
	XIII. Výkres profilu pro upevnění průtokoměrů.....	91
	XIV. Výkres profilu pro selekční ventil.....	92
	XV. Výkres držáku pro ruční ventily.....	93

Seznam zkratek, symbolů a veličin

Zkratka	Význam
3D	Trojrozměrný
ADC	Analogově digitální převodník
CAD	Počítačem podporované projektování
CVD	Chemická depozice z plynné fáze
č.	číslo
DAQ	Systém pro sběr dat
DDAC	Dedikovaný digitálně analogový převodník
DPS	Deska plošných spojů
FET	Unipolární tranzistor
GND	Nulový potenciál
GPIO	Univerzální sběricové rozhraní
GST	Zařízení pro testování plynových senzorů
H ₂	Vodík
CH ₄	Methan
Inf	Nekonečno
InN	Nitrid india
IR	Infračervené záření
LED	Elektroluminiscenční dioda
MAS	Prohlížeč měřicích a automatizovaných zařízení
MEMS	Mikro elektro mechanický systém
MFC	Hmotnostní průtokoměr
MOSFET	Unipolární tranzistor s kovovým + izolovaným hradlem
N ₂	Dusík
např.	například
NDIR	Uspořádání bez disperze infračerveného paprsku
NH ₃	Amoniak
NO ₂	Oxid dusičitý
O ₂	Kyslík
PC	Osobní počítač
PID	Proporcionálně integračně derivační regulátor
PLC	Programovatelný logický automat
Pt1000	Platinový senzor s nominální hodnotou 1000 Ω
QCM	Hmotnostní rezonanční senzor plynu
RAM	Paměť s náhodným přístupem
RS-232	Sériová linka standardu 232
RS-485	Sériová linka standardu 485
Rx	Přijímač
SAW	Senzor s povrchovou akustickou vlnou
SnO ₂	Oxid cíničitý
SW	Software

Seznam zkratek, symbolů a veličin

Zkratka	Význam
TTL	Tranzistor-Tranzistor logika
Tx	Vysílač
UART	Univerzální asynchronní linka
USB	Univerzální sériové rozhraní
Ventil SC	Ventil se společným výstupem
Ventil SD	Ventil s mrtvým koncem
Ventil SF	Průtočný ventil
Ventil STF	Průtočný ventil se vstupem

Veličina	Symbol	Jednotka
Coriolisova síla	F_c	Newton (N)
Čas	t	Sekunda (s)
Délka	l	Metr (m)
Elektrické napětí	U	Volt (V)
Elektrický odpor	R	Ohm (Ω)
Elektrický proud	I	Ampér (A)
Hmotnost	m	Kilogram (kg)
Hmotnostní průtok	Q_m	Kilogram za sekundu ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$)
Intenzita elektrického pole	E	Newton na coulomb ($\text{N}\cdot\text{C}^{-1}$)
Kapacita	C	Farad (F)
Kmitočet	f	Hertz (Hz)
Koncentrace	χ	Částic na milion (ppm)
Objemový průtok	Q_v	Metr krychlový za sekundu ($\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$) Standardní krychlový centimetr za minutu (scm)
Permitivita	ε	Farad na metr ($\text{F}\cdot\text{m}^{-1}$)
Počítačová paměť		Byte (B)
Průměr	\varnothing	Metr (m)
Přenosová rychlost		Bit za sekundu (bps)
Rychlost	v	Metr za sekundu ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
Teplota	t	Stupeň Celsia ($^{\circ}\text{C}$)
Úhlová rychlost	ω	Radián za sekundu ($\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$)
Vlnová délka	λ	Metr (m)

Seznam obrázků

Obrázek 1.1	Schéma testovací části systému [1].....	21
Obrázek 1.2	Princip kapacitního senzoru plynů [5]	22
Obrázek 1.3	Schematické zobrazení teplotního senzoru plynů (Pelistor) [5]	22
Obrázek 1.4	Schéma optického chemického senzoru plynů s bifurgovanými vlákny [4]	23
Obrázek 1.5	GASFET senzor plynů.....	23
Obrázek 1.6	Princip elektrochemického senzoru plynů [6]	24
Obrázek 1.7	QCM senzory plynů od firmy QUARTZ PRO [8]	24
Obrázek 1.8	Princip SAW plynových senzorů [5]	25
Obrázek 1.9	Princip infračerveného senzoru plynu [9]	26
Obrázek 1.10	Absorpční spektra vybraných plynů v IR oblasti [10]	26
Obrázek 1.11	Energetický pás polovodiče typu N při a) oxidačním a b) redukčním ději [11]..	27
Obrázek 1.12	Princip trubičkového vodivostního senzoru [4].....	28
Obrázek 1.13	Schéma interdigitálního senzoru a fotografie komerčně vyráběného senzoru TESLA KBI2 [11] [14].....	28
Obrázek 1.14	Testovací komora od firmy Figaro [11]	30
Obrázek 1.15	Stolní duální digitální multimetr od firmy GW Instek [16].....	30
Obrázek 1.16	Schéma řídicí části systému [1]	31
Obrázek 1.17	Princip Coriolisova průtokoměru [14]	32
Obrázek 1.18	Řez turbínovým průtokoměrem [14].....	32
Obrázek 1.19	Princip tepelného průtokoměru s ochlazováním topného tělesa [19].....	33
Obrázek 1.20	Princip tepelného průtokoměru s oteplením tekutiny [19]	33
Obrázek 1.21	Princip tepelného průtokoměru s oteplením plynů od firmy Bronkhorst [20].....	34
Obrázek 1.22	Princip turbulentního směšování [21]	35
Obrázek 1.23	Příklad Venturiho směšovače [21].....	35
Obrázek 1.24	Schéma propojení selekčního ventilu VICI a) SD, b) SC, c) SF, d) STF [22]....	36
Obrázek 1.25	Příklad programu v Simulink [25]	37
Obrázek 1.26	Příklad programu v LabVIEW [26]	38
Obrázek 1.27	Schéma systému pro testování InN senzorů plynů [1]	40
Obrázek 1.28	Schéma systému pro testování chemických senzorů [3]	41
Obrázek 1.29	Schéma systému pro testování chemických senzorů [15]	42
Obrázek 1.30	Komerční systém pro testování senzorů plynů od firmy Kenosistec [30].....	42
Obrázek 1.31	Vnitřní zapojení systému od firmy Kenosistec [30]	43
Obrázek 2.1	Schéma řídicí části systému v programu FluidDraw	44
Obrázek 2.2	3D návrh rozložení Řídicí části systému v programu SolidEdge	45
Obrázek 2.3	Fotografie selekčního ventilu a směšovačů Řídicí části systému	45
Obrázek 2.4	Fotografie průtokoměrů včetně propojení FLOWBUS Řídicí části systému	46
Obrázek 2.5	3D návrh testovací komory pro interdigitální senzory	46
Obrázek 2.6	3D návrh testovací komory pro interdigitální senzory	47
Obrázek 2.7	Fotografie testovací komory pro interdigitální senzory	47
Obrázek 2.8	Fotografie rozebrané testovací komory pro interdigitální senzory	48

Obrázek 2.9 Měřicí přístroj Keithley 2400	49
Obrázek 2.10 Měřicí přístroj GwINSTEK GDM-8255A	49
Obrázek 2.11 Programovatelný zdroj Tektronix PWS4602.....	50
Obrázek 2.12 Řídící část ovládacího panelu	51
Obrázek 2.13 Měřicí část ovládacího panelu	51
Obrázek 2.14 Blokový diagram programu.....	52
Obrázek 3.1 Fotografie systému pro detekci a charakterizaci plynů	54
Obrázek 3.2 Fotografie testovací komory pro komerční senzory.....	54
Obrázek 3.3 Senzor TGS 826 včetně katalogového schéma zapojení [32].....	55
Obrázek 3.4 Senzor PY2055 včetně vnitřního zapojení [33]	57
Obrázek 3.5 Chemický senzor DGS-NO2 968-043 [34]	58
Obrázek 3.6 Fotografie interdigitálního senzoru bez a s aktivní diamantovou vrstvou.....	60
Obrázek 3.7 Fotografie připravených vzorků.....	60
Obrázek 3.8 Detekční model senzoru s diamantovou aktivní vrstvou a vodíkovou terminací [35]	69
Obrázek III.1 Velká testovací komora se senzorem TGS 826.....	79
Obrázek III.2 Fotografie velké testovací komory se senzorem PY2055 s IR LED zdrojem.....	79
Obrázek III.3 Fotografie velké testovací komory se senzorem DGS-NO2 968-043	79

Seznam tabulek

Tabulka 3.1 CSV tabulka použitá pro automatický běh programu	56
Tabulka 3.2 Porovnání měřených senzorů	67

Seznam grafů

Graf 1.1 Grafické znázornění citlivosti senzoru [5].....	29
Graf 3.1 Procentuální závislost výstupního odporu TGS 826 na čase při změně plynu	55
Graf 3.2 Procentuální závislost výstupního odporu TGS 826 na čase při změně plynu	56
Graf 3.3 Procentuální závislost poměru napětí senzoru PY2055 při změně plynu.....	58
Graf 3.4 Závislost proudu senzorem DGS-NO2 968-043 při změně plynu	59
Graf 3.5 Vypočtená koncentrace plynu modulem senzoru DGS-NO2 968-043 při změně plynu	59
Graf 3.6 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C.....	61
Graf 3.7 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 75 °C.....	62
Graf 3.8 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 125 °C.....	62
Graf 3.9 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 75 °C.....	63
Graf 3.10 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C.....	64
Graf 3.11 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 125 °C.....	64
Graf 3.12 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ a NH ₃ při 125 °C.....	65
Graf IV.1 Průběhy napětí U _{gas} senzoru PY2055 pro 0 ppm NO ₂	80
Graf IV.2 Průběhy napětí U _{gas} senzoru PY2055 pro 49,8 ppm NO ₂	80
Graf IV.3 Průběhy napětí U _{gas} senzoru PY2055 pro 99,6 ppm NO ₂	80
Graf V.4 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C..	81
Graf V.5 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 75 °C....	81
Graf VI.6 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 125 °C	82
Graf VI.7 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 75 °C ..	82
Graf VII.8 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C	83
Graf VII.9 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ při 125 °C	83
Graf VII.10 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO ₂ a NH ₃ při 125 °C.....	83
Graf VIII.11 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C	84
Graf VIII.12 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 125 °C.....	84
Graf VIII.13 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 75 °C	84
Graf VIII.14 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH ₃ při 75 °C.....	85

Graf VIII.15 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 40 °C	85
Graf VIII.16 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 40 °C	85
Graf IX.17 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 125 °C	86
Graf IX.18 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 125 °C	86
Graf IX.19 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 75 °C	86
Graf IX.20 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 75 °C	87
Graf IX.21 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 40 °C	87
Graf IX.22 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 40 °C	87

Úvod

Systémy pro testování a charakterizaci plynů slouží pro přesnou charakterizaci vstupních plynů, kterou lze následně využít pro testování nově vyvinutých senzorů plynů nebo pro přípravu přesně definované směsi pro další použití. Sensory plynů jsou dnes téměř nedílnou součástí průmyslových strojů i každodenního života, například senzor oxidu uhličitého v místnosti. V posledních 20 letech se nároky i poptávky výrazně zvýšily jak na kvalitu a detekční vlastnosti, tak i na rychlost výroby. Zvýšení požadavků na senzory má za následek zvýšení požadavků na systémy pro jejich charakterizaci a detekci.

V této diplomové práci jsou rozebrány základní typy senzorů plynů, zejména vodivostní senzory s reakcí na oxidační a redukční plyny, a způsoby charakterizace pomocí testovací komory. Dále jsou uvedeny komponenty využití při návrhu systému. Jedná se především o typy regulátorů průtoku, směšování plynů a různé typy směrování plynu v systému. Na konci teoretického rozboru jsou uvedeny vybrané realizované systémy s kritickým zhodnocením jejich uspořádání.

Na teoretický rozbor problematiky navazuje návrh a realizace systému včetně analýzy daného řešení a popis programového vybavení pro ovládání systému. Po popisu realizace následují výsledky z testování systému definovanými plyny s oxidačním nebo redukčním charakterem a vodivostním senzorem plynu. V závěru práce je uvedeno zhodnocení daného řešení a případné návrhy na další vylepšení.

V této práci si kladu za cíl navrhnout a realizovat systém pro testování senzorů plynů. Cílem práce je:

- Vyhodnotit stávající stav existujících systémů
- Navrhnout a realizovat systém ze získaných poznatků
- Navrhnout programové řízení systému pro přípravu směsí s předem definovanou koncentrací ze známých plynů
- Otestovat funkčnost realizovaného systému
- Zhodnotit řešení a navrhnout další vylepšení

1. Teoretický rozbor

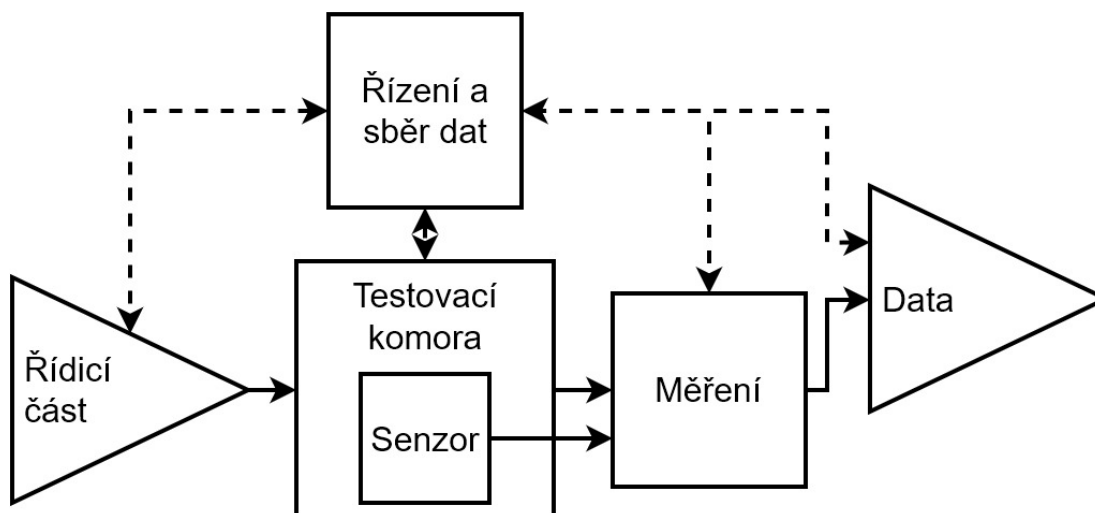
V teoretické části je popsána problematika systémů pro detekci plynů, principy a vlastnosti jednotlivých komponentů.

Systémy pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů se skládají ze dvou základních částí. První část obsahuje testovací komoru se senzorem, popřípadě polem senzorů pro detekci a charakterizaci plynů. Druhá část slouží pro řízení koncentrací a toků plynů. Hlavním úkolem je dosáhnout vhodné směsi plynů, která se přivede do testovací části systému. [1] [2] [3]

1.1 Testovací část systému

Testovací část má za úkol detekovat a charakterizovat přivedený plyn. [1] Standardně se skládá z následujících částí (obrázek 1.1):

- 1) Senzor plynu
- 2) Testovací komora
- 3) Měřicí přístroje
- 4) Řízení a sběr dat



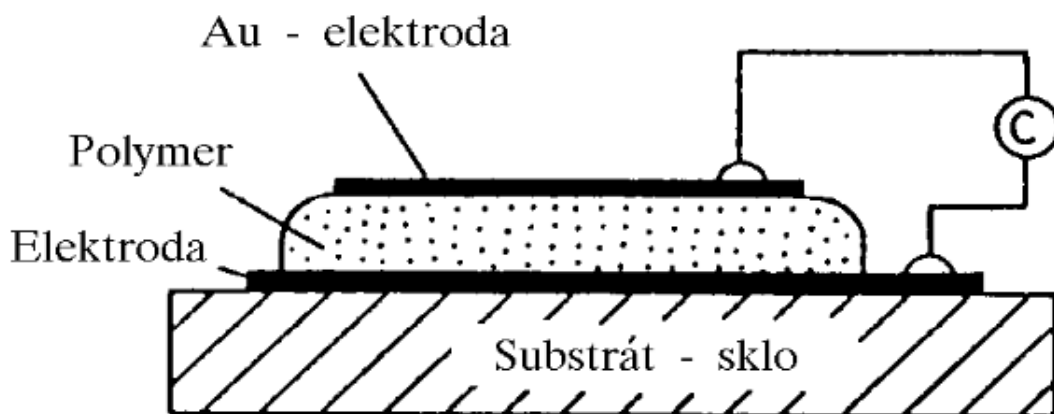
Obrázek 1.1 Schéma testovací části systému [1]

1.1.1 Senzor plynu

Senzory plynů mají za úkol detekovat a charakterizovat koncentraci daného plynu či skupiny plynů. Pracují na fyzikálním principu reakce dané látky, kterou následně převede na jiný, nejčastěji elektrický, signál. Výstupní signál bývá v analogové formě, např. změna odporu nebo kmitočtu. Senzory plynů lze dělit dle fyzikálního principu, který je využit pro detekci. Senzory lze charakterizovat pomocí parametrů uvedených v této kapitole. V následujících podkapitolách jsou uvedeny nejčastější fyzikální principy. [4] [5]

Kapacitní senzory

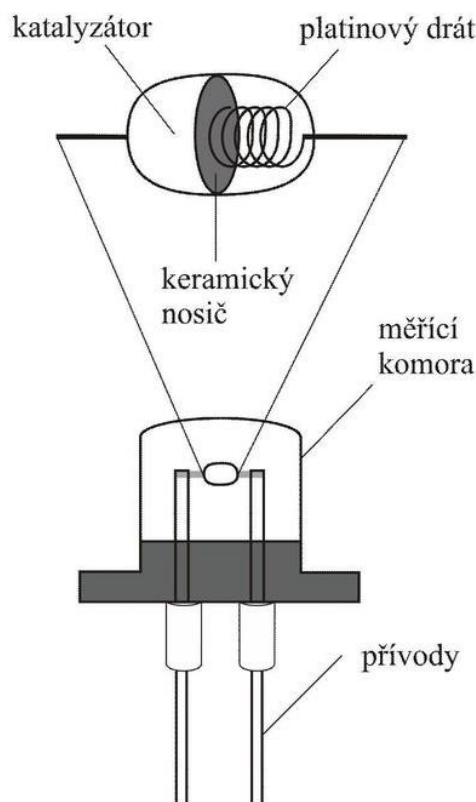
Působením plynu se mění dielektrická konstanta ϵ deskového kondenzátoru a tím i celková kapacita senzorového elementu. Kapacitní senzor se skládá ze substrátu, nejčastěji skla, dvou elektrod a aktivní dielektrické vrstvy, např. polymeru (obrázek 1.2). Chemická reakce plynu s aktivní vrstvou způsobí změnu permitivity látky. [4] [5]



Obrázek 1.2 Schéma kapacitního senzoru plynů [5]

Teplotní senzory

Pracují na principu měření tepla generovaného nebo absorbovaného při chemické reakci na rozhraní plyn – pevná látka. Nejčastější aktivní látka je vlastní teplotní senzor s vhodnou úpravou, např. úprava povrchu pro zlepšení chemické reakce. Správnou funkci senzoru zajišťuje přítomnost katalyzátoru, který urychluje chemickou reakci. Pro měření teploty se nejčastěji využívají platinové odporové teploměry nebo pyroelektrické teploměry. [4] [5]

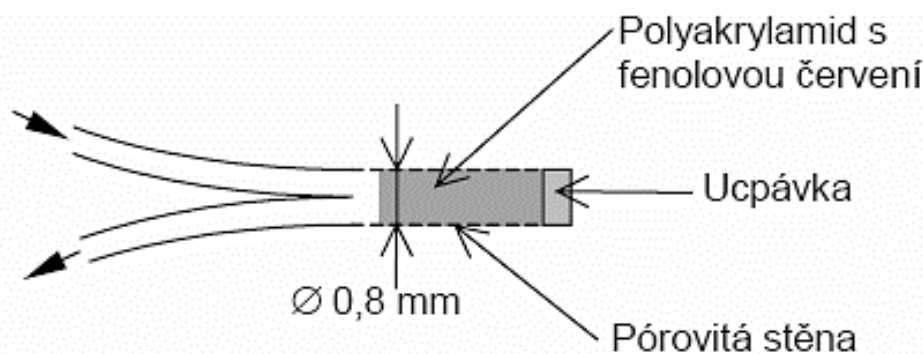


Obrázek 1.3 Schematické zobrazení teplotního senzoru plynů (Pelistor) [5]

Na obrázku 1.3 je schematicky znázorněn teplotní senzor plynů. Vlastní sensorový element tvoří platinový drátek, který slouží pro vyhřívání i měření teploty, keramický nosič a katalyzátor, nejčastěji paládium s thoriem. Platinový drát vyhřívá keramický nosič na pracovní teplotu, při které dochází k chemickým reakcím. [4] [5]

Optické senzory

Optické senzory plynů nejčastěji využívají modulaci optického záření, které je k místu detekce nejčastěji přivedeno optickým vláknem. V prostředí s detekovaným plynem dochází k modulaci, např. absorpcí, reflexí nebo útlumem záření z vlákna. Na jádro optického vlákna je nanesen selektivní materiál, který vlivem působení plynu amplitudově moduluje paprsek (obrázek 1.4), který je přes optické vlákno přiveden k detektoru. Tento typ senzoru lze využít i ve výbušných nebo hořlavých prostředích, jelikož senzor nevyžaduje elektrické napětí ani tvorbu tepla a tím nedochází k riziku vzplanutí nebo výbuchu. [4]

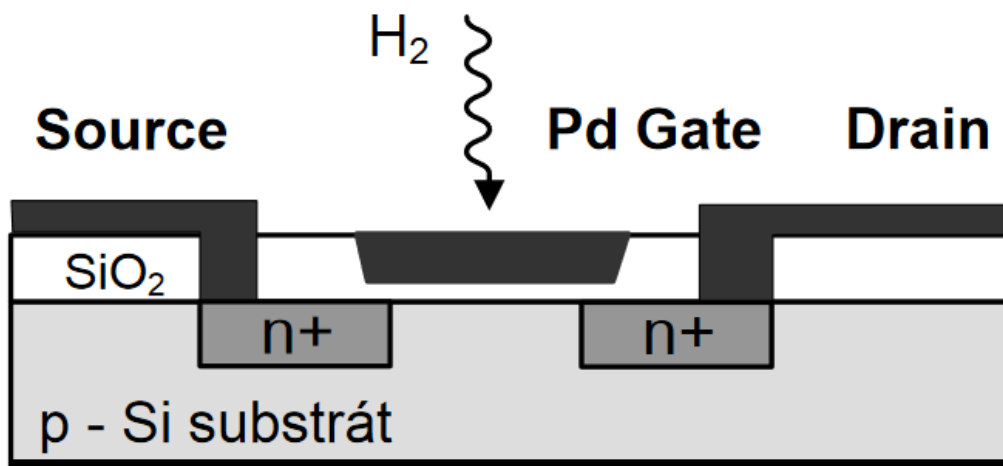


Obrázek 1.4 Schéma optického chemického senzoru plynů s bifurgovanými vlákny [4]

Potenciometrické senzory FET

Moderní potenciometrické senzory vycházejí z principu polem řízených tranzistorů FET. Oproti standardnímu MOSFET využívá náhradu hradlové elektrody pomocí speciálních selektivních materiálů. Dle technologické úpravy hradla lze ovlivnit selektivitu na detekovaný plyn. Hradlo lze upravit buď materiálově nebo umístěním. Výhodou těchto senzorů je jednoduchá výroba shodná s technologií výroby MOSFET. [4]

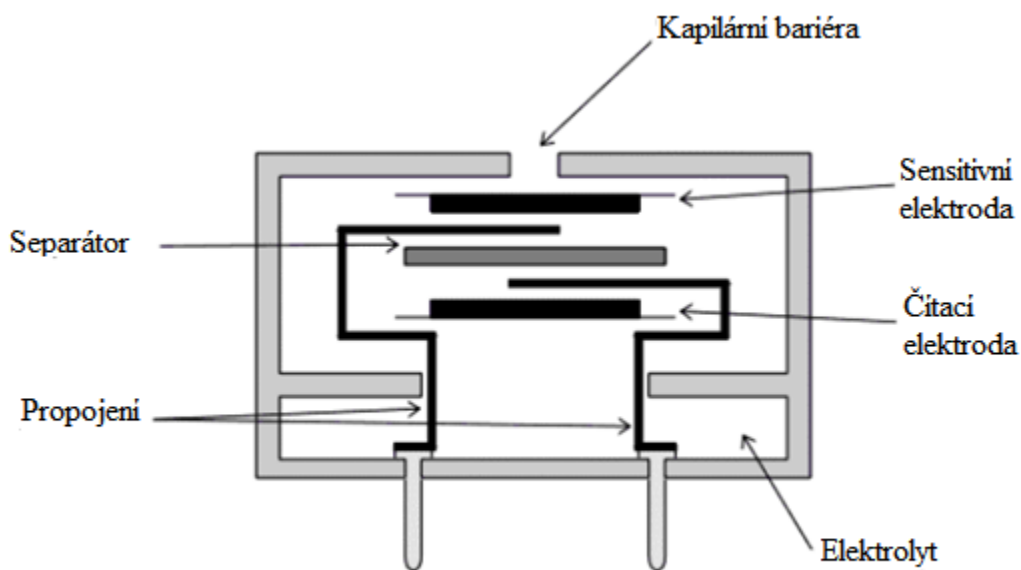
Dle úpravy hradla lze rozlišovat typy senzorů. GASFET senzor (obrázek 1.5) využívá paladium pro detekci vodíku v atmosféře. OGFET (The Open Gate FET), neboli FET s otevřeným hradlem využívá změnu proudu tranzistorem vlivem parciálního tlaku plynů. Dalšími typy jsou CHEMFET nebo ENFET reagující na sloučeniny nebo ionty, ISFET jako senzor pH atd. [4] [5]



Obrázek 1.5 Schéma GASFET senzoru plynů

Elektrochemické senzory

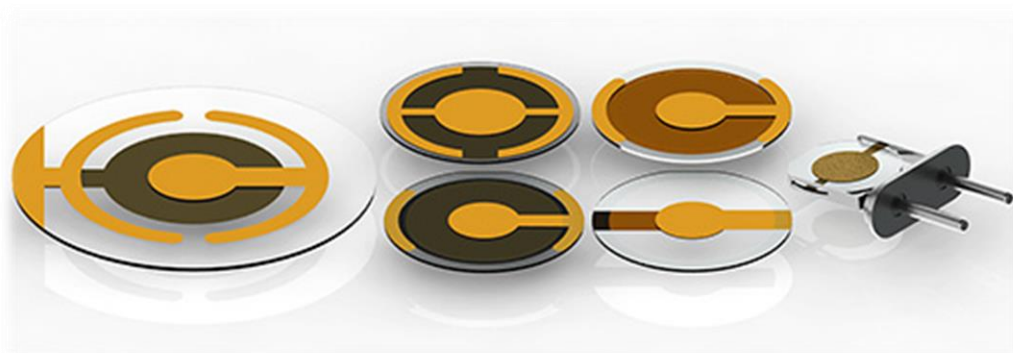
Elektrochemické senzory plynů (obrázek 1.6) využívají měření proudu generovaného mezi elektrodami vloženými do elektrolytu (kyselina, voda atd.) při oxidaci nebo redukci aktivního plynu na senzitivní elektrodě. Senzor se skládá ze dvou elektrod v elektrolytu, na které je připojeno stejnosměrné napětí. Mezi elektrodami se nachází separátor, který zajišťuje oddělení elektrod a průchod iontů mezi elektrodami pro zajištění chemické reakce. Kapilární bariéra zabraňuje vytečení elektrolytu ze senzoru a zajišťuje omezení difúze aktivního plynu do elektrolytu, aby byla zajištěna účinná chemická reakce. Pro zlepšení účinnosti lze kromě pracovních elektrod použít i třetí – referenční elektrodu, která zajišťuje nulové napětí na senzitivní elektrodě, které vznikne při chemické reakci a snižuje rozdíl potenciálů mezi pracovními elektrodami. [6] [7]



Obrázek 1.6 Schéma elektrochemického senzoru plynů [6]

Hmotnostní senzory

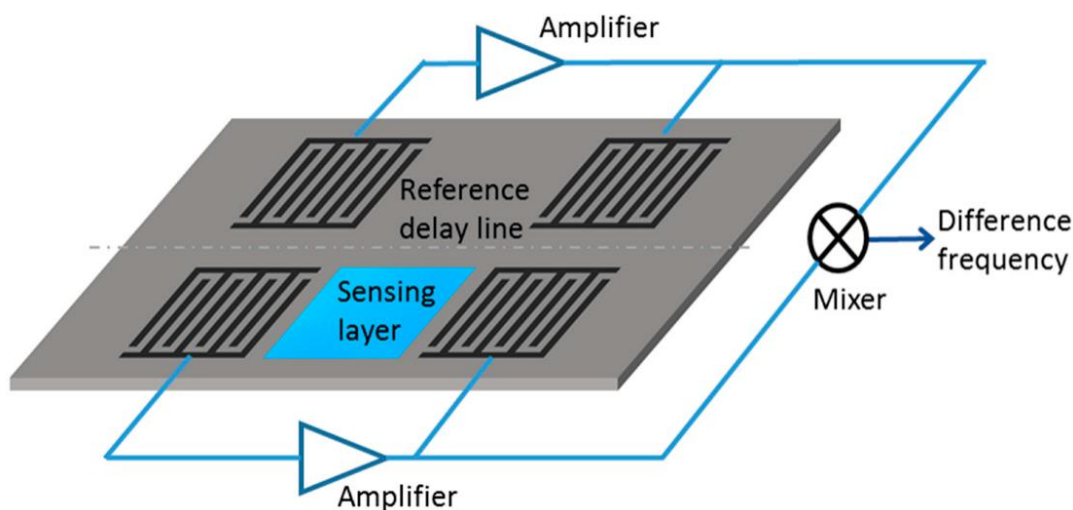
Hmotnostní senzory plynů využívají přírůstek hmotnosti vlivem působení plynu a následné změny další fyzikální veličiny, např. vlastní frekvence kmitání. Hmotnostní senzory tvoří asi 6 % z celkového počtu používaných senzorů plynů. [4]



Obrázek 1.7 QCM senzory plynů od firmy QUARTZ PRO [8]

Nejpoužívanější typ hmotnostních senzorů je QCM (Quartz Crystal Microbalances, obrázek 1.7) využívající rezonanční princip měření. Na povrchu piezokrystalu je nanášena aktivní vrstva s receptorem, která je citlivá na daný plyn. Vlivem povrchových reakcí dochází k usazování molekul na aktivní vrstvě a tím ke změně hmotnosti, což se projeví ve změně rezonanční frekvence. Sensor se nejčastěji skládá z monokrystalické křemenné podložky, na které jsou napařeny zlaté elektrody. Na elektrodách je nanášena aktivní vrstva, která reaguje na daný plyn. Rezonanční frekvence se nejčastěji pohybuje mezi 1 až 10 MHz. [4] [5]

Dalším typem hmotnostních senzorů je SAW (Surface Acoustic Wave Sensors, obrázek 1.8) sensor využívající povrchovou akustickou vlnu. Principem je vytvoření Rayleighovy akustické vlny na podložce, která se šíří přes aktivní citlivou část. Citlivá část absorbuje molekuly plynu, což vede ke změně frekvence, amplitudy a fáze akustické vlny. Nejčastější uspořádání je na obrázku 1.8. Sensor se skládá z podložky, dvou senzorů (jeden s aktivní vrstvou a jeden referenční) a směšovače. Sensory obsahují vysílač akustické vlny, cestu pro šíření vlny a přijímač. Pracovní frekvence je nejčastěji v rozmezí od 1 MHz do 1 GHz. [4]



Obrázek 1.8 Schéma SAW plynových senzorů [5]

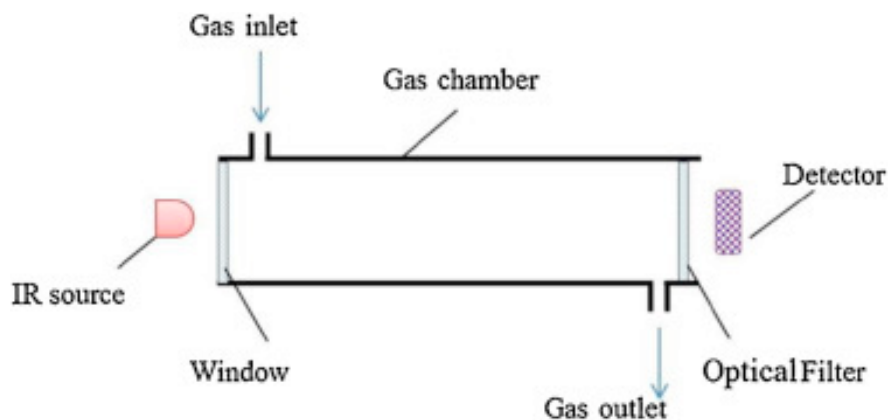
Infračervené senzory

Infračervené senzory plynů využívají absorpční spektrofotometrii v infračervené oblasti spektra. Tento způsob detekce lze použít pro zjištění složení směsi plynů nebo pro detekci konkrétního typu plynu. Nejčastěji se jedná o plyny tvořené složitější nebo nesymetrickou molekulou, které vykazují změnu energetického stavu molekul. IR senzory nejsou vhodné pro detekci plynů s jednoatomovou nebo symetrickou dvouatomovou molekulou, které neabsorbují záření v IR části spektra. [9] [10]

Základní uspořádání IR senzoru plynů je schematicky zobrazeno na obrázku 1.9. Sensor se skládá z testovací komory, kterou prochází testovaný plyn nebo směs. Zdroj infračerveného světla generuje infračervené záření, které okýnkem prochází do komory. Jako zdroj záření lze využít topnou kovovou spirálu s teplotou okolo 700 °C (tato teplota vychází z Planckova rozdělovacího zákona), žhavený MEMS křemíkový plíšek, laserovou diodu nebo standardní žárovku s vhodným filtrem. Před detektor záření je umístěn filtr, který odfiltruje nežádoucí vlnové délky a propustí pouze záření vlnové délky, které absorbuje vybraný plyn. Detektor záření

1. Teoretický rozbor, Testovací část systému

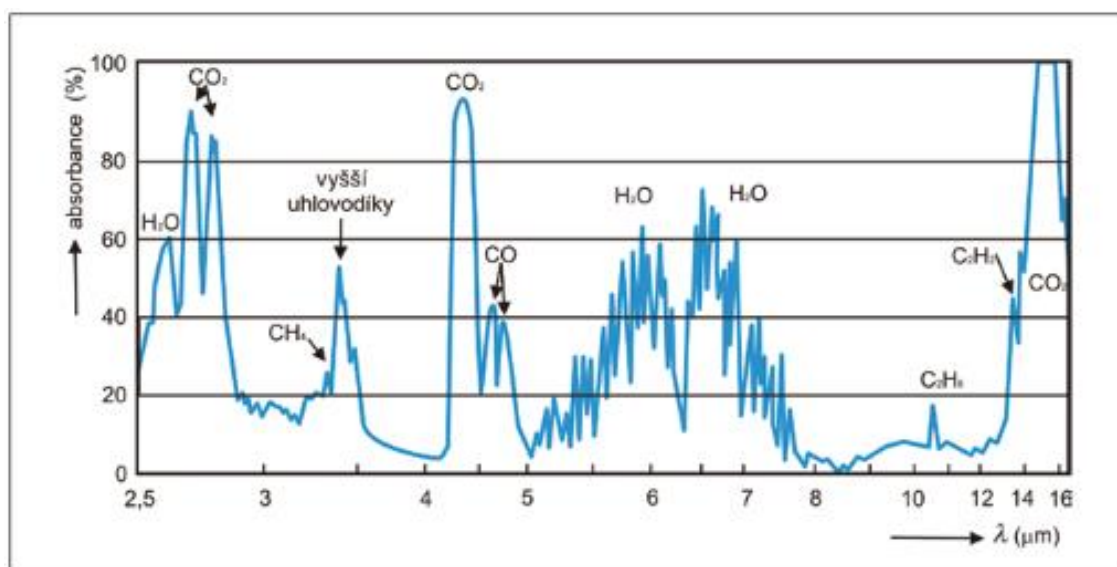
měří intenzitu záření, které není absorbováno plynem. Nejčastějším typem je pyroelektrický krystal. Tento element se vlivem dopadajícího záření zahřívá a vytváří náboj na stranách krystalu, který je snímán zesilovačem. Toto uspořádání odpovídá NDIR (Non-Dispersive InfraRed) senzoru, tedy uspořádání bez disperze paprsku, kdy nedochází k rozkladu paprsků spektra, ale k absorpci části spektra. [9] [10]



Obrázek 1.9 Schéma infračerveného senzoru plynu [9]

Základní uspořádání senzoru lze rozšířit o kolimátor záření, který usměrňuje a fokusuje záření ze zdroje do komory nebo záření z komory na detektor. Nejčastěji se využívají dutá zrcadla. Některé typy senzorů vyžadují přerušované záření, které lze vytvořit zapínáním a vypínáním zdroje nebo vložением clony, která paprsek odrazí nebo absorbuje. [10]

Na obrázku 1.10 je zobrazeno absorpční spektrum blízké infračervené oblasti vybraných plynů, které lze detekovat. Nejčastěji jsou infračervené senzory využívány pro testování oxidu uhličitého, oxidu uhelnatého, oxidu dusičitého, methanu nebo uhlovodíků. [10]



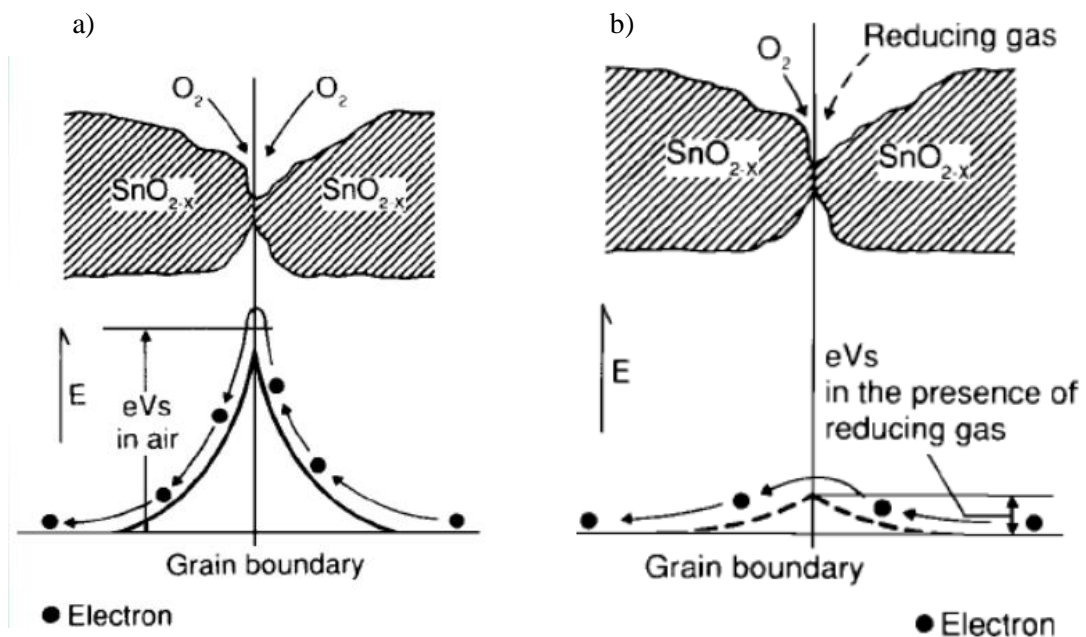
Obrázek 1.10 Absorpční spektra vybraných plynů v IR oblasti [10]

Výhodou tohoto principu je možnost měření bez kontaktu aktivního materiálu s plynem, přesnost, vysoká selektivita při použití vhodných filtrů a široký rozsah koncentrací od jednotek ppm do téměř 100 % koncentrace plynu. Díky těmto vlastnostem jsou infračervené senzory využívány pro měření toxických látek v průmyslu. [9]

Vodivostní senzory

Vodivostní senzory využívají změnu vodivosti aktivní vrstvy vlivem působení plynů. Jedná se o nejčastější typ plynových sensorů pro detekci oxidačních a redukčních plynů. Senzor se nejčastěji skládá ze substrátu, popřípadě podkladové destičky, vodivých elektrod pro připojení měřicích vodičů, topného elementu zajišťující správnou teplotu a aktivní vrstvy reagující na přítomnost plynů. Aktivní vrstva je nejčastěji chemicky stálý polovodič s vhodnými parametry, hlavně s dostatečnou intenzitou reakce na plyn. Vhodným a velmi často používaným materiálem je SnO_2 . Na druhé straně není vhodné použít levný křemík, jelikož při působení kyslíku oxiduje a vytváří nevodivou oxidovou vrstvu. [4] [11] [12]

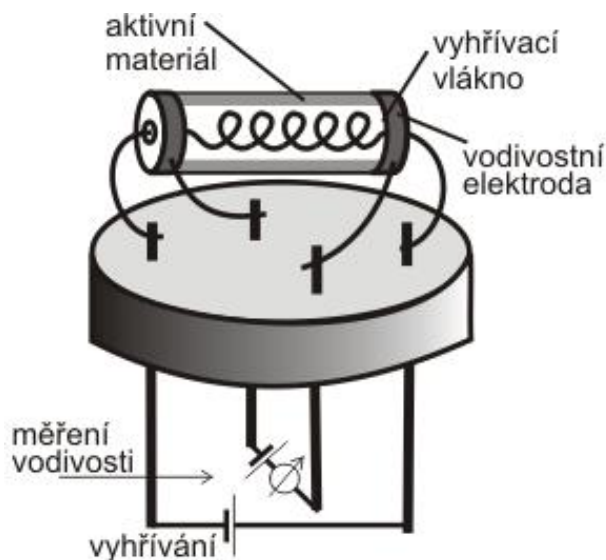
Pro správnou funkci je nutné zajistit přímý kontakt plynu s aktivní vrstvou. Plynové vodivostní senzory využívají chemisorpci, tedy vázání (sorpci) molekul plynu na povrchu pevné látky chemickou vazbou s přenosem elektronů. Předání elektronů mezi látkami se nazývá oxidačně – redukční děj. Aktivní látka na svém povrchu chemisorbuje plyn, nejčastěji kyslík, a tím odčerpává nebo přijímá elektrony z vodivostního pásu polovodiče. V případě oxidačního plynu, např. oxidu dusného NO_2 , dochází k reakci a chemisorpci kyslíku při předání elektronů z polovodiče plynu. Tím se u polovodiče typu N snižuje vodivost a u polovodiče typu P zvyšuje. V případě redukčního plynu, např. metanu, dochází k reakci s chemisorbovaným kyslíkem z atmosféry za vzniku nových plynných produktů. Produkty reakce jsou nábojově neutrální, přebytečné elektrony jsou předány zpět z chemisorbovaného kyslíku do polovodiče, a tím se zvýší vodivost u polovodiče typu N, respektive sníží u polovodiče typu P. V případě redoxně indiferentních plynů je detekce nemožná, jelikož při reakci nedochází k výměně elektronů. Pro usnadnění průběhu chemické reakce a překonání aktivační energie se využívá topný element, který reakci dodá energii, popřípadě lze využít katalyzátor reakce. Na obrázku 1.11 je uveden energetický pás polovodiče typu N pro oba děje. V případě oxidačního děje dochází k zvýšení energetické bariéry a tím k snížení vodivosti. V případě redukčního děje dochází k snížení bariéry. [4] [11] [12] [13]



Obrázek 1.11 Energetický pás polovodiče typu N při a) oxidačním a b) redukčním ději [11]

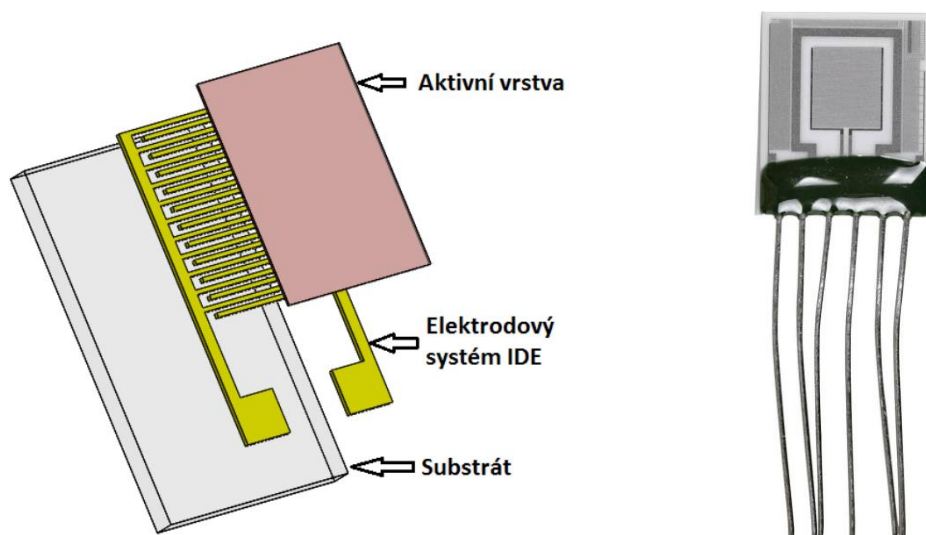
1. Teoretický rozbor, Testovací část systému

Starším typem vodivostního senzoru je trubičkový typ s označením TGS od firmy Figaro Engineering. Tento typ byl vyvinut ve druhé polovině minulého století v Japonsku. Senzor se skládá z trubičky z aktivního materiálu s vodivými elektrodami pro měření a vyhřívacím vláknem zajišťujícím správnou teplotu (obrázek 1.12). Výhodou tohoto uspořádání je působení plynu ze všech stran aktivní části a vyhřívání pouze aktivního materiálu. Nevýhodou jsou větší rozměry. [4]



Obrázek 1.12 Schéma trubičkového vodivostního senzoru [4]

Modernější typ vodivostního senzoru jsou založeny na nanášení tenkých vrstev na substrát. Tento typ využívá tenké vodivé elektrody nanesené na substrátu nejčastěji ve formě interdigitální struktury. Na elektrody se následně nanese aktivní vrstva. Topný element se nejčastěji vytváří pomocí topné vrstvy z druhé strany substrátu. Výhodou tohoto typu jsou menší rozměry a vyšší přesnost z důvodu interdigitální struktury. Nevýhodou je nutnost vyhřívání celého senzoru včetně substrátu a možnost detekce plynu pouze z jedné strany senzoru. [12] [4]



Obrázek 1.13 Schéma interdigitálního senzoru a fotografie komerčně vyráběného senzoru TESLA KBI2 [11] [14]

Na obrázku 1.13 je zobrazen komerčně vyráběný senzor TESLA KBI2. Jedná se o kombinaci interdigitální struktury vhodné pro nanosení aktivního materiálu, teplotního senzoru Pt1000 a topného elementu na skleněné destičce. Topný element a teplotní senzor jsou kryty izolační skleněnou destičkou. [14]

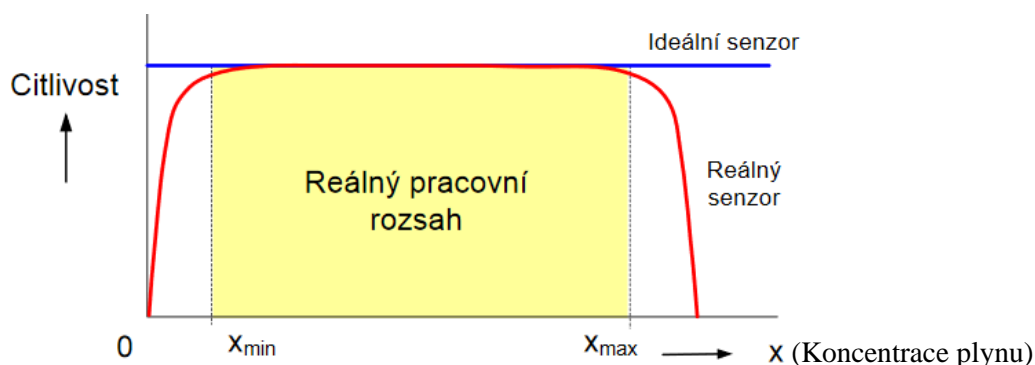
Výhodou vodivostních senzorů je jejich levná a rychlá výroba, reprodukovatelnost, snadná miniaturizace, nízká cena a vysoká citlivost. Oproti ostatním typům má ale špatnou dlouhodobou stabilitu. [11]

Parametry senzorů

V této části jsou definovány základní parametry a požadavky kladené na plynové senzory.

Selektivita, respektive koeficient selektivity, je důležitý parametr plynových senzorů a udává citlivost na daný plyn ve směsi. Selektivita tedy znamená schopnost senzoru detekovat daný plyn z více analytů. Vyčíslit ho lze pomocí násobku, kolikrát nám senzor poskytne vyšší hodnoty než při neselektivním plynu o shodné koncentraci. [4]

Citlivost udává převodní poměr mezi změnou koncentrace a výstupního signálu. Nejčastěji je definována jako změna výstupního signálu na jednotkovou změnu koncentrace. Grafické vyjádření citlivosti na koncentraci plynu x znázorňuje graf 1.1 včetně Dolní meze detekce x_{\min} , Horní meze detekce x_{\max} a rozsahu měření. [4]



Graf 1.1 Grafické znázornění citlivosti senzoru [5]

Mez detekce senzoru udává nejnižší koncentraci plynu x_{\min} (graf 1.1), kterou lze detekovat. V praxi je dolní mez detekce definována několika způsoby. Z tohoto důvodu je vždy důležité udávat způsob, kterým byla mez detekce stanovena. [4]

Rozsah měření je rozmezí koncentrace plynu, kterou senzor detekuje. Rozsah je definován jako lineární část citlivosti senzoru (oblast $x_{\min} - x_{\max}$ v grafu 1.1). Mimo rozsah nelze přesně určit konkrétní koncentraci, jelikož nelze přesně definovat převodní poměr. [4]

Časové parametry definují dynamické vlastnosti senzoru. Definují rychlost odezvy senzoru na skokovou změnu koncentrace nebo časovou stálost citlivosti při konstantní koncentraci. [4]

Rychlost odezvy senzoru definuje čas mezi přivedením plynu k aktivní části senzoru a odezvou senzoru na výstupu.

Časová stálost citlivosti udává procentuální změnu výstupu při konstantní koncentraci plynu. V ideálním případě je změna výstupu na čase nulová.

1.1.2 Testovací komora

Testovací komora slouží pro upevnění senzoru plynu a přivedení testovací směsi. Další funkcí komory může být vyhřívání, úprava proudění směsi nebo základní vyhodnocení měřené veličiny. [1] [15]

Komory lze rozdělit dle velikosti. První typ je velká komora, která umožňuje přístup směsi ze všech stran senzoru, viz příklad na obrázku 1.14 od firmy Figaro. Výhodou této komory je možnost působení směsi na celý senzor a univerzálnost. Nejčastěji se tento typ komory využívá na testování kompletních zařízení, kde směs působí i na vyhodnocovací elektroniku. Druhým typem je malá komora s konstrukční úpravou pro přívod směsi pouze na aktivní část. Výhodou této komory je rychlejší odezva z důvodu menšího objemu směsi v komoře a působení pouze na aktivní část senzoru. [2] [15]



Obrázek 1.14 Testovací komora od firmy Figaro [11]

1.1.3 Měření

Měřicí přístroje zajišťují měření senzoru a umožňují přenos dat do počítače. Výběr přístrojů závisí na použitém typu senzoru a veličinách, které se měří. Nejčastějším přístrojem pro měření elektrických parametrů plynových senzorů je stolní digitální multimetr, např. viz obrázek 1.15. Výhodou použití multimetru je univerzálnost, možnost jednoduchého připojení k PC a oproti specializovaným přístrojům většinou i nižší pořizovací cena. Nevýhodou může být nižší přesnost a složitější řízení.



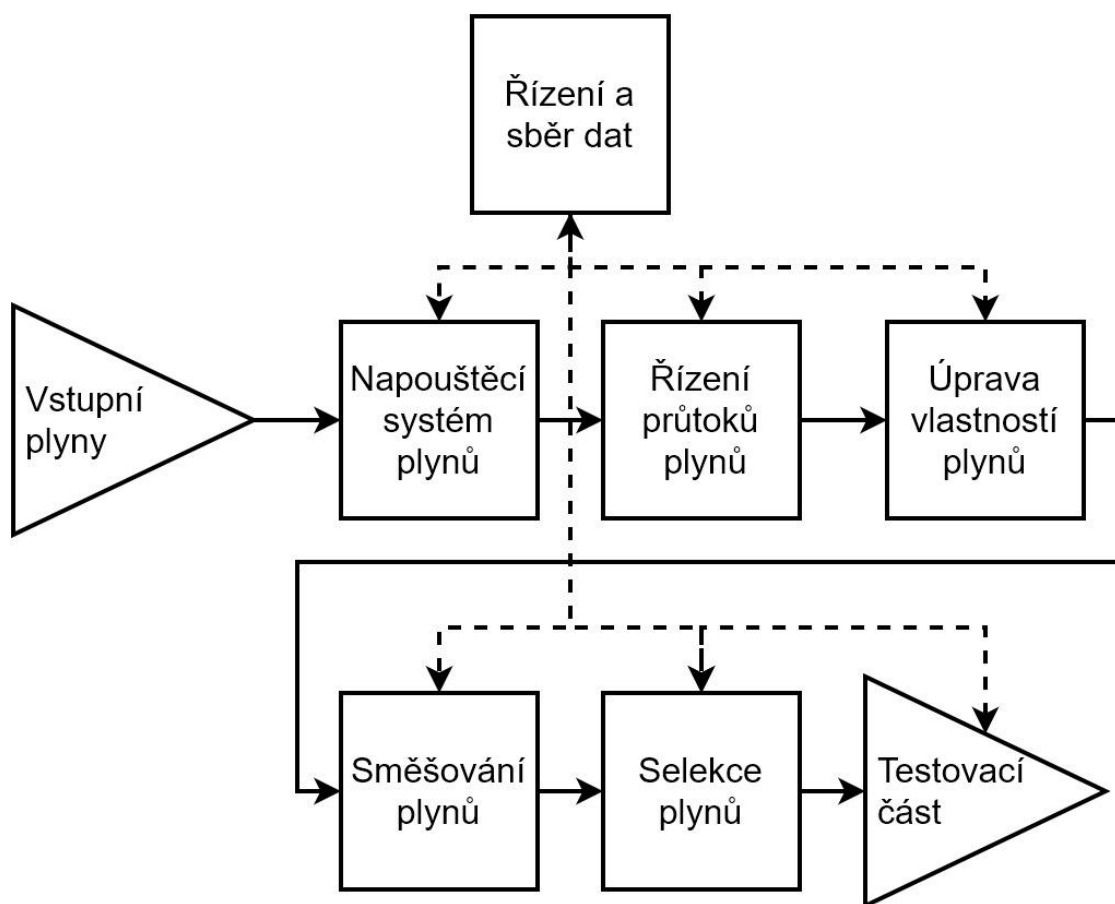
Obrázek 1.15 Stolní duální digitální multimetr od firmy GW Instek [16]

Druhou možností je použití specializovaného přístroje, např. hertz-metr pro QCM senzory. Výhodou tohoto řešení je jednodušší ovládání a většinou i vyšší přesnost. Nevýhodou je jednoúčelovost přístroje a většinou vyšší pořizovací cena oproti multimetrům.

1.2 Řídicí část testovacího systému

Řídicí část připravuje a reguluje vstupní plyny, které jsou následně přivedeny do testovací komory (viz 1.1.2) a detekovány pomocí vybraného senzoru (viz 1.1.1). [1] Téměř každá řídicí část obsahuje následujících šest pod-částí (obrázek 1.16):

1. Napouštěcí systém plynů
2. Řízení průtoků plynů
3. Úprava vlastností plynů
4. Směšovací část
5. Ventil pro řízení a selekci plynů
6. Řízení a sběr dat



Obrázek 1.16 Schéma řídicí části systému [1]

1.2.1 Napouštěcí systém plynů

Do této části lze zařadit komponenty, které se nacházejí mezi vlastním plynem a vstupem do systému, např. hlavní a redukční ventily, vstupní filtry a podobně. [1]

Hlavní ventily plynů slouží pro bezpečné zastavení plynů v případě úniku plynů v systému, případně pro bezpečné odpojení nebezpečných plynů v případě ukončení testování.

Hlavní redukční ventil snižuje vstupní tlak plynů na úroveň, která je vhodná pro přivedení plynů do systému. Snížení vstupního tlaku je nutné zejména z důvodu bezpečnosti a ochrany systému, zejména ventilů a propojovacích hadic.

1. Teoretický rozbor, Řídicí část testovacího systému

Vstupní filtry slouží pro filtraci plynů od nečistot, které mohou poškodit další komponenty, případně samotný senzor. Drobné nečistoty se mohou usazovat na citlivé části senzoru a znehodnotit výsledky měření.

1.2.2 Řízení průtoků plynů

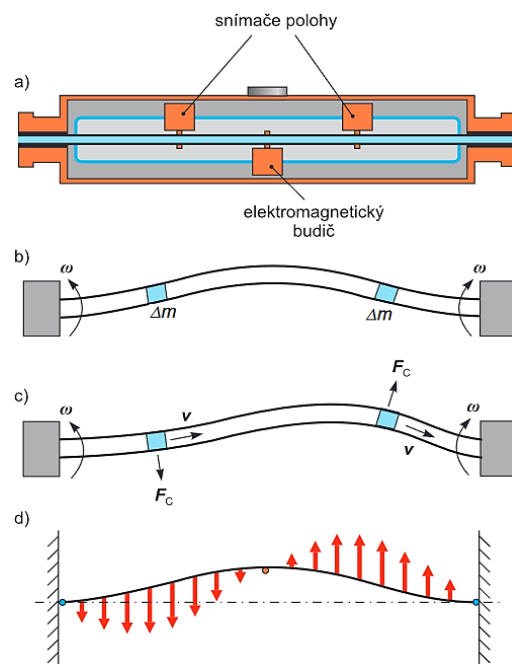
Průtok vstupního plynu řídí regulátor průtoku (anglicky Flow-controller) spolu s elektronickým ventilem. Jedná se o komponentu, která pomocí fyzikálního principu snímá aktuální průtok a pomocí vyhodnocovacích obvodů reguluje elektronický ventil a tím i průtok plynů. Z fyzikálního hlediska lze průtokoměry rozdělit do několika skupin. [17] [18]

Coriolisův průtokoměr

Využívá princip Coriolisovy síly, tedy setrvačné síly působící na proudící tekutinu (v tomto případě plynu) v pohybujícím se potrubí. Jedná se o hmotnostní průtokoměr, který měří hmotnost tekutiny. Nejčastější uspořádání průtokoměru je vibrující lineární a kmitající U trubice. [18]

Na obrázku 1.17 je vyobrazen princip lineárního Coriolisova průtokoměru. Základní částí je vibrující trubice, kterou prochází tekutina, dva snímače polohy a jeden budič, který budí pohyb trubice, viz obrázek 1.17 a). Při nulovém průtoku je výchylka na obou stranách shodná, viz obrázek 1.17b). Při nenulovém průtoku tekutiny je trubice vychylována Coriolisovou silou $F_c = 2 * \Delta m * (v \times \omega)$, viz obrázek 1.17 c) a d). [18]

Výhodou tohoto principu je vysoká citlivost a velký rozsah měření (až 500:1). Nevýhodou je nutnost pohybující (vibrační) trubice a závislost na rychlosti kmitání. [17]

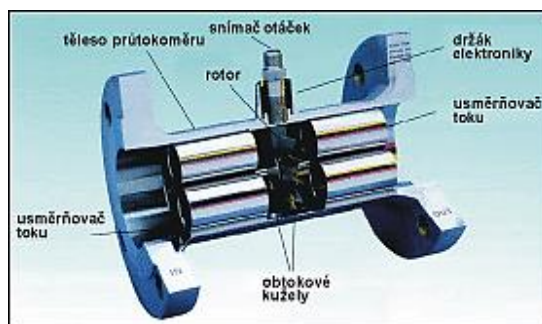


Obrázek 1.17 Princip Coriolisova průtokoměru [14]

Turbínový průtokoměr

Využívá měření rychlosti proudící tekutiny na základě jejich dynamických. Proudící tekutina způsobí rotaci rotoru turbíny (obrázek 1.18). Následně je vyhodnocován počet otáček rotoru za minutu. Jedná se tedy o objemový průtokoměr, který měří celkový objem tekutiny. [18]

Výhodou turbínového průtokoměru je jednoduché uspořádání a jednoduchá vyhodnocovací elektronika. Nevýhodou je nutnost rovnoměrného proudění a tedy použití usměrňovačů toků. Další nevýhodou je nemožnost měření malých průtoků z důvodu daného minimálního průtoku. [17]



Obrázek 1.18 Řez turbínovým průtokoměrem [14]

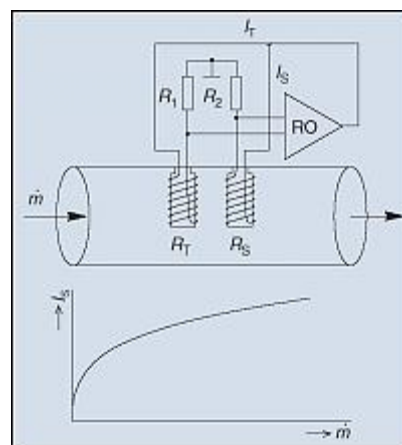
Tepelný průtokoměr

Využívá princip energetické rovnováhy při sdílení tepla z topného elementu do proudící tekutiny. Z důvodu jednoduché konstrukce bez pohyblivých částí se jedná o jeden z nejpoužívanějších principů měření průtoku. Tento princip využívá měření celkové hmotnosti tekutiny. [17] [19]

Nejběžnějším uspořádáním je tepelný průtokoměr s ochlazováním topného elementu a tepelný průtokoměr s oteplením tekutiny. [19]

Průtokoměr s ochlazováním topného elementu (termoanemometr) využívá ochlazování elementu protékající tekutinou. [19]

V potrubí jsou umístěny dva topné elementy R_T a R_S (obrázek 1.19). Proud vyhřívajícím elementem R_S je mnohem vyšší než elementem R_T . Z tohoto důvodu teplota R_S dosahuje mnohem vyšší hodnoty. Element R_T je ochlazován proudící tekutinou na teplotu téměř shodnou s tekutinou. Protékající tekutina způsobuje i ochlazování R_S a tím rozvážení vyhodnocovacího můstku. Regulační obvod (RO) udržuje teplotu elementu konstantní pomocí zvýšení proudu elementem. Proud I_S je závislý na průtoku tekutiny, viz graf v obrázku 1.16. [19]

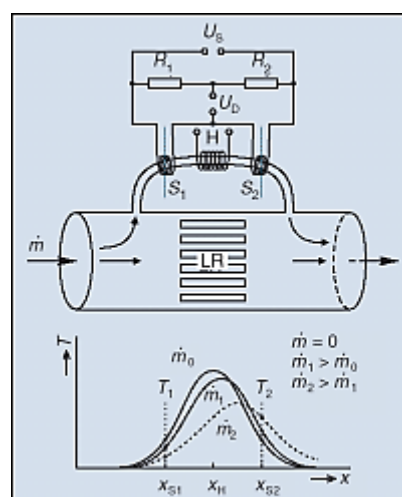


Obrázek 1.19 Princip tepelného průtokoměru s ochlazováním topného tělesa [19]

Nevýhodou tohoto uspořádání je přímý kontakt topných elementů s tekutinou, proto není vhodný pro hořlavé látky. Výhodou je jednoduché uspořádání, jednoduchá vyhodnocovací elektronika a nezávislost na vstupní teplotě plynu. [17]

Průtokoměr s oteplením tekutiny (hmotnostní kalorimetrický průtokoměr) využívá teplotní rozdíl proudící tekutiny v obtokové kapiláře, kterou proudí definované množství tekutiny. [19]

Princip je uveden na obrázku 1.20. Průtokoměr obsahuje hlavní trubku s turbulentním filtrem (laminární restriktivní člen LR) a obtokovou tepelně vodivou kapiláru s topným elementem a dvěma teplotními senzory. V případě, že tekutina neproudí, dochází k rovnoměrnému ohřevu obou senzorů. Pokud tekutina začne proudit, dojde k ochlazení prvního senzoru a oteplení druhého. Tím dojde k rozvážení odporového můstku a vyhodnocení proudění tekutiny. Celkový průtok je úměrný rozdílu teplot senzorů. Tento průtokoměr je vhodný pro měření malých průtoků plynů. [19]



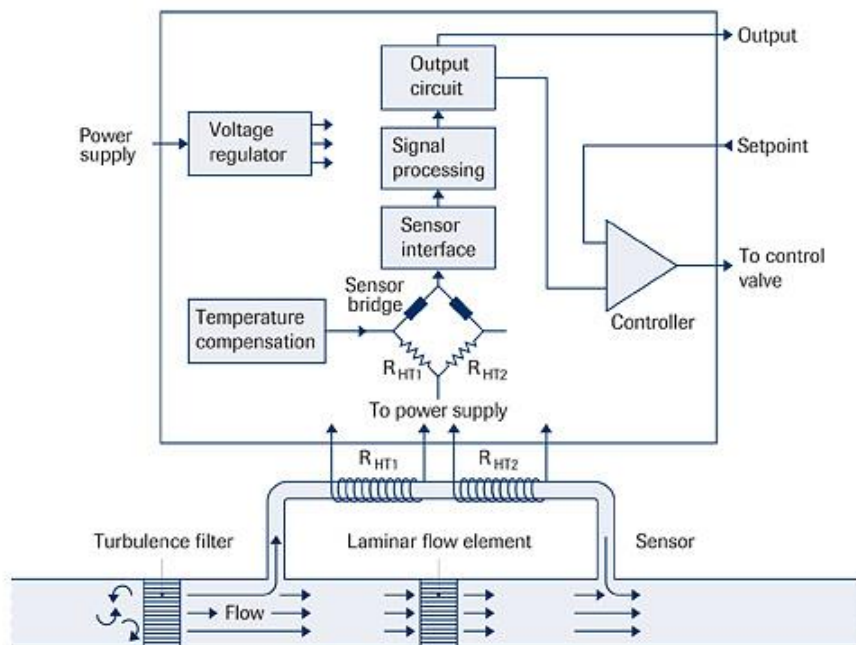
Obrázek 1.20 Princip tepelného průtokoměru s oteplením tekutiny [19]

Nevýhodou tohoto uspořádání je složitější konstrukce s přesnou obtokovou kapilárou.

1. Teoretický rozbor, Řídicí část testovacího systému

Výhodou je nepřímý kontakt topného elementu s tekutinou a velmi přesné měření malých průtoků v případě vhodně navržené obtokové kapiláry. [17] [19]

Používané zapojení průtokoměru s oteplením tekutiny je uvedeno na obrázku 1.21. Jedná se o funkční zapojení od firmy Bronkhorst High-Tech používané v tepelných průtokoměrech EL - FLOW Prestige. Zapojení se od uvedeného principiálního liší použitím topných senzorů teploty. [20]



Obrázek 1.21 Princip tepelného průtokoměru s oteplením plynů od firmy Bronkhorst [20]

Průtokoměr se skládá z hlavní trubice s turbulentními filtry a obtokové bypass trubice s topnými senzory teploty. Výhodou tohoto uspořádání je absence topného elementu. Tekutinu oteplují topné senzory teploty. V případě nulového průtoku je teplotní rozdíl mezi senzory nulový. V případě průtoku tekutiny dochází k rozvážení teploty a vyhodnocovacího odporového můstku (Sensor bridge). Teplotní kompenzace (Temperature compensation) zajišťuje konstantní součet teplot obou senzorů. Výstup z můstku je následně zpracováván (Sensor interface, Signal processing a Output circuit). Zpracovaný signál je přiveden na výstup a porovnán v řídicím obvodu ventilu (Controller), který porovná žádanou hodnotu průtoku (Setpoint) s měřenou a řídí výstupní ventil (Control valve) a tím i průtok. Napájení elektroniky zajišťuje napěťový regulátor (Voltage regulator). [20]

1.2.3 Úprava vlastností plynů

V této části systému dochází k úpravě vlastností plynů, zejména vlhkosti a teploty.

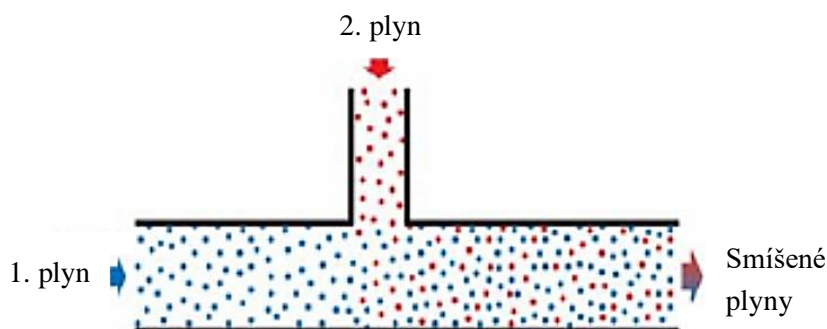
Zařízení pro úpravu vlhkosti upravuje vlhkost plynu v systému. Vlhkost lze zvyšovat nebo snižovat v závislosti na potřebě pro testování:

1. Odvlhčení plynu, které odstraní zbytkovou vlhkost z plynu
2. Zvlhčení plynu, které zvýší vlhkost plynu pro účely testování

Teplotu plynů je vhodné upravovat z důvodu zvýšení odezvy senzoru na daný plyn. Ve většině případů dochází ke zvyšování teploty. Poté je možné senzor zahřívat na nižší teplotu.

1.2.4 Směšování plynů

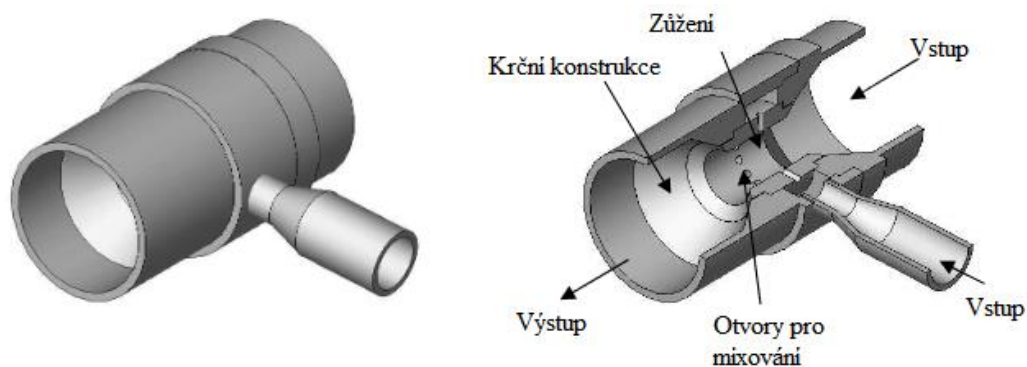
Směšovací část má za úkol plyny ze vstupních průtokoměrů smísit a odvést k ventilu pro výběr testované směsi. Tímto způsobem je možné regulovat koncentraci definovaného plynu přidáním odpovídající části nosné matrice nebo připravit směs plynů odpovídající reálným podmínkám. Směšování plynů lze provést několika způsoby. Nejjednodušší a nejběžnější způsob je pomocí turbulentního směšování uvedeného na obrázku 1.22. [21]



Obrázek 1.22 Princip turbulentního směšování [21]

Tento princip využívá turbulentního proudění plynu, který vstupuje kolmo k proudění druhého plynu. Výhodou tohoto způsobu je jednoduché zapojení bez speciálních přípravků. Nevýhodou může být nerovnoměrné smíšení směsi. [21]

Vylepšená varianta turbulentního míšení je využití Venturiho mixování (obrázek 1.23). Tato varianta využívá Venturiho efekt v zúžené části potrubí. Díky tomuto efektu poklesne v zúžené krční části tlak průchozího plynu a dochází k lepšímu smíšení s druhým plynem, který je přiveden pomocí otvorů po celém obvodu potrubí. [21]

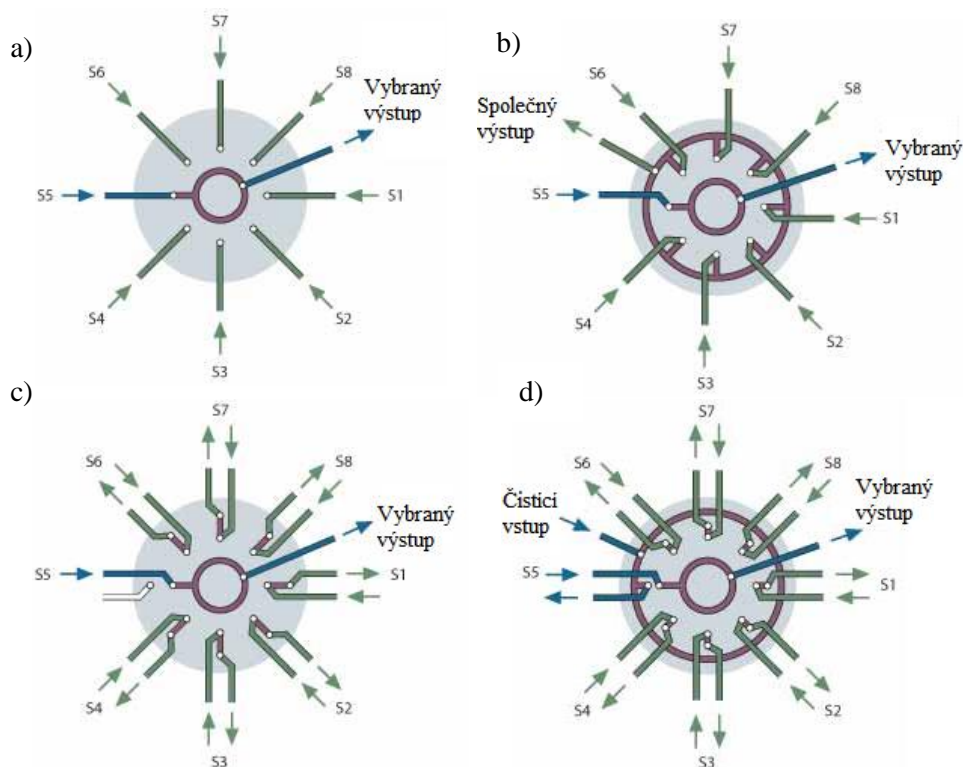


Obrázek 1.23 Příklad Venturiho směšovače [21]

1.2.5 Ventil pro řízenou distribuci plynů

Selekční ventil má za úkol vybrat danou směs plynů, kterou přivede do testovací části. Tento ventil slouží pro plynulé přepínání mezi plyny. Z tohoto důvodu je vhodné, aby bylo přepnutí bez zastavení průtoků, které způsobuje časové přemkity a nestabilitu průtoků. [22]

Existuje několik základních typů v závislosti na dané aplikaci. Na obrázku 1.24 jsou zobrazeny čtyři základní konfigurace ventilových zapojení používané k řízené distribuci plynů. [22]



Obrázek 1.24 Schéma propojení selekčního ventilu VICI a) SD, b) SC, c) SF, d) STF [22]

Ventil s mrtvým koncem (Dead-end SD)

Tento ventil vybírá jeden ze vstupů na výstup a ostatní jsou uzavřeny, viz Obrázek 1.24 a). Tento druh je vhodný při práci s nebezpečnými plyny, jelikož nevybrané vstupy jsou uzavřeny. Nevýhodou je zastavení průtoku, a tedy problém s regulací (nestabilitou nastavení) při výběru jiného plynu vzhledem k nutnosti ustálení hodnoty regulátoru po sepnutí. [22]

Ventil se společným výstupem (Common Outlet SC)

U tohoto typu jsou spojeny nevybrané vstupy do společného výstupu, viz Obrázek 1.24 b). Výhodou je nepřerušování toku plynů a tím jednodušší regulace průtoku. Oproti ventilu s mrtvým koncem nastává problém se společným výstupem, kdy dochází k míšení plynů. Toto není vhodné v případě nebezpečných a hořlavých látek nebo v případě požadavku na zpětný odběr vzácných plynů. [22]

Průtočný ventil (Flow-Through SF)

Tento typ vybírá jeden vstup na vybraný výstup a ostatní jsou odvedeny do vlastních výstupů, viz Obrázek 1.24 c). Oproti ventilu se společným výstupem tento typ odvádí nevybrané vstupy do vlastních výstupů a nehrozí tak vznik nebezpečné směsi. Lze ho použít také pro zpětný odběr vzácných plynů. Zaslepením jednotlivých nepoužívaných výstupů lze ventil provozovat v režimu obdobného ventilu s mrtvým koncem. Nevýhodou je složitější konstrukce. [22]

Průtočný ventil se vstupem (Trapping/Flow-Through STF)

Jedná se o upravenou variantu Průtočného ventilu. Oproti verzi SF má společný čistící vstup, který je přiveden na výstup vybraného vstupu, viz Obrázek 1.24 d). Tento vstup může sloužit pro čištění výstupu nebo pro zajištění minimálního průtoku. Toto uspořádání umožňuje vhodnou kombinací propojení vytvořit jakýkoliv předchozí typ. [22]

1.2.6 Řízení a sběr dat

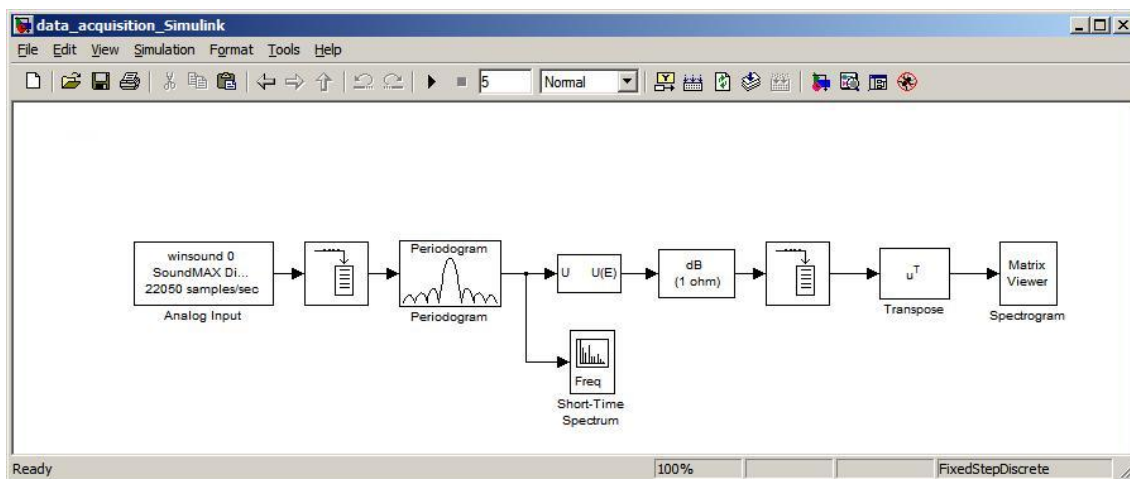
Řízení systému musí zajistit několik základních funkcí. Jedná se především o regulaci průtoků plynů, řízení selekčního ventilu a odečítání naměřených dat testovací části. Mezi volitelné funkce lze zařadit kontrolu a ovládání hlavního ventilu vstupních plynů, řízení vlhkosti, teploty nebo řízení testovací části. [1] [2]

Pro řízení systému se nejčastěji využívá mikrokontrolér, PLC nebo PC s patřičným softwarovým a hardwarovým vybavením. PC je pro řízení využíván z důvodu jednodušší rozšiřitelnosti a možnosti jednoduchého programování ve zvoleném programovém vybavení. Další možností je využití jednoúčelového zařízení řízeného výkonným mikrokontrolérem nebo PLC. Tato možnost se ale téměř nevyužívá z důvodu jednoúčelovosti a obtížnějšího přeprogramování v případě obměny části systému. [1] [23]

Řízení běhu využívá programy, které umožňují připojení a ovládání periférií připojených k PC buď přímo nebo pomocí převodníků. Mezi nejběžnější lze zařadit MATLAB s nadstavbou Simulink nebo LabVIEW. [24] [25]

MATLAB se Simulink

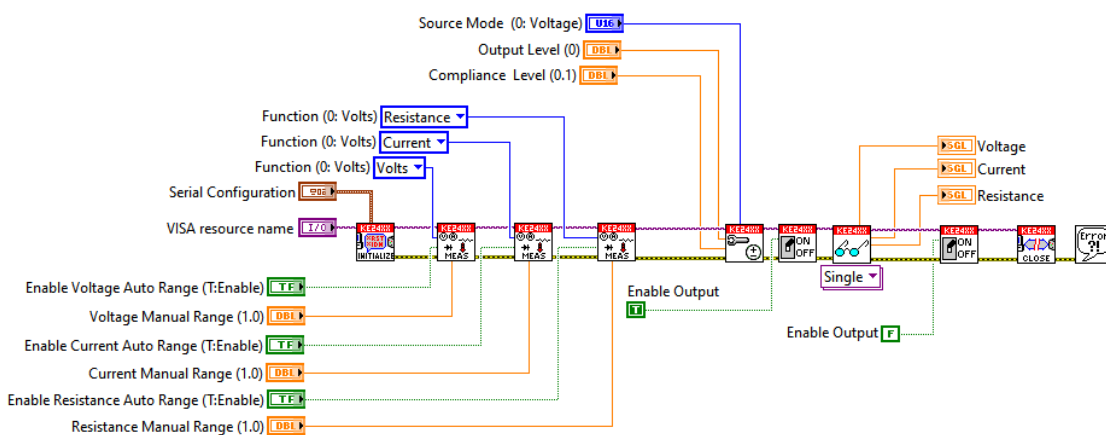
Program MATLAB (příklad na obrázku 1.25) se řadí mezi nejpoužívanější skriptovací programy s vlastním jazykem vyvinutým firmou The MathWorks. Její grafická nadstavba Simulink slouží pro grafický návrh programu, připojení a řízení externích periférií, případně simulaci programu. Tato možnost umožňuje otestování programu bez stavby prototypu. Simulink umožňuje řízení a čtení periférií, zpracování signálu v reálném čase a možnost čtení a zápisu do souboru pro načtení konfigurace a uložení dat. Nevýhodou tohoto SW jsou náročnější požadavky na výkon počítače, konkrétně čtyřjádrový procesor, 8 GB paměť RAM a grafickou kartu s alespoň 1 GB pamětí. [25]



Obrázek 1.25 Příklad programu v Simulink [25]

LabVIEW

Program LabVIEW (příklad na obrázku 1.26) je jeden z nejpoužívanějších grafických programů pro řízení a čtení periferií vyvinutý firmou National Instruments. LabVIEW slouží pro grafický návrh programu včetně řízení a čtení periferií s širokou základnou podporovaných protokolů a zařízení. Program je rozdělen do dvou částí, hlavní panel s ovládacími a zobrazovacími prvky a vlastní program s grafickým návrhem běhu. Její komponenta MAS (Measurement & Automation Explorer) umožňuje jednoduché připojení a integraci externích periferií s různým typem komunikace. Výhodou oproti Simulink je integrace většiny periferií od firmy National Instruments s možností stažení většiny ovladačů ostatních výrobců. Další výhodou je nižší HW náročnost na výkon PC, konkrétně dvoujádrový procesor, 1 GB paměť RAM a grafickou kartu s alespoň 256 MB paměti. Oproti Simulinku ale neobsahuje simulátor, ale pouze nadstavbu Multisim vhodnou k simulaci elektronických obvodů, která však není vhodná pro simulaci externích periferií a nedosahuje vlastností simulátoru Simulink. [24]



Obrázek 1.26 Příklad programu v LabVIEW [26]

Komunikace mezi komponenty a řídicím PC využívá nejčastěji standardizované rozhraní. Mezi nejpoužívanější lze zařadit rozhraní RS-232, RS-485, USB nebo GPIB. [23]

RS-232

Jedno z nejrozšířenějších drátových rozhraní používané zejména pro řídicí aplikace. Komunikace probíhá pomocí tří vodičového vedení (Tx, Rx a GND). Reprezentace signálu je pomocí napěťových úrovní. Logické nule odpovídá 5 až 15 V a logické jedničky -5 až -15 V. Dosah tohoto rozhraní je limitován maximální hodnotou kapacity vedení 2500 pF. Tato hodnota odpovídá cca 20 m vedení. RS-232 lze využít pro komunikaci typu point to point (jeden vysílač a jeden přijímač). [23]

RS-485

RS-485 vychází z RS-422, které se pro řízení a komunikaci na krátké vzdálenosti příliš nevyužívá. Pro přenos využívá diferenční napětí a kroucenou dvoulinku. Dosahuje vyšších přenosových rychlostí a délky přenosové linky oproti RS-232. Na rozdíl od RS-232 využívá komunikaci typu multipoint (více vysílačů a více přijímačů). Maximální počet zařízení je omezen na 32 vlivem vstupních impedancí přijímačů. Většina výrobců vyvíjí vlastní sběrnice na standardu RS-485, například FLOW-BUS. [23] [27]

USB (Universal Serial Bus)

Nejrozšířenější drátové rozhraní, které nahradilo RS-232. Jedná se o standardní rozhraní téměř všech počítačů s velmi vysokou rychlostí přenosu a možností připojení plug-and-play, tedy připojení při zapnutém zařízení. Pro přenos využívá diferenční napětí 0 a 5 V a kroucenou dvoulinku. Toto rozhraní dosahuje maximální délky linky okolo 20 m, tedy podobně jako standard RS-232. S využitím expandérů lze vzdálenost prodloužit až na 100 m. Jedná se o sběrnici typu Master-Slave, tedy jedno řídicí zařízení (většinou PC) a více řízených zařízení. Pro připojení více Slave zařízení je nutné využít tzv. HUB neboli rozbočovač. Maximální počet zařízení je omezen na 127 + 7 HUB. [23] [28]

GPB (General Purpose Interface Bus)

Velmi rozšířené rozhraní pro komunikaci s měřicími komponenty zajišťující dostatečnou přenosovou rychlost. Pro komunikaci využívá inverzní TTL logiku s napětíovou úrovní 0 až 0,8 V pro logickou jedničku a více než 2 V pro logickou nulu. Sběrnice obsahuje 24 vodičové vedení z nichž je 8 datových, 8 zemních, 5 pro jednoduché zprávy a 3 řídicí. Na sběrnici lze připojit až 15 zařízení (1 řídicí PC a 14 přístrojů) s maximální vzdáleností celé sběrnice 20 metrů. Pro použití této sběrnice je nutné využít speciální měřicí karty, případně převodníky, jelikož se nejedná o standardní vybavení PC. [23] [29]

1.3 Příklady existujících systémů pro charakterizaci plynů

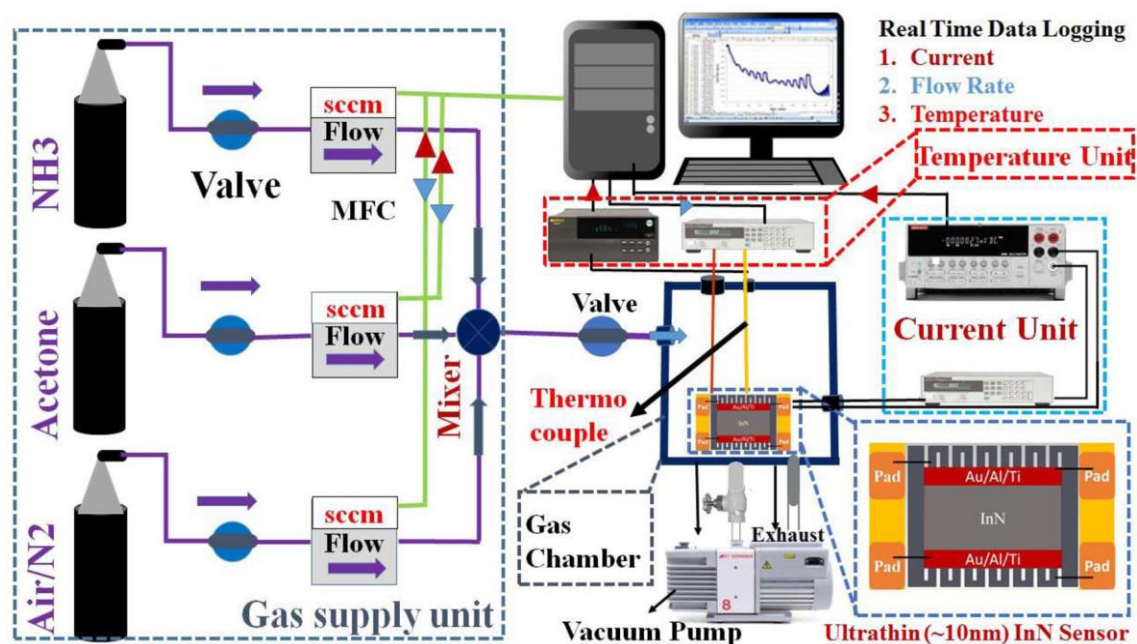
Tato část práce se zabývá stávající problematikou systémů pro charakterizaci plynů. Jedná se o analýzu současných řešení, ať komerčních nebo výzkumných vyvinutých na univerzitách.

V práci je kriticky zhodnoceno uspořádání a navržení systému, ačkoli pro daný typ aplikace systém plně dostačuje. Jedná se především o možnost nastavování a přípravu směsí, navržení testovací komory včetně řízení teploty komory a řešení řízení systému.

1.3.1 Systém navržený na Národní Univerzitě Tsing Hua v Taiwanu

Systém navržený Národní Univerzitou Tsing Hua (National Tsing Hua University, Hsinchu) v roce 2018 slouží pro testování vodivostních senzorů na bázi nitridu india. [1]

Schéma systému je uvedeno na obrázku 1.27. Systém se skládá ze vstupní části pro regulaci plynů pomocí hmotnostních tepelných průtokoměrů MFC 2179A a přípravu směsi směšovačem. Následuje testovací komora s možností nastavení požadované teploty pomocí nastavitelného laboratorního zdroje s termočlánkem typu K. Naměřená data jsou z multimetru přivedena do řídicího počítače. Připojení průtokoměrů k PC zajišťuje sériové rozhraní RS-232. Multimetr a napájecí zdroj jsou připojeny k PC pomocí GPIB rozhraní. Odvádění plynu z komory zajišťuje vakuová pumpa. [1]



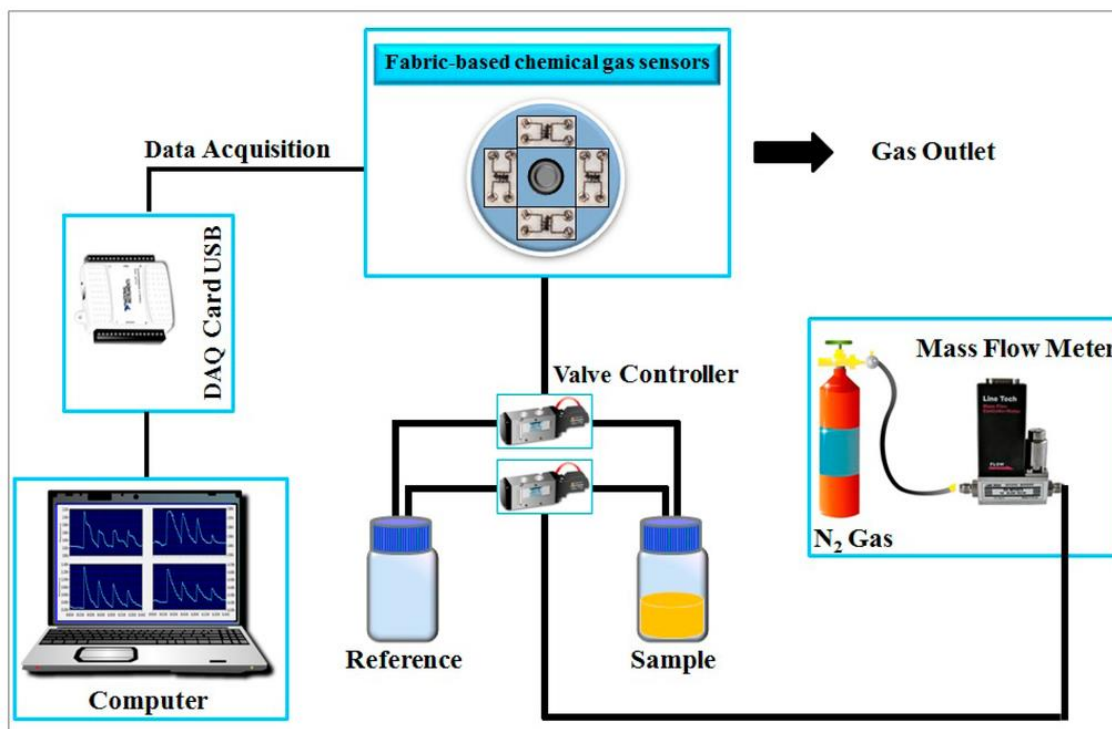
Obrázek 1.27 Schéma systému pro testování InN senzorů plynů [1]

Mezi výhody tohoto uspořádání lze uvést jednoduché řízení bez plynového ventilu pro přepínání směsí a nucený odvod testovací směsi z testovací komory. Nevýhodou tohoto uspořádání je nemožnost přepínání mezi více plyny, testovací směs lze změnit pouze úpravou průtoků. Další nevýhodou je možnost pouze zvyšovat teplotu komory pomocí topného elementu a tím nemožnost testovat senzory při teplotě nižší než okolní. Poslední nevýhodou je měření pomocí konstantního zdroje napětí přivedeného na vodivostní senzor a měření celkového proudu. [1]

1.3.2 Systém navržený na Univerzitě Mahidol

Systém vyvinutý Univerzitou Mahidol (Mahidol University, Bangkok) v roce 2014 slouží pro testování a charakterizaci elektrochemických senzorů pro náhradu čichového smyslu. [3]

Schéma systému je uvedeno na obrázku 1.28. Systém se opět skládá ze vstupní části pro regulaci plynů pomocí hmotnostních tepelných průtokoměrů. Následují solenoidové ventily pro přepínání mezi testovanou směsí nebo referenčním plynem, který slouží i jako proplach komory. Za ventily je připojena testovací komora s chemickým senzorem. Data ze senzorů jsou měřena pomocí DAQ (Data Acquisition) USB převodníku a poslána do počítače. Řízení zajišťuje počítač s programem v softwaru LabVIEW. [3]



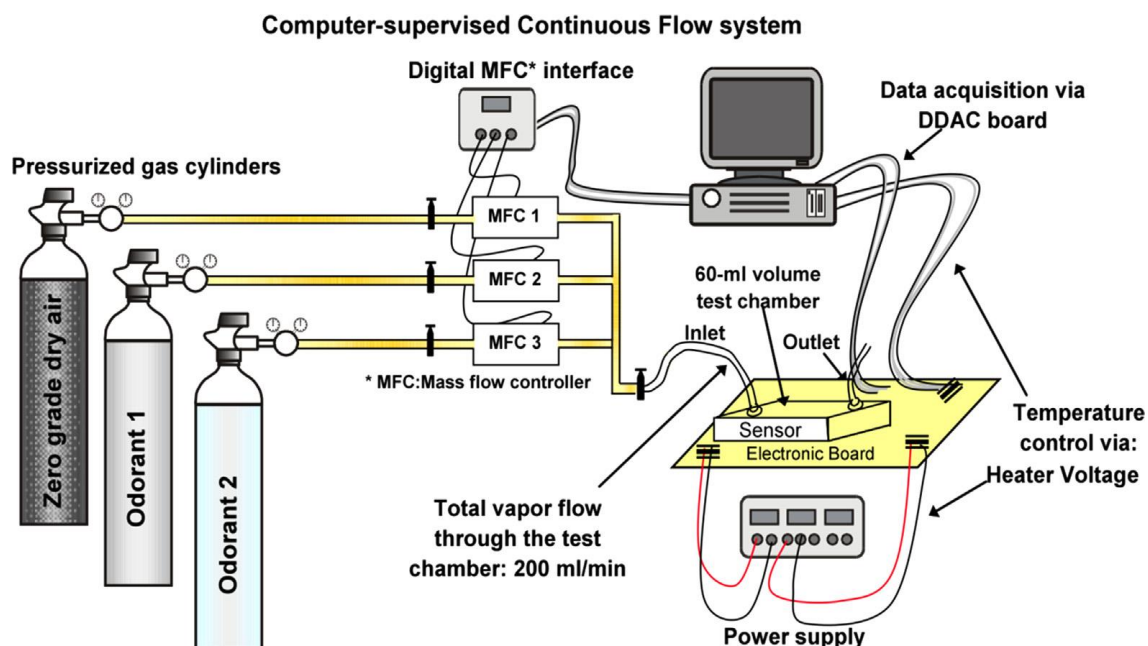
Obrázek 1.28 Schéma systému pro testování chemických senzorů [3]

Hlavní výhodou tohoto uspořádání je možnost přepínání mezi testovací směsí a referenčním plynem. Mezi nevýhody lze zařadit nemožnost nastavování teploty komory, nutnost proplachovat komoru z důvodu samovolného výstupu plynu z testovací komory a měření odporu pomocí konstantního zdroje napětí. [3]

1.3.3 Systém navržený na Kalifornské Univerzitě

Systém navržený Kalifornskou Univerzitou (University of California, San Diego) v roce 2014 slouží pro testování elektrochemických plynových senzorů. [15]

Schéma systému je uvedeno na obrázku 1.29. Systém je podobný popsanému návrhu pocházejícího z Národní Univerzity Tsing Hua. Skládá se ze vstupní části s MFC průtokoměry pro regulaci průtoků. Směs je následně turbulentně smíchána pomocí T-spojky. Výsledná směs je přivedena k testovací komoře. Komora je vytápěna topným elementem s konstantním napětím 5 V. Měření zajišťuje PC s DDAC (dedikovaná digitálně – analogová karta). PC měří hodnotu plynového senzoru a aktuální teplotu testovací komory. [15]



Obrázek 1.29 Schéma systému pro testování chemických senzorů [15]

Hlavní výhodou tohoto systému je malá testovací komora 60 ml. Díky malým rozměrům dochází k rychlejší odezvě senzoru na změnu směsi. Nevýhodou je napájení topného elementu konstantním napětím a tím nemožnost nastavování teploty komory. Další nevýhodou je absence prepínacího ventilu. Testovací směs lze změnit pouze úpravou průtoků. [15]

1.3.4 Komerční systém od firmy Kenosistec

Systém GST (Gas Sensor Test) na obrázku 1.30 vyvinutý firmou Kenosistec Srl v Itálii slouží pro testování a charakterizaci plynových senzorů nebo kompletních zařízení. [30]



Obrázek 1.30 Komerční systém pro testování senzorů plynů od firmy Kenosistec [30]

1. Teoretický rozbor, Příklady existujících systémů pro charakterizaci plynů

Uspořádání systému je uvedeno na obrázku 1.31. Systém se skládá ze vstupních průtokoměrů, směšovače, hmotnostního spektrometru, testovací komory, odvodu odpadních plynů a řízení. Zřízení dosahuje vysoké přesnosti a reprodukovatelnosti. Systém umožňuje nastavení směsi s koncentrací až 10 ppb, vlhkostí 0 až 95 % a teplotou 5 až 45 °C. Systém monitoruje aktuální koncentraci, průtok, tlak, teplotu a vlhkost. [30]



Obrázek 1.31 Vnitřní zapojení systému od firmy Kenosistec [30]

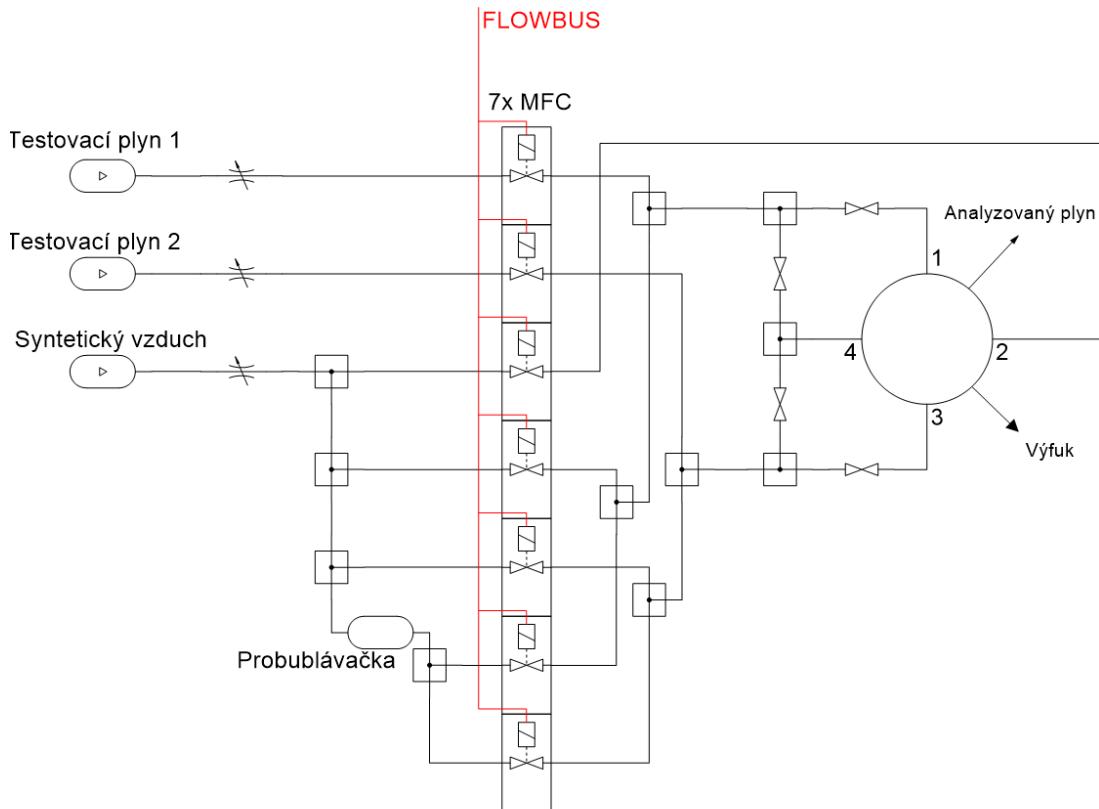
Výhodou komerčního systému je reprodukovatelnost výroby systému a univerzálnost pro různé typy senzorů, případně zařízení. Mezi další výhody lze zařadit vysokou přesnost a reprodukovatelnost měření i na různých systémech. Největší nevýhodou tohoto systému je vysoká cena v řádu miliónů korun z důvodu univerzálnosti a možné nevhodné uspořádání pro konkrétní aplikace. Další nevýhodou jsou velké rozměry systému, a tedy horší možnost instalace na specializované pracoviště. [30]

2. Návrh systému

V rámci této diplomové práce byl navržen a realizován systém pro charakterizaci plynů na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky. Testovací systém slouží pro nastavování koncentrace a mícháním plynů. Lze ji použít jak pro detekci a charakterizaci plynů, tak pro testování senzorů plynů. Skládá se z řídicí a testovací části systému.

2.1 Návrh řídicí části systému

Schéma řídicí části je zobrazeno na obrázku 2.1. Na vstupu jsou dva testovací plyny a nosný plyn pro proplachování komory a řízení koncentrace testovacích plynů.



Obrázek 2.1 Schéma řídicí části systému v programu FluidDraw

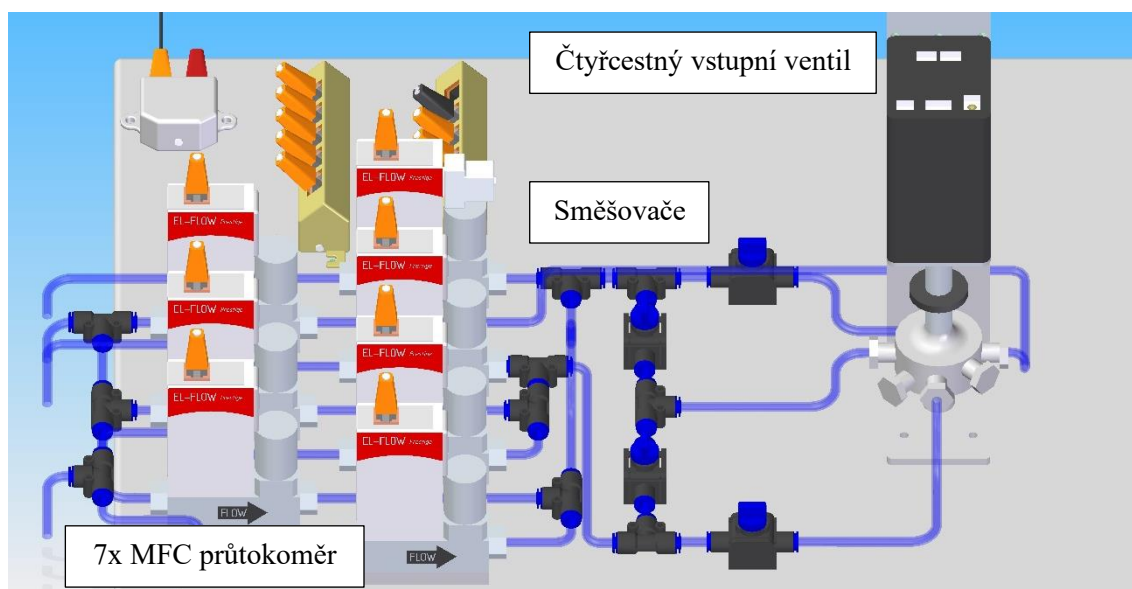
Průtok plynů řídí 7 průtokoměrů EL-FLOW Prestige FG-201CV od firmy Bronkhorst. Jedná se o teplotní hmotnostní průtokoměry pracující na principu ochlazování topného elementu průtokem tekutiny. Pro komunikaci s řídicím PC slouží sběrnice FLOWBUS, která je založena na RS-485. Sběrnice současně zajišťuje napájení průtokoměrů. [20] [27]

První dva průtokoměry slouží k řízení průtoku testovacích plynů. Další řídí průtok proplachovacího nosného plynu pro čištění testovací komory. Následující dva slouží k řízení průtoku nosného plynu pro řízení koncentrace testovacích plynů. Poslední dva nastavují průtok pro řízení vlhkosti testovacích plynů pomocí 100 % vlhkosti nosného plynu.

Po průtokoměrech následuje soustava ventilů a T-článkových směšovačů pro smíchání plynů a přivedení na vstupy ventilu. Pro směšování bylo zvoleno jednoduché turbulentní směšování, které je pro dané průtoky dostatečné. Pomocí směšovačů dochází k vytvoření směsi

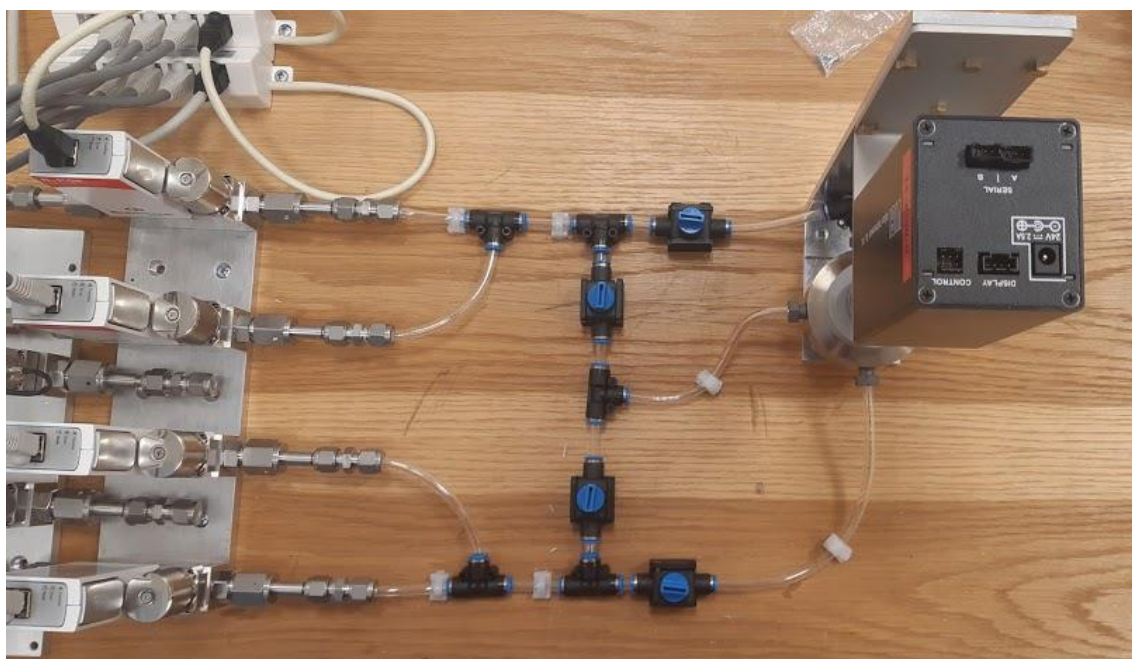
prvního testovacího plynu a nosného včetně vlhkosti, druhého testovacího plynu a nosného včetně vlhkosti a směs obou testovacích plynů včetně koncentrace a vlhkosti.

Pro výběr testovací směsi slouží čtyřcestný ventil Valco EUTA-4VLSC4MWE2 od firmy Valco Instruments. Jedná se o ventil se čtyřmi vstupy a dvěma výstupy (Ventil se společným výstupem Common Outlet). Tento ventil byl zvolen z důvodu možnosti udržování konstantních průtoků u všech plynů. Komunikace mezi řídicím PC a ventilem je realizována pomocí sběrnice RS-232 a textových Seriól Commands příkazů. Napájení ventilu zajišťuje napájecí zdroj dodaný k ventilu.

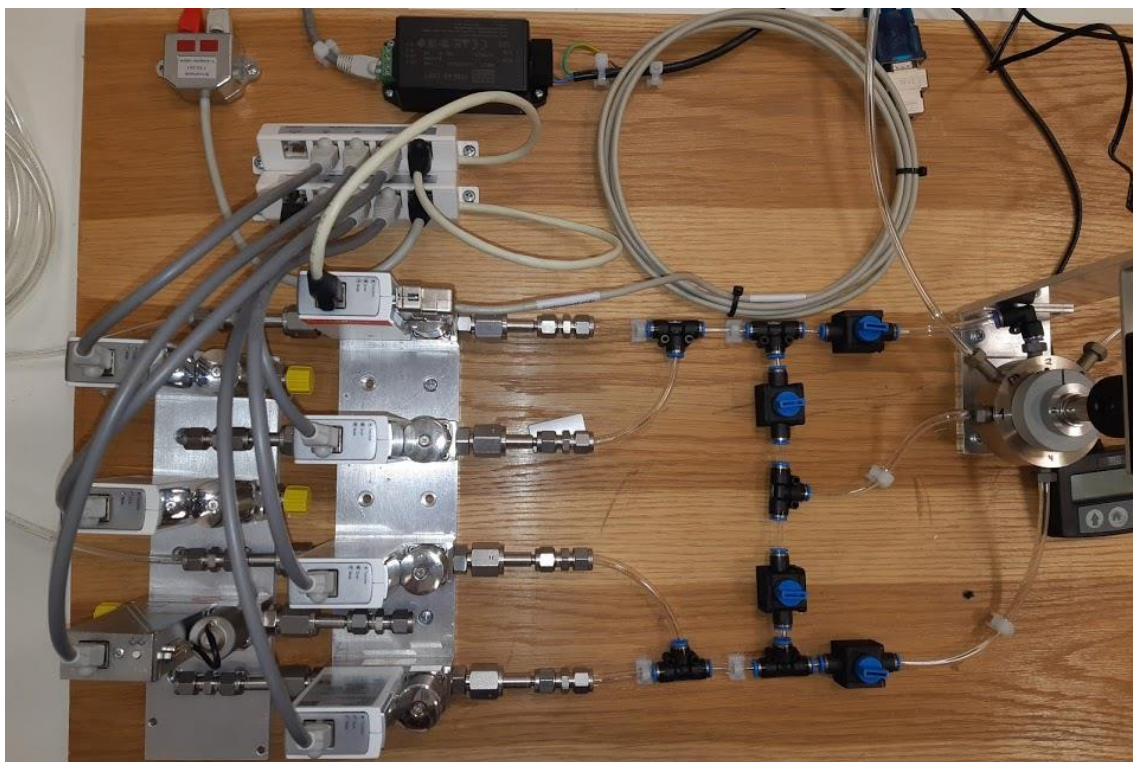


Obrázek 2.2 3D návrh rozložení Řídicí části systému v programu SolidEdge

Na základě návrhu systému v CAD programu na obrázku 2.2 byla realizována sestava se shodným rozmístěním prvků uvedených na obrázcích 2.3 a 2.4.



Obrázek 2.3 Fotografie selekčního ventilu a směšovačů Řídicí části systému

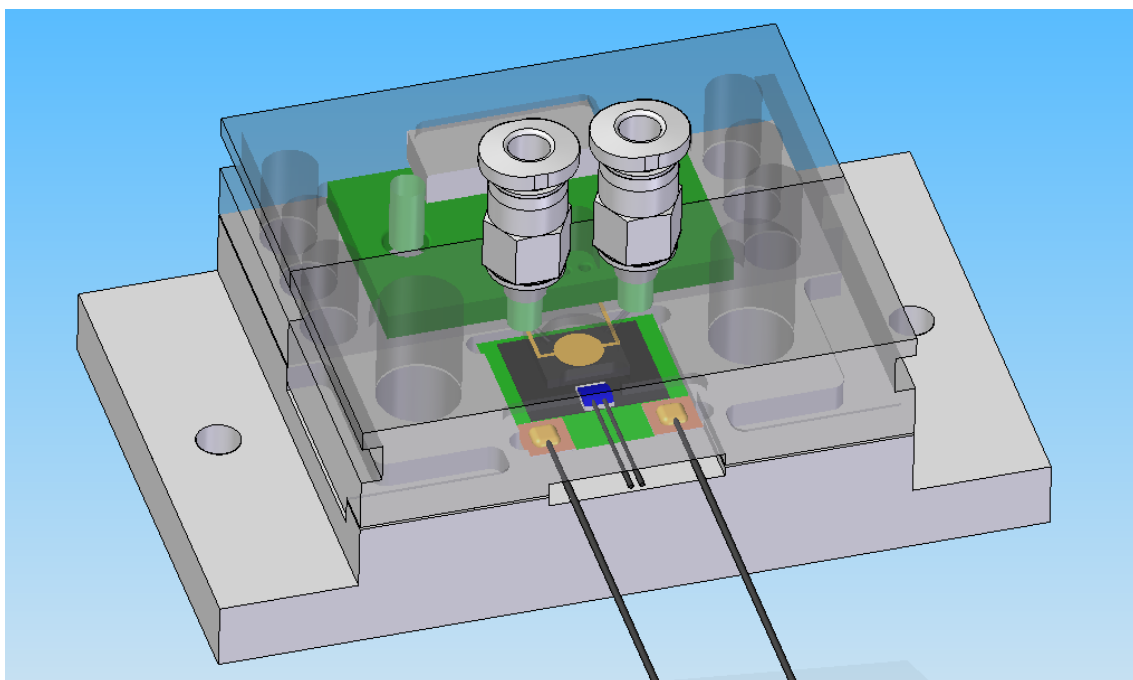


Obrázek 2.4 Fotografie průtokoměrů včetně propojení FLOWBUS Řídící části systému

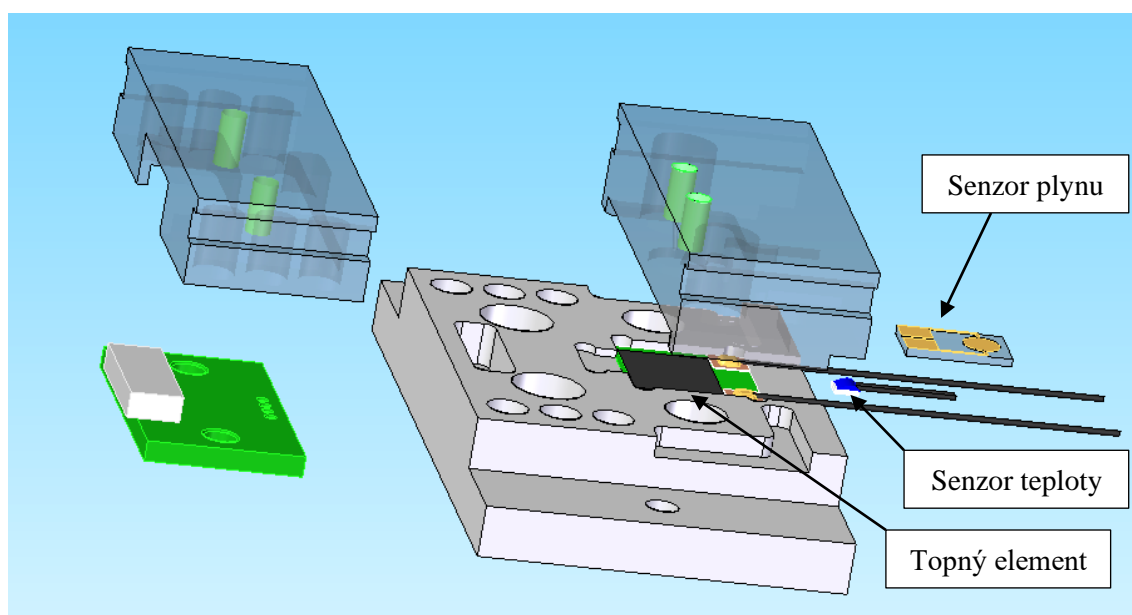
2.2 Návrh testovací části systému

Pro detekci a charakterizaci senzorů byl primárně zvolen vodivostní interdigitální senzor pracující s oxidačními nebo redukčními vlastnostmi plynů. Pro tento typ senzorů a daný typ aplikace je vhodná malá testovací komora s přístupem plynné směsi pouze k aktivní části senzoru.

2.2.1 Testovací komora



Obrázek 2.5 3D návrh testovací komory pro interdigitální senzory

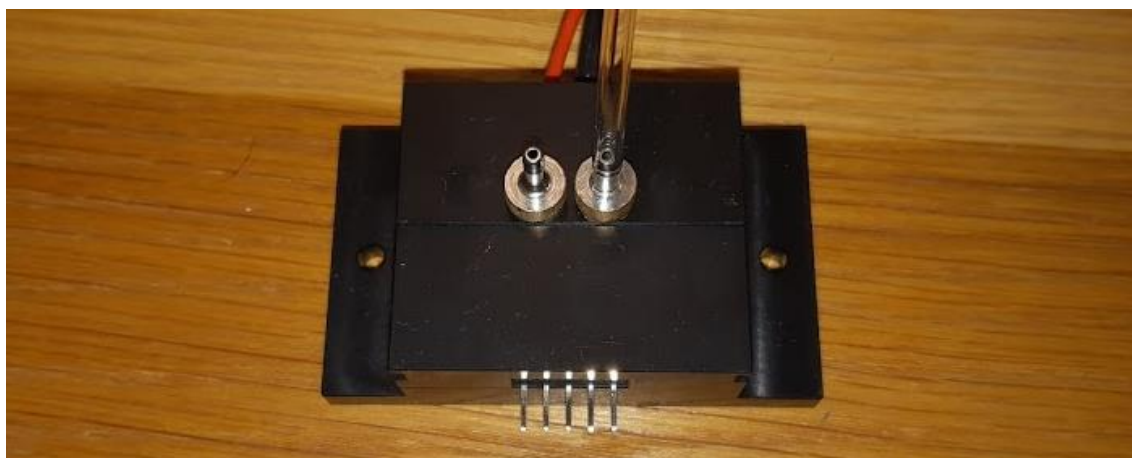


Obrázek 2.6 3D návrh testovací komory pro interdigitální senzory

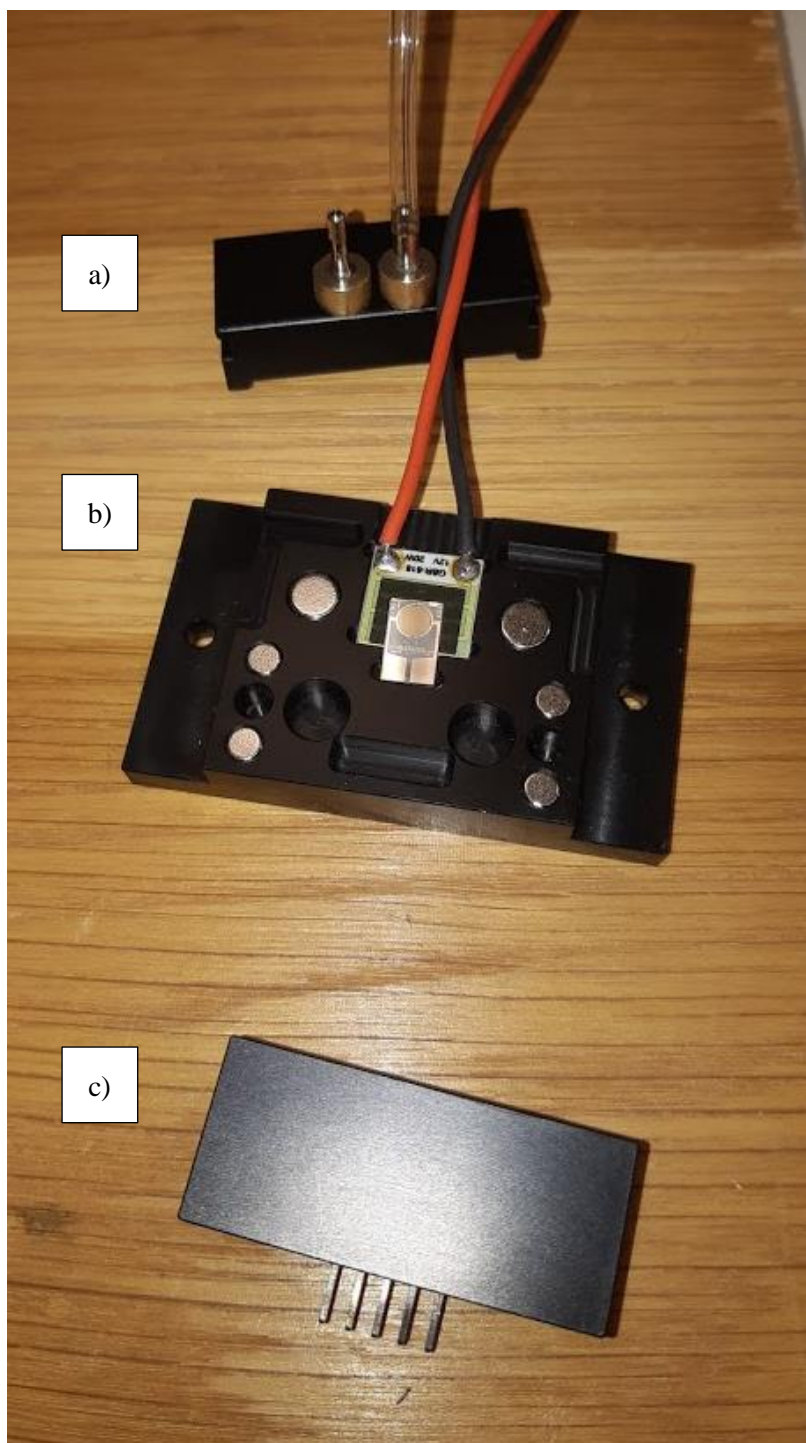
Na obrázcích 2.5 a 2.6 je zobrazen 3D návrh testovací komory. Výkresy komory jsou uvedeny v příloze. Návrh se skládá ze základny, vrchní zadní části pro uchycení DPS s měřicími kontakty, přední vrchní části umožňující připojení hadiček pro testovací směs s testovací komůrkou nad citlivou částí senzoru a sestavou pro regulaci teploty, která se skládá z topného elementu a senzoru teploty Pt1000.

Jednotlivé části komory jsou centrovány a přichyceny pomocí neodymových magnetů a výřezů v jednotlivých dílech. Tento způsob umožňuje rychlou demontáž a snadné složení v případě výměny senzoru. Další výhodou je delší životnost komory oproti šroubovému spoji, který může být častým používáním poškozen.

Pro měření parametrů plynového senzoru jsou použité pružné kontakty připájené k DPS. Signály jsou vyvedeny z testovací komory kolíkovou lištou. Tato konfigurace umožňuje čtyřsvorkové měření odporu. Pro regulaci teploty je použit topný element, který vyhřívá celou komoru včetně senzoru do maximální teploty 125 °C. Měření aktuální teploty zajišťuje odporový teploměr Pt1000.



Obrázek 2.7 Fotografie testovací komory pro interdigitální senzory



Obrázek 2.8 Fotografie rozebrané testovací komory pro interdigitální senzory

Na obrázku 2.8 je demontovaná komora včetně senzoru a topného elementu. Vrchní část, obrázek 2.8 a) slouží pro připojení hadiček s testovaným plynem. Tato část obsahuje kanálky pro přivedení plynu do testovací komory nad aktivní částí senzoru. Základna, obrázek 2.8 b), umožňuje montáž komory včetně umístění senzoru na správné místo a vycentrování vrchních částí. Pod senzorem se nachází topný element, který reguluje teplotu pro lepší charakterizaci, citlivost i regeneraci senzorů. Ve spodní části obrázku 2.8 c) je vrchní část pro uchycení DPS s měřicími pružnými kontakty a výstupní kolíkovou lištou pro připojení kontaktů měřícího přístroje.

2.2.2 Měřicí přístroje

Správnou funkčnost a komunikaci s PC zajišťují tři přístroje, dva Ohm-metry a jeden programovatelný zdroj. První Ohm-metr slouží pro měření vodivostního senzoru, druhý měří aktuální teplotu komory. Programovatelný zdroj napájí topný element.

První měřicí přístroj pro měření senzoru je SourceMeter Keithley 2400 (obrázek 2.9). Tento přístroj umožňuje měřit odpor pomocí manuálně nastavitelného zdroje (proudový i napěťový) a přesného měření napětí nebo proudu. Výhodou tohoto přístroje je vysoká přesnost (tolerance $\pm 0,012\%$) a přesné manuální nastavení pracovního napětí a proudu. Z tohoto důvodu nedojde k poškození nebo zničení aktivní vrstvy senzoru. Připojení k PC zajišťuje GPIB sběrnice a převodník na USB. [31]



Obrázek 2.9 Měřicí přístroj Keithley 2400

Druhý měřicí přístroj multimetr GwINSTEK GDM-8255A (obrázek 2.10) slouží pro regulaci teploty komory pomocí měření odporu platinového odporového senzoru teploty. Oproti předchozímu typu neumožňuje zvolit způsob měření odporu (konstantní proud / napětí). Tento přístroj využívá pro komunikaci s PC USB připojení. [16]



Obrázek 2.10 Měřicí přístroj GwINSTEK GDM-8255A

2. Návrh systému, Návrh programového vybavení systému

Poslední přístroj je programovatelný zdroj Tektronix PWS4602 (obrázek 2.11). Výstupní napětí lze regulovat od 0 do 60 V s přesností 1mV. Předností tohoto zdroje je programovatelné proudové omezení s rozsahem 0 až 2,5 A. Tímto zdrojem je regulována teplota testovací komory. Tento laboratorní zdroj je možné ovládat pomocí klávesnice nebo z PC přes USB rozhraní. [26]



Obrázek 2.11 Programovatelný zdroj Tektronix PWS4602

2.3 Návrh programového vybavení systému

Řízení systému zajišťuje PC s obslužným programem v softwaru LabVIEW, který byl vybrán z důvodu jednoduché obsluhy a možnosti připojení všech zařízení pomocí LabVIEW MAX (Measurement & Automation Explorer). Program se dělí na dvě části, ovládací část Front Panel a vlastní program Block Diagram.

2.3.1 Ovládací část programu

Ovládací panel obsahuje dvě části, řídicí a měřicí. Celý panel je uveden v příloze.

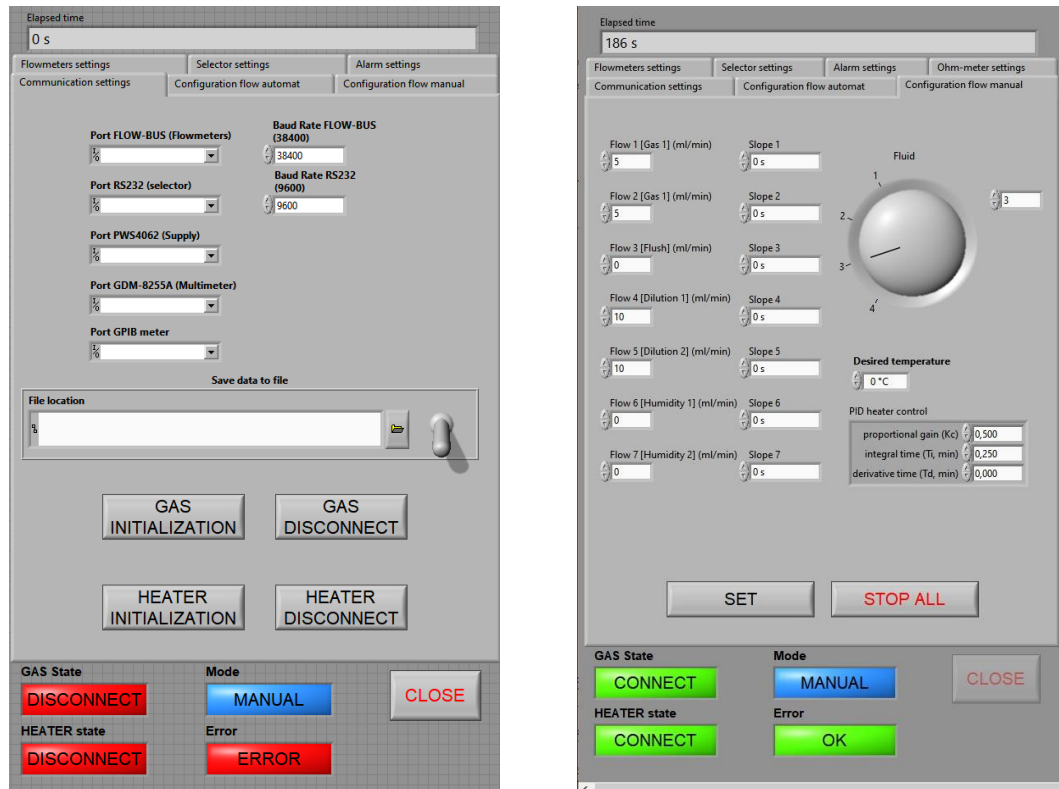
Řídicí část

Řídicí část (obrázek 2.12) slouží pro nastavení a ovládání komunikace mezi PC a systémem, pro řízení průtokoměrů a ventilu a pro řízení průtoků plynů. Řízení je rozdělené do šesti podprogramů.

První záložka *Communication settings* obsahuje prvky pro nastavení a řízení komunikace a soubor pro ukládání naměřených dat. Druhá záložka *Configuration flow automat* umožňuje automatické řízení pomocí .csv souboru s daty o časech, nastavení průtokoměrů, nastavení ventilu a teplotě. Třetí záložka *Configuration flow manual* slouží pro manuální nastavení systému. Čtvrtá záložka *Flowmeters settings* zobrazuje data o průtokoměrech (Verze firmwaru a Číslo modelu) a umožňuje nastavit typ plynu. Pátá záložka *Selector settings* umožňuje zobrazit data ventilu (Verze a datum aktualizace firmwaru). Poslední šestá záložka *Alarm settings* slouží pro nastavení alarmu v případě, že dojde k poklesu průtoku mimo vymezené limity, například při prázdné láhvi, při uzavření vstupního ventilu a podobně.

V této sekci je také integrováno zobrazení aktuálního času běhu programu počítaného od začátku spuštění. Pod ovládací částí se nachází indikátory aktuálního stavu komunikace, módu nastavování parametrů (manuální nebo automatické) a chyby programu (např. při komunikaci).

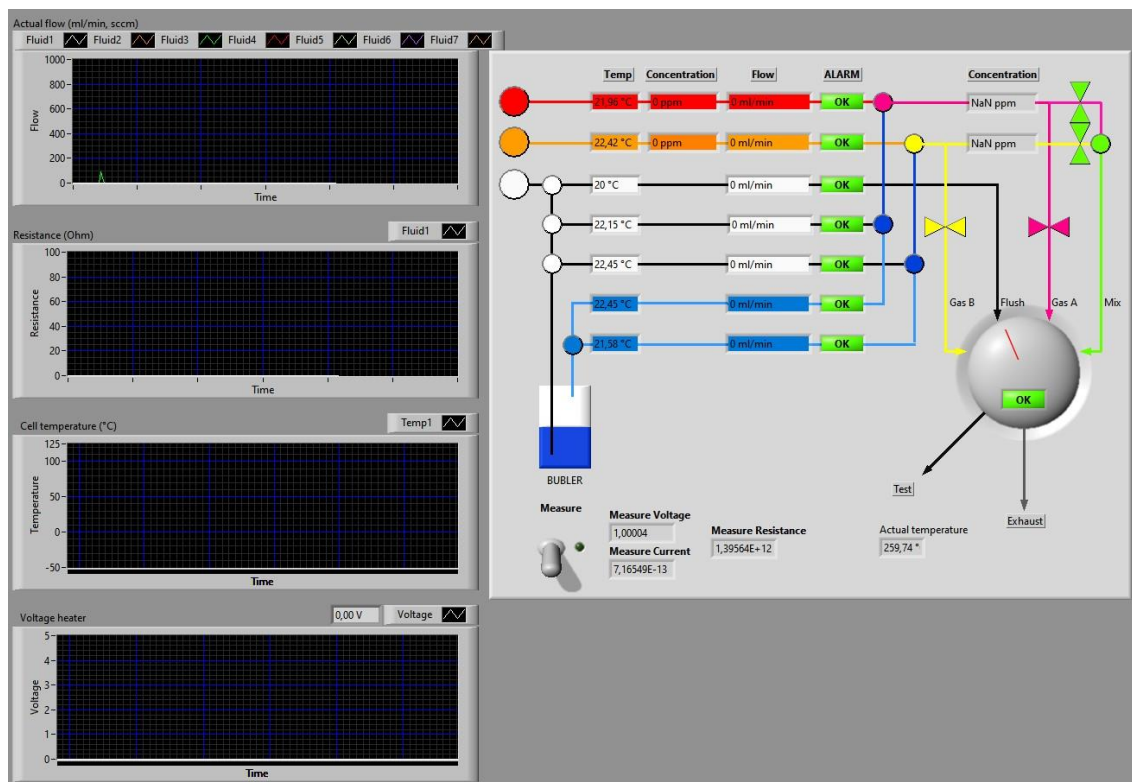
2. Návrh systému, Návrh programového vybavení systému



Obrázek 2.12 Řídicí část ovládacího panelu

Měřicí část

Měřicí část (obrázek 2.13) má za úkol zobrazovat naměřené hodnoty včetně grafického znázornění měřicího systému.



Obrázek 2.13 Měřicí část ovládacího panelu

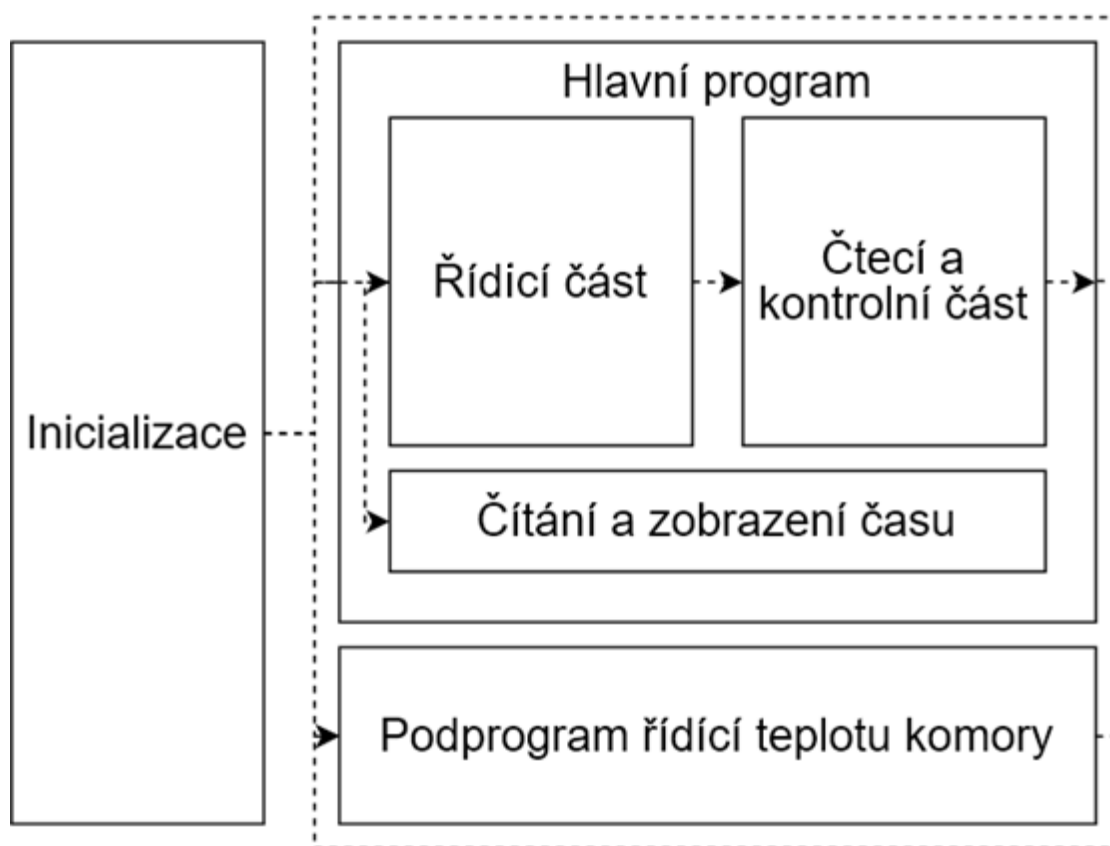
2. Návrh systému, Návrh programového vybavení systému

V levé části obrázku 2.13 se zobrazují časové grafy změřených hodnot. V prvním grafu jsou průběhy průtoků jednotlivých průtokoměrů v scem. Druhý graf zobrazuje změřený odpor interdigitálního senzoru. Poslední dva grafy slouží pro záznam průběhu regulace teploty, kde třetí graf ukazuje průběh teploty komory a čtvrtý zobrazuje napětí topného elementu.

V pravé části je grafické znázornění měřicího systému včetně aktuálních změřených hodnot. Vlevo jsou zobrazeny aktuální průtoky plynů, jejich aktuální teplota a výstup z alarmů. V pravé části je graficky naznačena poloha ventilu a vybrané testovací směsi. Dole jsou uvedeny změřené hodnoty interdigitálního senzoru, napětí, proud a odpor.

2.3.2 Programová část programu

Programová část slouží k řízení běhu programu, čtení a nastavování ovládacích a indikačních prvků ovládací části programu, řízení a čtení externích periférií a ukládání naměřených dat pro pozdější zpracování.



Obrázek 2.14 Blokový diagram programu

Na obrázku 2.14 jsou blokově znázorněny jednotlivé části programu. Jedná se o počáteční inicializaci, podprogram pro řízení teploty komory a hlavní část skládající se z řídicí, čtecí + kontrolní a časové části.

Inicializace

Před spuštěním hlavního programu je nutná počáteční inicializace jednotlivých proměnných, indikátorů, ovládacích prvků a přístrojů. Po správné inicializaci systému a přístrojů dojde k umožnění přístupu do dalších částí programu.

Hlavní program

Hlavní program slouží k zajištění řízení systému a čtení dat z přístrojů. Skládá se z řídicí části sloužící pro řízení jednotlivých periférií systému, z kontrolní části, která kontroluje nastavení komponent dle programu a čte data z testovaného senzoru, a z časové části.

Řídicí část odpovídá podprogramům z ovládací části programu, viz Řídicí část. Obsahuje 7 různých programových smyček programu v závislosti na zvolené záložce. Dále obsahuje část sloužící pro kontrolu bezchybného provozu, která kontroluje vznik chyby při komunikaci nebo při přenosu dat, např. špatným kabelem, jelikož každá periferie odesílá zpět potvrzující sekvenci.

Kontrolní část kontroluje správnost nastavení jednotlivých komponent, viz Měřicí část. Jedná se především o kontrolu průtoku z důvodu možného uzavření přívodu nebo nedostatečného množství plynu v láhvi. Dále se jedná o kontrolu správného nastavení ventilu v jedné ze 4 pozic. Další funkcí je čtení dat ze systému a vykreslení grafu včetně zapsání dat do souboru. Do souboru jsou zapisovány data o čase, odporu testovaného elementu, průtocích a teplotách plynů.

Časová část programu zajišťuje zobrazení uplynulého času od spuštění programu. Dále umožňuje tento čas uložit do výstupního souboru spolu s naměřenými daty.

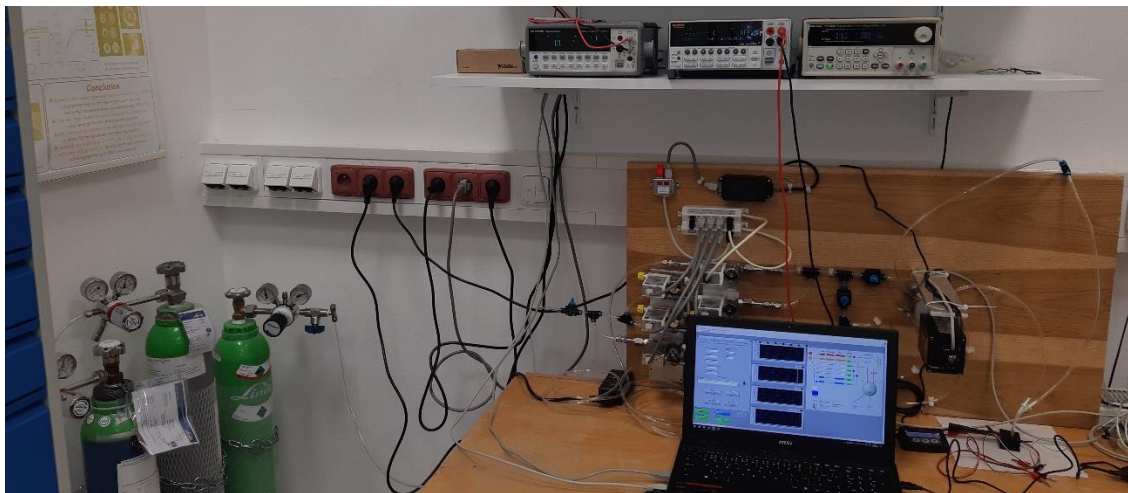
Podprogram pro řízení teploty

Paralelně s hlavním programem běží podprogram pro měření, kontrolu a řízení teploty. Paralelní běh zajišťuje bezproblémové řízení i v případě zastavení hlavní části programu.

Tento program se skládá ze vstupní inicializace komponent (multimetr pro měření čidla teploty a napájecí zdroj pro napájení topného elementu) a vlastního programu pro čtení, vyhodnocení a řízení teploty komory. Napájecí napětí pro topný element zajišťuje PID regulátor z důvodu rychlejší odezvy a rychlejšího ustálení koncové teploty oproti standardní dvoustavové regulaci.

3. Testování

Testování systému (obrázek 3.1) bylo rozděleno do dvou částí. V první části je systém testován známými plyny a komerčními senzory pro ověření funkčnosti celého systému. V druhé části je systém využit pro testování vodivostních interdigitálních senzorů známými plyny.



Obrázek 3.1 Fotografie systému pro detekci a charakterizaci plynů

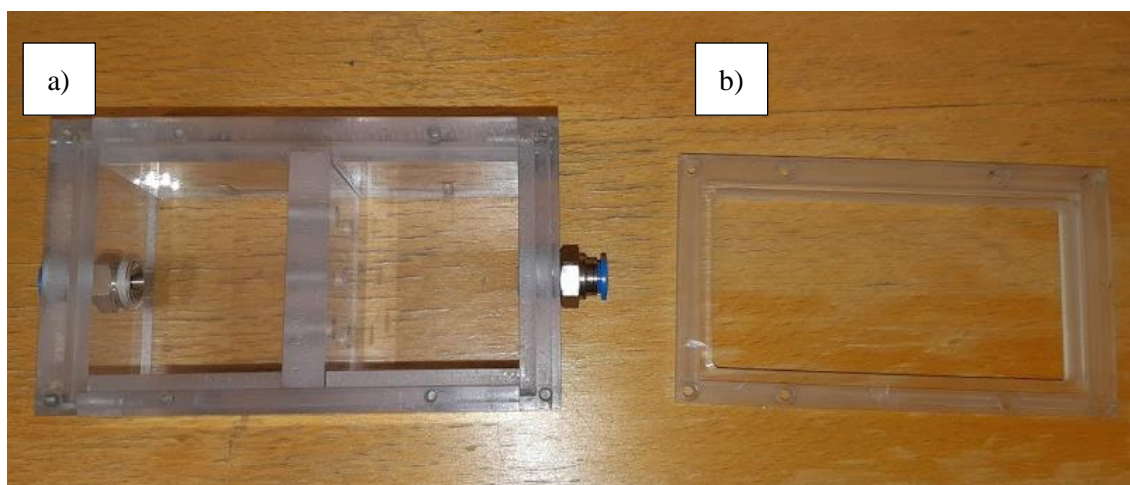
Pro výpočet relativní změny odporu byl použit vzorec (1).

$$\text{Relativní změna } \Delta = ((R_{\text{aktuální}} / R_{\text{ustálené}}) - 1) * 100 (\%) \quad (1)$$

3.1 Testování komerčních senzorů

V této části byly testovány tři komerční senzory, vodivostní senzor TGS 826 pro testování amoniaku NH_3 a elektrochemický senzor DGS-NO2968-043 a pyroelektrický senzor PY2055 pro testování NO_2 . Test byl proveden s použitím známých koncentrací plynů NH_3 a NO_2 .

Komerční senzory byly měřeny ve velké testovací komoře. Tento typ komory umožňuje měření velkých senzorů s různým geometrickým uspořádáním. Komora se skládá ze spodní části (obrázek 3.2 a)) s nástrčnými spojkami pro upevnění hadiček, vrchní DPS s patičkami pro připojení komerčních senzorů a vrchní částí pro upevnění a utěsnění DPS (obrázek 3.2 b)).

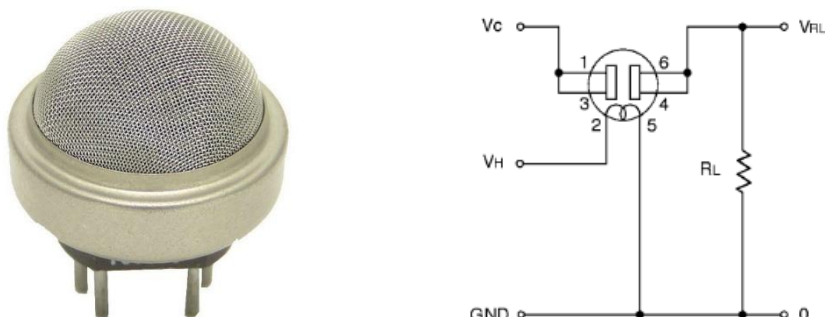


Obrázek 3.2 Fotografie testovací komory pro komerční senzory

3.1.1 Vodivostní senzor Figaro TGS 826

Vodivostní senzor TGS 826 od firmy Figaro je určen pro detekci amoniaku (redukční plyn) s koncentrací 30 až 300 ppm. Dle datasheetu od výrobce aktivní materiál snižuje hodnotu odporu se zvyšující se koncentrací amoniaku. [32]

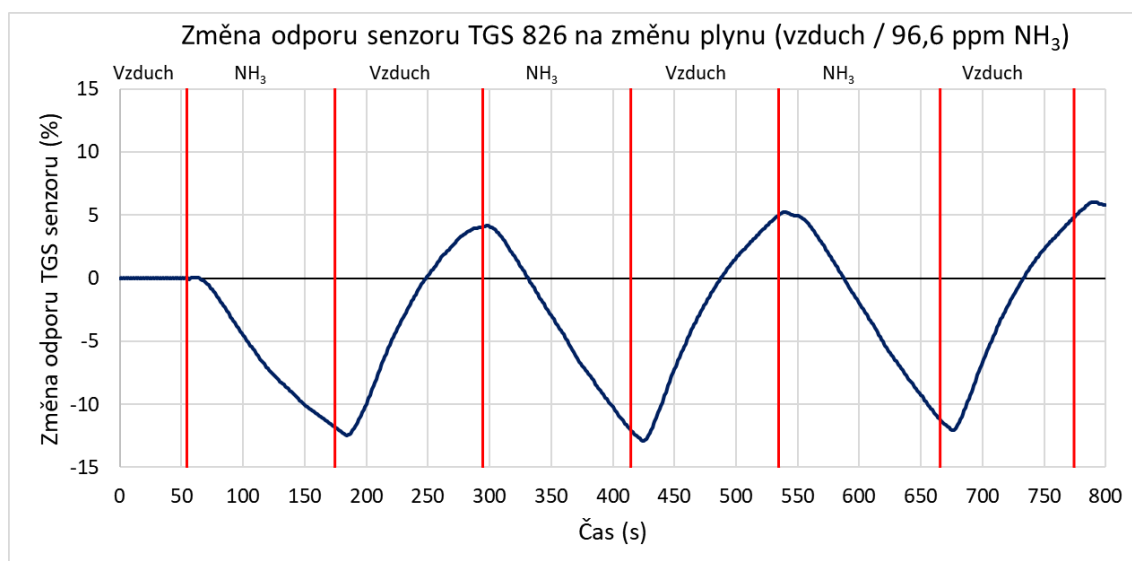
Senzor se skládá z aktivní části připojené k vývodům 1, 3 a 4, 6 a vyhřívání uvnitř aktivního materiálu připojeného k vývodům 2 a 5, které materiál vyhřívá na teplotu okolo 300 °C, viz katalogové zapojení na obrázku 3.2.



Obrázek 3.3 Senzor TGS 826 včetně katalogového schéma zapojení [32]

Na grafu 3.1 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu (53 kΩ) na čase. Pro testování byl využit amoniak s koncentrací 96,6 ppm v syntetickém vzduchu bez úpravy vlhkosti. Fotografie umístění senzoru v testovací komoře je uvedena v příloze III. *Fotografie testovací komory s komerčními senzory.*

Senzor reaguje dle datasheetu výrobce, tedy při kontaktu aktivní vrstvy s testovaným redukčním plynem dochází k poklesu odporu, respektive ke zvýšení vodivosti. Z toho vyplývá, že výrobce využívá jako aktivní materiál polovodič SnO₂ typu N. Rozsah změny odporu je od -13 % do 6 %. Časová reakce senzoru na změnu plynu se pohybuje v rozmezí 8 až 14 sekund. Dynamické parametry senzoru jsou dány velikostí testovací komory a použitého průtoku, který byl dimenzován pro senzory s menší aktivní vrstvou.



Graf 3.1 Procentuální závislost výstupního odporu TGS 826 na čase při změně plynu

3. Testování, Testování komerčních senzorů

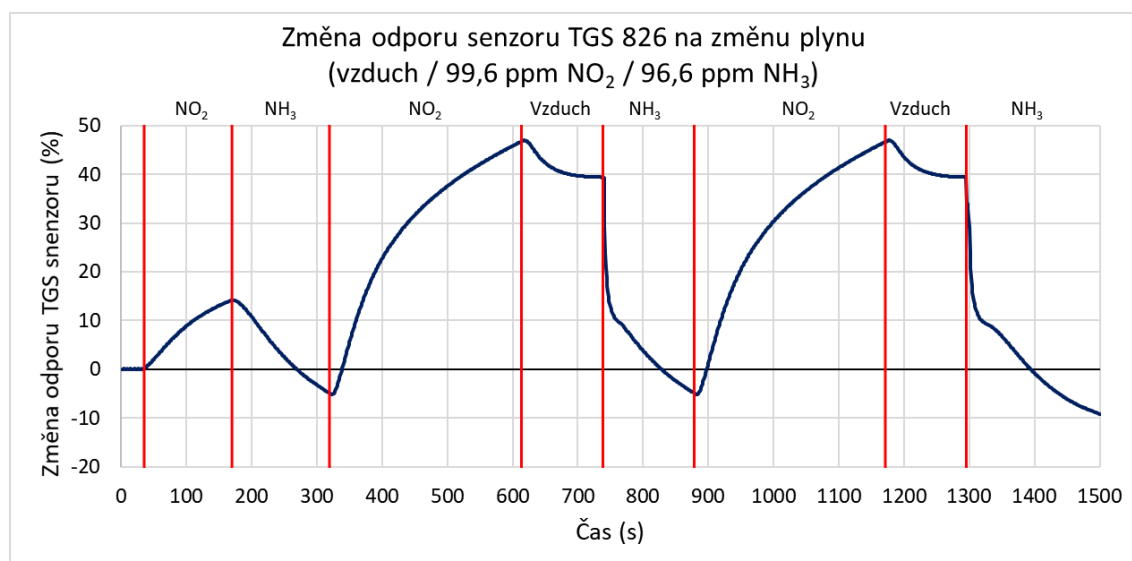
Testování bylo řízeno automatickým během dle tabulky 3.1. Pozice 3 odpovídá proplachování komory plynem průtokoměru 3. Pozice 2 selekčního ventilu vybírá testovaný plyn. Průtok obou plynů byl nastaven na 40 ml/min. Tento senzor má vlastní vyhřívací element, a proto nebylo využito vyhřívání komory. Běh programu obsahuje 11 změn plynů během 1320 sekund.

Tabulka 3.1 CSV tabulka použitá pro automatický běh programu

Čas (s)	Pozice	Průtok 1 (ml/min)	Průtok 2 (ml/min)	Průtok 3 (ml/min)	Průtok 4 (ml/min)	Průtok 5 (ml/min)	Průtok 6 (ml/min)	Průtok 7 (ml/min)	Teplota (°C)
55	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
120	2	40	0	40	0	0	0	0	0
120	3	40	0	40	0	0	0	0	0
Inf	2	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabulka pro řízení běhu obsahuje údaje o času daného řádku, pozici selekčního ventilu, průtocích všech sedmi průtokoměrů a teplotě testovací komory. Automatický chod je ukončen řádkem s nekonečnou dobou trvání (Inf). V tomto případě dojde k zastavení průtoků.

Při druhém testování byly využity oba testovací plyny, amoniak jako redukční plyn a oxid dusičitý jako oxidační plyn. Na grafu níže je uveden průběh procentuální změny odporu vůči ustálenému stavu (53 k Ω). Pro testování byl použit amoniak s koncentrací 96,6 ppm a oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm v obou případech v syntetickém vzduchu.

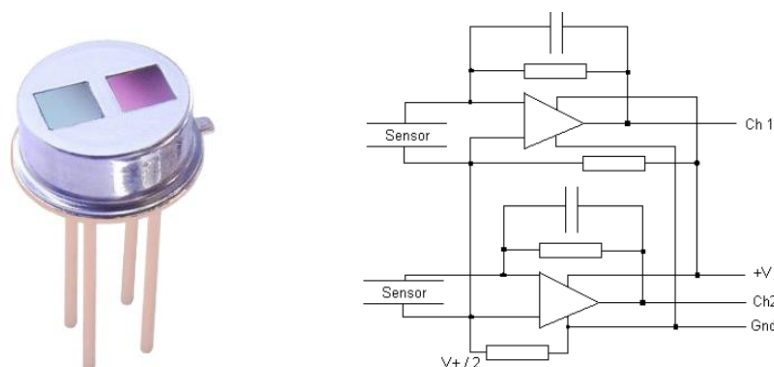


Graf 3.2 Procentuální závislost výstupního odporu TGS 826 na čase při změně plynu

Dle graf 3.2 senzor reaguje změnou vodivosti na oba testovací plyny. Při působení redukčního plynu klesá odpor aktivní vrstvy a při působení oxidačního plynu odpor roste. Senzor reaguje rychleji na amoniak (primární plyn, který by měl senzor detekovat) než na oxidační plyn. Rozsah hodnot u tohoto testu se pohybuje mezi -10 % a +48 %. Širší rozsah je pravděpodobně způsoben působením dvou plynů a delším časovým intervalem než u prvního testu. Pro oxid dusičitý je maximální změřená rychlost změny odporu $197 \Omega/s$, pro amoniak dosahuje hodnoty $-2373 \Omega/s$.

3.1.2 Pyroelektrický senzor PYREOS PY2055

Infračervený pyroelektrický senzor PY2055 (obrázek 3.3) od firmy Pyreos slouží pro detekci oxidu dusičitého (oxidační plyn) ve směsi. [33]



Obrázek 3.4 Senzor PY2055 včetně vnitřního zapojení [33]

Senzor se skládá z dvou pyroelektrických elementů. Před každým elementem je umístěn speciální optický filtr, jeden pro absorpční spektrum plynu ($6,2 \mu\text{m}$) a jeden pro referenční měření ($3,91 \mu\text{m}$). Senzor dále obsahuje vyhodnocovací elektroniku, která slouží pro zesílení a filtraci signálu. Výstupní signál senzoru je reprezentován střídavou složkou výstupního napětí, která je namodulována na polovinu napájecího napětí. [33]

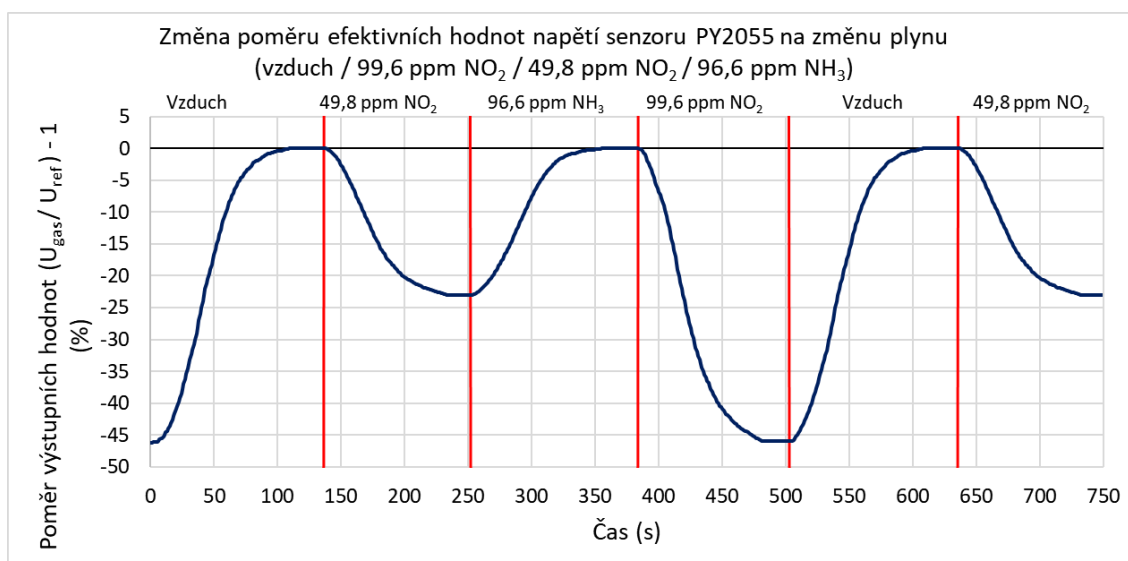
Výstupní napětí je uvedeno v příloze IV. *Průběhy výstupního napětí Ugas senzoru PY2055*. První průběh znázorňuje signál bez přítomnosti plynu s efektivní hodnotou napětí $U_{\text{eff}} = 124 \text{ mV}$, druhý při koncentraci $49,8 \text{ ppm}$ s $U_{\text{eff}} = 96 \text{ mV}$ a poslední pro $99,6 \text{ ppm}$ s $U_{\text{eff}} = 68 \text{ mV}$. Při zvyšování koncentrace plynu dochází k většímu tlumení IR záření a k nižší efektivní hodnotě střídavého signálu.

Pro testování byl použit amoniak s koncentrací $96,6 \text{ ppm}$, oxid dusičitý s koncentrací $99,6 \text{ ppm}$, oba ve směsi syntetického vzduchu. Jako zdroj IR spektra byla použita IR LED (Fotografie umístění v testovací komoře je uvedeno v příloze III. *Fotografie testovací komory s komerčními senzory*) a žárovka s wolframovým vláknem. Při testování se IR LED ukázala jako nevhodný zdroj z důvodu nevyhovujícího spektra emitujícího záření. Z tohoto důvodu byla použita jako zdroj IR záření žárovka s wolframovým vláknem. Žárovka byla napájena pulsním napětím o frekvenci 10 Hz .

Na grafu 3.3 je uvedena procentuální závislost poměru efektivní hodnoty výstupního napětí vůči efektivní hodnotě referenčního signálu. Při působení oxidu dusičitého (oxidační plyn) klesá efektivní hodnota výstupu a tím i poměr. Při působení amoniaku (redukční plyn) nedochází ke změně poměru. Rozsah hodnot se pohybuje mezi 0% až -46% . Při působení

3. Testování, Testování komerčních senzorů

99,6 ppm oxidu dusičitého klesne poměr o 46 %, při koncentraci 49,8 ppm o 23 %. Z hodnot lze odečíst citlivost -0,3146 %/ppm čili při zvýšení koncentrace o 1 ppm se změna poměru sníží o 0,3146 %. Pro oxid dusičitý dosahuje rychlost změny hodnoty 1,7 %/s. Nízká hodnota je pravděpodobně způsobena velkou testovací komorou a nižším průtokem.



Graf 3.3 Procentuální závislost poměru napětí senzoru PY2055 při změně plynu

3.1.3 Elektrochemický senzor SPECsensors DGS-NO2 968-043

Elektrochemický senzor DGS-NO2 968-043 od firmy SPEC Sensors (obrázek 3.4) využívá chemické reakce pro detekci oxidu dusičitého. [34]

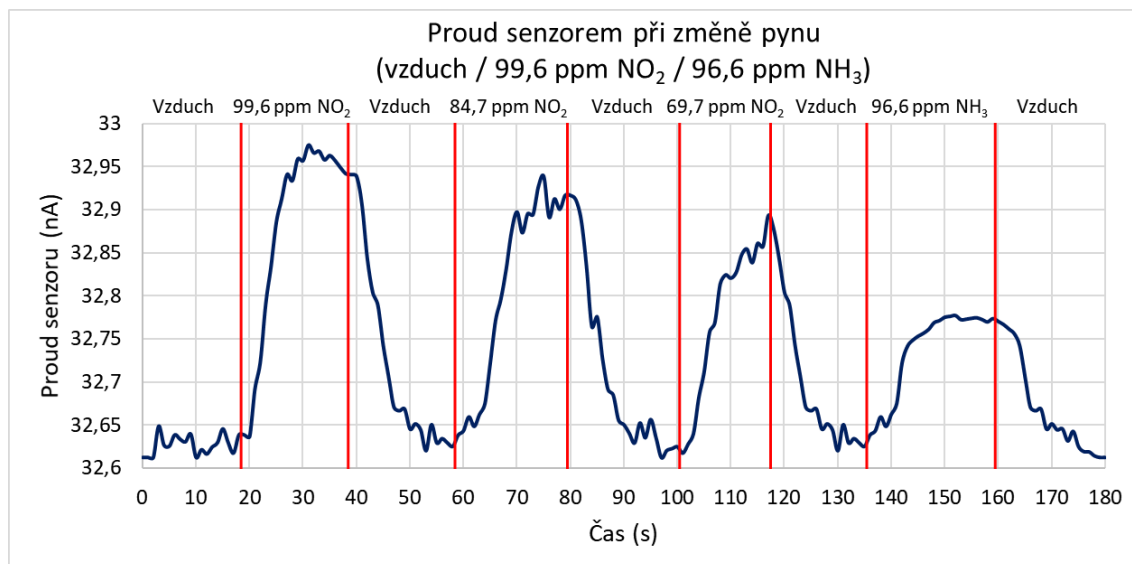


Obrázek 3.5 Chemický senzor DGS-NO2 968-043 [34]

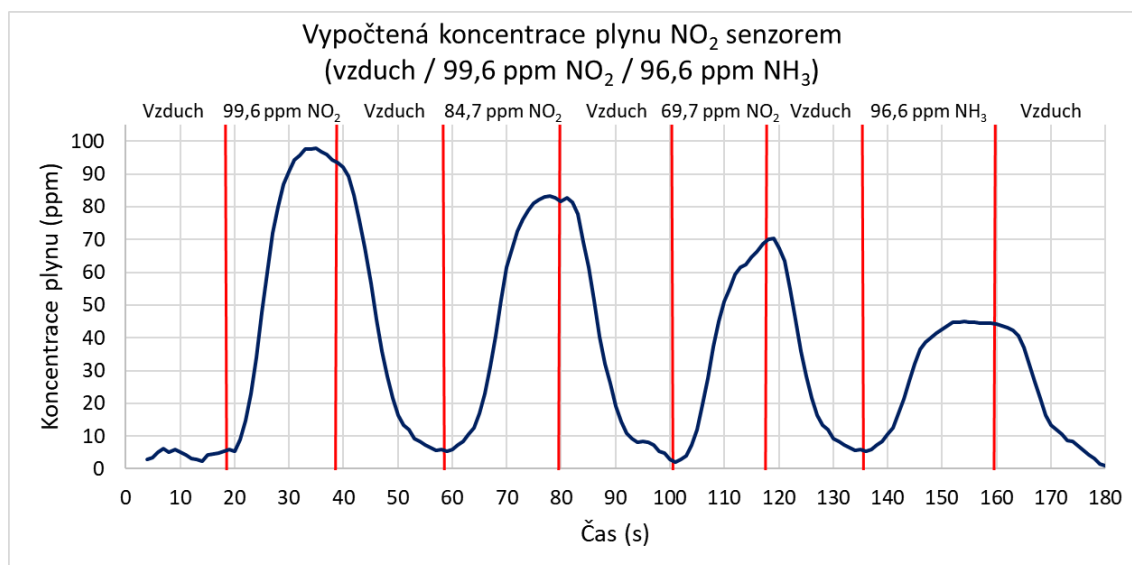
Senzor se skládá z vlastního elektrochemického senzoru a modulu obsahující měřicí, řídicí a komunikační obvod. Výstupem modulu je sériová linka, pomocí které lze připojit senzor k PC s převodníkem UART / USB. Senzor vysílá data ve formátu: Sériové číslo modulu, Vypočtená koncentrace plynu, Teplota senzoru, Vlhkost plynu, Výstup ADC převodníku, Čas.

Test senzoru DGS-NO2 968-043 ověřuje reakci na změnu plynu a koncentrace. Pro testování byl použit amoniak s koncentrací 96,6 ppm a oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm, oba ve směsi syntetického vzduchu. Fotografie umístění v testovací komoře je uvedeno v příloze III. Fotografie testovací komory s komerčními senzory

Dle grafu 3.4 senzor reaguje na změnu plynu zvýšením proudu mezi elektrodami, na kterých dochází k chemické reakci. Proud se mění z ustálené hodnoty 32,6 nA na maximální hodnotu 33 nA. Druhý graf 3.5 vykresluje vypočtené a zprůměrované hodnoty koncentrace plynu vypočtené převodní konstantou z proudu tekoucího senzorem. Přesnost mezi hodnotou vypočtenou senzorem a hodnotou danou systémem je $\pm 2\%$. Senzor reaguje na oba plyny zvýšením proudu. Selektivita senzoru dosahuje téměř 2,2, tedy na oxid dusičitý reaguje dvakrát více než na amoniak.



Graf 3.4 Závislost proudu senzorem DGS-NO2 968-043 při změně plynu



Graf 3.5 Vypočtená koncentrace plynu modulem senzoru DGS-NO2 968-043 při změně plynu

3.2 Testování laboratorních interdigitálních vodivostních senzorů

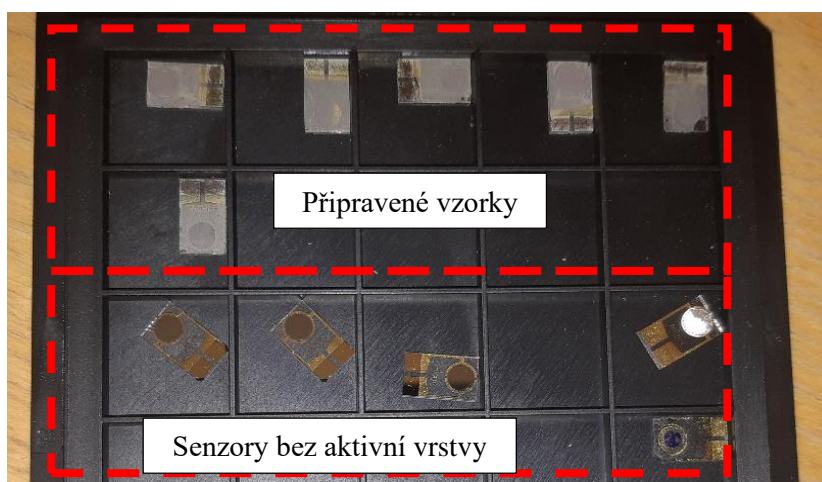
Po testování komerčních senzorů byly testovány vodivostní senzory s aktivní diamantovou vrstvou. Jedná se o vodivostní senzor s interdigitální strukturou 10/10 μm (10 μm vodivá zlatá elektroda a 10 μm mezera mezi elektrodami) od firmy Micrux Technologies s aktivní vrstvou tvořenou diamantem ukončeného monovrstvou vodíku připravenou na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky. Fotografie senzoru jsou uvedeny na obrázku 3.5.



Obrázek 3.6 Fotografie interdigitálního senzoru bez a s aktivní diamantovou vrstvou

Interdigitální struktura je tvořena zlatými elektrodami s tloušťkou 150 nm. Aktivní vrstva je připravena technologií CVD – chemická depozice z plynné fáze, při které je ve vakuové komoře přítomen vodík s metanem, které v mikrovlnném plazmatickém prostředí mezi sebou chemicky reagují a na podložce vzniká diamantová tenká vrstva. Následně se po ukončení depozice diamantu v plazmatu ve vodíkové atmosféře se vodík naváže na povrchové atomy uhlíku a vytvoří takzvanou vodíkovou terminaci. Takto vzniklá povrchová terminace je senzitivní na oxidační a redukční plyn obdobně jako polovodičové vrstvy s vodivostí typu P. Výhodou takto připravené vrstvy je vyšší odolnost vůči extrémním podmínkám. Nevýhodou je nestabilita pro vyšší teploty přes 180 $^{\circ}\text{C}$ a náchylnost na oxidaci aktivní vrstvy.

Pro testování bylo připraveno celkem 5 vzorků (na obrázku 3.6 číslované zleva) a jeden referenční s kyslíkovou terminací. Z uvedených vzorků byly testovány pouze vzorky 3 a 5 z důvodu vyhovujících parametrů a odezev na testované plyny. Ostatní vzorky nevyhověly z důvodu nízké reakce na aktivní plyn, reakce na rychlost průtoku plynu nebo citlivosti na světlo.

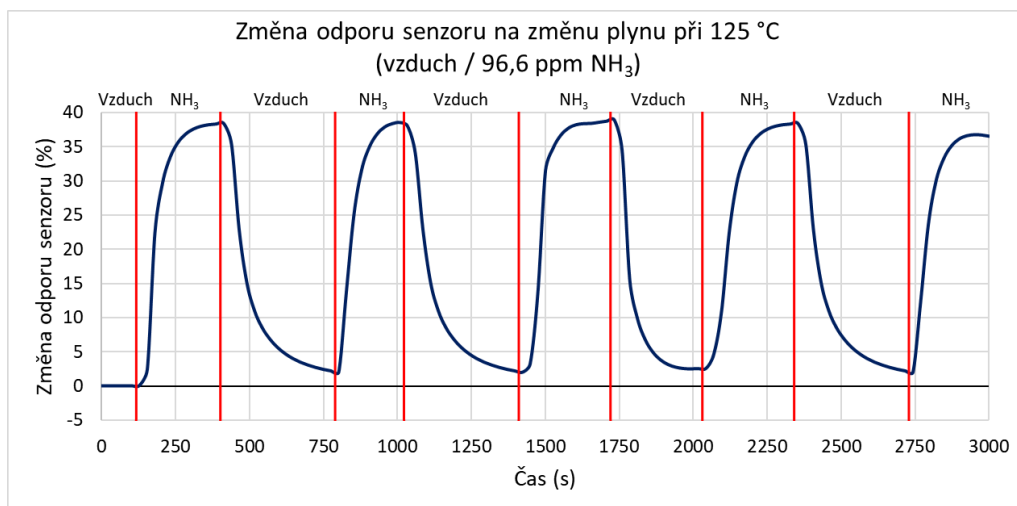


Obrázek 3.7 Fotografie připravených vzorků

3.2.1 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na amoniak NH_3 při změně teploty

První test vzorku probíhal pro ověření reakce na redukční plyn při teplotě komory $125\text{ }^\circ\text{C}$. Na grafu 3.6 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase. Pro testování byl využit amoniak s koncentrací $96,6\text{ ppm}$ ve směsi syntetického vzduchu.

Vzorek reaguje na přítomnost redukčního plynu zvýšením odporu o 39% z ustálené hodnoty $234\text{ k}\Omega$ na $324\text{ k}\Omega$. Odpor vzorku se s časem v obou stavech téměř neliší a odpor při syntetickém vzduchu téměř dosahuje počáteční hodnoty ($\pm 2\%$). Maximální rychlost změny odporu dosahuje $908\text{ }\Omega/\text{s}$ při skokové změně ze syntetického vzduchu na amoniak a $-656\text{ }\Omega/\text{s}$ při opačné změně. Tyto hodnoty jsou téměř poloviční vůči komerčnímu senzoru TGS 826. Tento rozdíl je pravděpodobně způsoben geometrií elektrod, nižší pracovní teplotou (pouze $125\text{ }^\circ\text{C}$ oproti $300\text{ }^\circ\text{C}$) a menším množstvím aktivního materiálu. Oproti komerčnímu senzoru TGS 826 ale dosahuje rychlejších odezev, průměrně 4 sekundy, a větší relativní změny odporu.



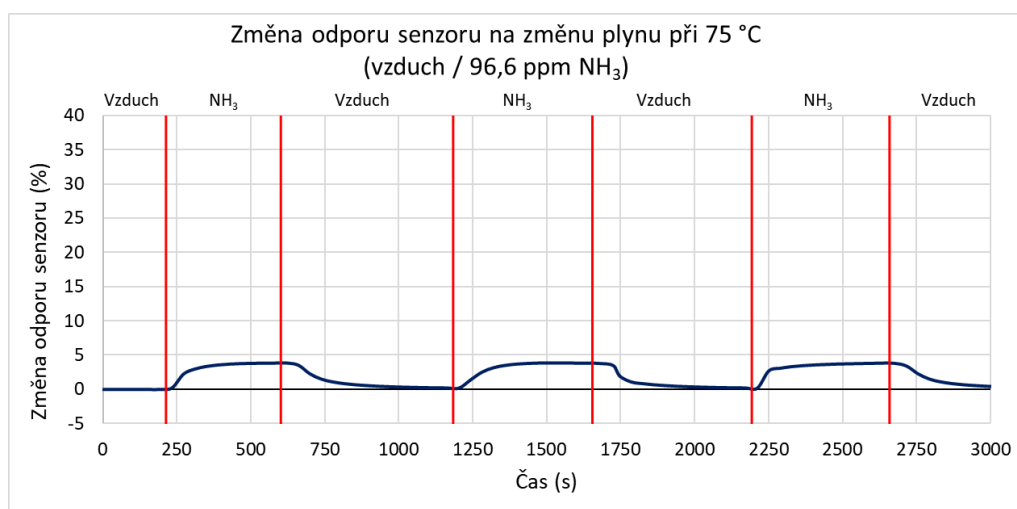
Graf 3.6 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při $125\text{ }^\circ\text{C}$

Druhý test byl téměř totožný s prvním, pouze probíhal při teplotě testovací komory $75\text{ }^\circ\text{C}$. Opět byl použit jako testovací plyn amoniak s koncentrací $96,6\text{ ppm}$ ve směsi syntetického vzduchu. Na grafu 3.7 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Oproti testu při $125\text{ }^\circ\text{C}$ vzorek testován při $75\text{ }^\circ\text{C}$ vykazuje mnohem nižší změny odporu. Důvodem je nižší teplota, která zpomaluje přenos elektron – díra. Vzorek reaguje na přítomnost redukčního plynu zvýšením odporu o 4% z ustálené hodnoty $233\text{ k}\Omega$ na $243\text{ k}\Omega$. Tato hodnota je téměř 10-krát nižší než v případě teploty $125\text{ }^\circ\text{C}$. Při nižších teplotách byla změna odporu již téměř shodná se šumem měřicího přístroje. Maximální rychlost změny odporu je v případě amoniaku pouze $84\text{ }\Omega/\text{s}$, respektive $55\text{ }\Omega/\text{s}$ pro syntetický vzduch.

Z provedeného testu vyplývá, že tento vzorek vyžaduje pro správnou funkčnost externí vyhřívání, které zajistí optimální teplotu pro přenos elektron - díra. Pro vodíkovou terminaci lze konstatovat, že při příliš nízké teplotě dochází k příliš malé změně odporu a při vysoké teplotě ($>180\text{ }^\circ\text{C}$) může nastat povrchová oxidace.

3. Testování, Testování laboratorních interdigitálních vodivostních senzorů

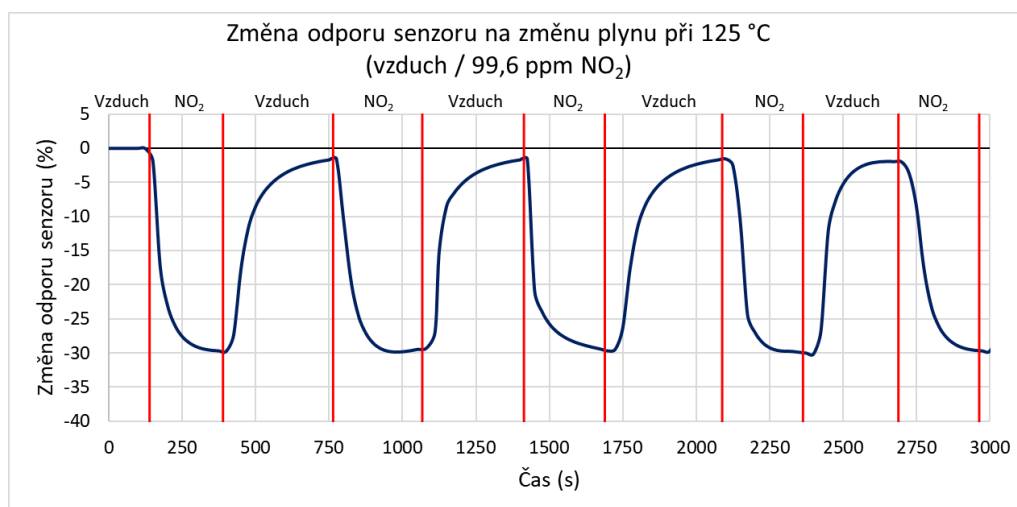


Graf 3.7 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 75 °C

3.2.2 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na oxid dusičitý NO₂ při změně teploty

Třetí test ověřuje reakci vzorku na oxidační plyn, který by měl mít opačný efekt změny odporu vzorku ve srovnání s redukčním plynem použitým v prvním a druhém testu. Jako testovací plyn byl použit oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm ve směsi syntetického vzduchu. Teplota testovací komory byla nastavena na 125 °C. Na grafu 3.8 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Při přítomnosti oxidačního plynu se odpor aktivní vrstvy snižuje o 30 % z hodnoty 211 k Ω na 148 k Ω . Maximální rychlost změny odporu je 801 Ω /s při změně na syntetický vzduch a -998 Ω /s při skokové změně na oxid dusičitý. Odpor vzorku se opět s časem v obou stavech téměř neliší a odpor při syntetickém vzduchu téměř dosahuje počáteční hodnoty. Oproti průběhu odporu při působení redukčního plynu je změna odporu nižší o 9 %, ale rychlejší při skokové změně. Tento jev je pravděpodobně způsoben rozdílnou dobou chemické reakce přenosu elektronů.

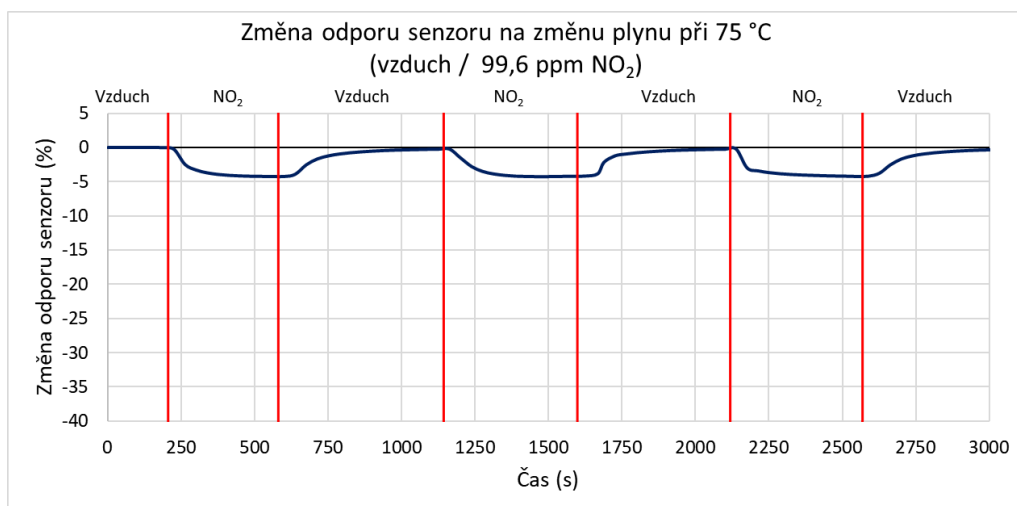


Graf 3.8 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 125 °C

Čtvrtý test, obdobně jako druhý test, zjišťuje reakci vzorku na oxidační plyn při teplotě testovací komory snižené na 75 °C. Testovací plyn byl opět použit oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm ve směsi syntetického vzduchu. Na grafu 3.9 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Vzorek vykazuje oproti testu při teplotě 125 °C nižší změny odporu obdobně jako u druhého testu s redukčním plynem. Důvodem je opět nižší teplota, která zpomaluje chemisorpci. Hodnota odporu se snížila z ustálené hodnoty 212 kΩ o 4,5 % na hodnotu 203 kΩ. Oproti testu při 125 °C je tato hodnota téměř 7-krát nižší. Maximální rychlost změny odporu je pouze -75 Ω/s v případě oxidu dusičitého a 53 Ω/s pro syntetický vzduch.

Tento test opět potvrdil, že pro správnou funkčnost vzorku je nutné externí vyhřívání, které zajistí správnou teplotu pro chemické reakce. Pro H-terminovaný diamantový senzor lze konstatovat, že optimální odezva na plyn je pozorována při teplotě 125 °C. Při nižší teplotě (<75 °C) nedochází k dostatečně velké změně odporu a při vysoké teplotě (> 180 °C) dochází k degradaci senzitivní vrstvy v důsledku povrchové oxidace vodíkových vazeb.

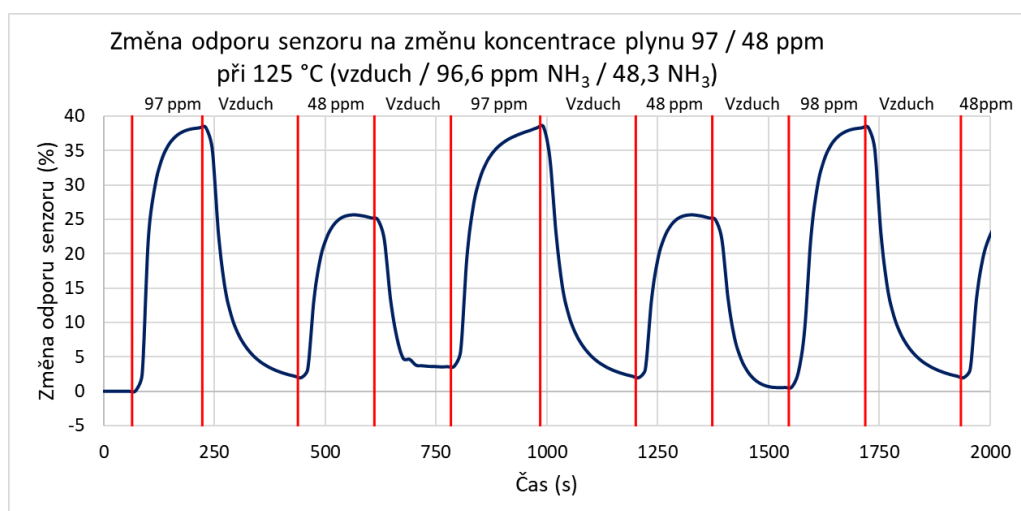


Graf 3.9 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 75 °C

3.2.3 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace amoniaku NH₃ při 125 °C

Pátý test ověřuje funkčnost vzorku při změně koncentrace testovaného redukčního plynu při 125 °C. Pro testování byl použit amoniak s koncentrací 96,6 ppm a syntetický vzduch pro proplachování komory a pro řízení koncentrace testovaného plynu. Vzorek byl testován na přítomnost amoniaku s koncentrací 96,6 ppm a na amoniak s koncentrací 48,3 ppm. Na grafu 3.10 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Vzorek mění odpor v souladu s teoretickým předpokladem. Při koncentraci 96,6 ppm dosahuje změna odporu 38,5 % z ustálené hodnoty 234 kΩ na 323 kΩ jako v prvním testu. Při koncentraci 48,3 ppm se změna odporu snížila na 26 % z ustálené hodnoty 234 kΩ na 294 kΩ. Z těchto hodnot lze odečíst citlivost 0,26 %/ppm čili při zvýšení koncentrace o 1 ppm se odpor zvýší o 0,26 %. Maximální rychlosti změny odporu jsou téměř totožné pro opakované změny koncentrace plynu (senzor vykazuje opakovanou dynamiku odezvy).

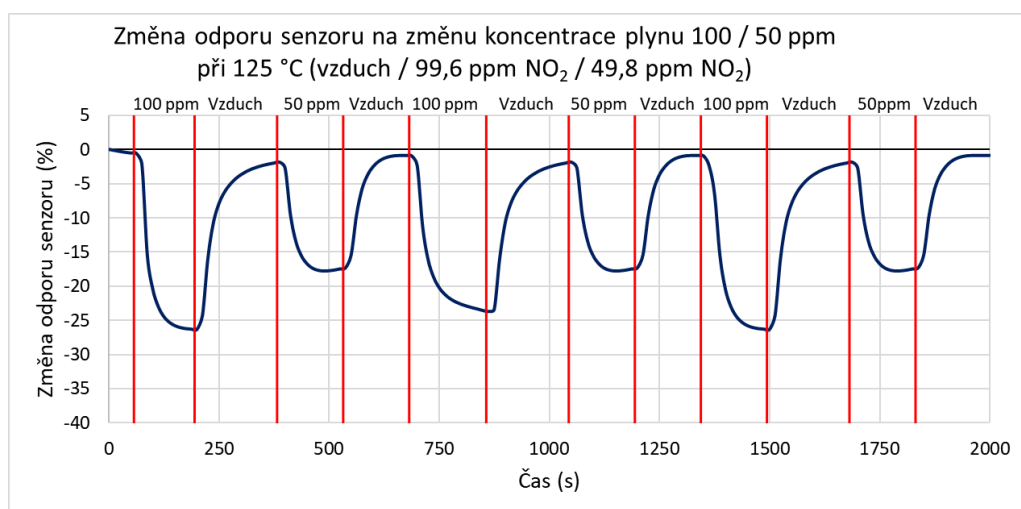


Graf 3.10 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 125 °C

3.2.4 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace oxidu dusičitého NO₂ při 125 °C

Při šestém testu systém testuje odezvu vzorku na změnu koncentrace testovaného oxidačního plynu při teplotě 125 °C jako u pátého testu. Pro testování byl použit oxid dusičitý s koncentrací 99,6 % a syntetický vzduch pro ředění testovaného plynu a pro proplach komory. Odezva byla měřena pro koncentrace 99,6 ppm a 49,8 ppm. Na grafu 3.11 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Změna odporu vzorku je obdobná, jako u předešlého testu. Změna odporu vzorku dosahuje -26 % pro koncentraci oxidu dusičitého 99,6 ppm a -18 % při koncentraci 49,8 ppm. Při koncentraci 99,6 ppm se sníží odpor z 232 kΩ na 171 kΩ a při koncentraci 49,8 ppm se sníží z 232 kΩ na 191 kΩ. Z těchto hodnot lze odečíst citlivost -0,16 %/ppm. Tedy při zvýšení koncentrace o 1 ppm se odpor sníží o 0,16 %. Tato hodnota je nižší o 0,10 %/ppm oproti redukčnímu plynu. Maximální rychlosti změny odporu jsou téměř totožné pro obě koncentrace aktivního plynu.

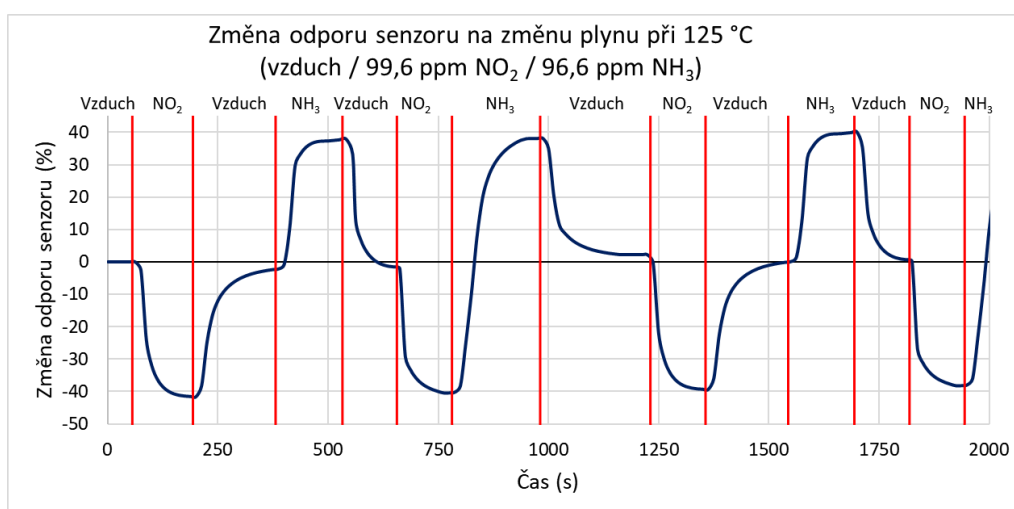


Graf 3.11 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 125 °C

3.2.5 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu plynu mezi amoniakem NH_3 oxidem dusičitým NO_2 při $125\text{ }^\circ\text{C}$

Poslední sedmý test vzorku č. 3 kombinuje odezvu na oba aktivní plyny, oxidační i redukční plyn, při teplotě testovací komory $125\text{ }^\circ\text{C}$. Pro testování byl využit amoniak s koncentrací 96,6 %, oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm ve směsi syntetického vzduchu. Na grafu 3.12 je uvedena procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu na čase.

Při změně plynu na oxid dusičitý dojde k poklesu odporu o 41 % z ustálené hodnoty $216\text{ k}\Omega$ na $127\text{ k}\Omega$ s maximální rychlostí $-999\text{ }\Omega/\text{s}$. Při změně plynu na amoniak se odpor zvýší o 40 % z hodnoty $216\text{ k}\Omega$ na $302\text{ k}\Omega$ s maximální rychlostí $897\text{ }\Omega/\text{s}$. Při skokové změně z oxidačního na redukční plyn se odpor zvýší o 138 % z hodnoty $127\text{ k}\Omega$ na $302\text{ k}\Omega$. Maximální rychlost změny odporu dosahuje $1,8\text{ k}\Omega/\text{s}$. Z měření vyplývá, že vzorek reaguje na oba typy plynu téměř shodně, pouze s opačným znaménkem změny vodivosti. Tato skutečnost odpovídá teoretickému rozboru.



Graf 3.12 Procentuální závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 a NH_3 při $125\text{ }^\circ\text{C}$

3.2.6 Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5

Druhým testovaným vzorkem byl laboratorní interdigitální vodivostní senzor číslo 5. Grafy průběhů odporů jsou uvedeny v příloze VIII. *Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na amoniak NH₃ při změně teploty* a IX. *Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na oxid dusičitý NO₂ při změně teploty*. Tento vzorek vykazuje odlišné parametry oproti vzorku číslo 5, viz. níže.

První tři testy ověřovali reakci vzorku na změnu koncentrace redukčního plynu při různých teplotách. Pro testování byl využit amoniak s koncentrací 96,6 ppm ve směsi syntetického vzduchu. Na grafech v příloze (VIII. *Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na amoniak NH₃ při změně teploty*) je uvedena závislost odporu, respektive procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu, na čase při skokové změně koncentrace plynu z 96,6 ppm na 0 ppm. Teplota komory, a tím i vzorku, byla nastavena na 125 °C, 75 °C a 40 °C.

Vzorek č. 5 vykazuje nižší relativní změny odporu při 125 °C než vzorek č. 3. Změna odporu dosahuje pouze 13 % s maximální rychlostní změny 183 Ω/s. Při teplotě 75 °C vzorek č. 5 dosahuje srovnatelné relativní změny odporu se vzorkem č. 3, konkrétně 5 %. Rychlost změny odporu dosahuje hodnoty 123 Ω/s. Při teplotě testovací komory 40 °C vykazuje vzorek č. 5 lepších parametrů než vzorek č. 3, který již při této teplotě nebyl použitelný z důvodu velmi malé změny odporu. Relativní změna odporu vzorku č. 5 při teplotě 40 °C dosahuje 2,5 % a maximální rychlost změny odporu 83 Ω/s. Odpor vzorku se s časem v obou stavech téměř neliší (maximálně ±0,1 %).

Další tři testy ověřovali reakci vzorku na změnu koncentrace oxidačního plynu při různých teplotách. Pro testování byl využit oxid dusičitý s koncentrací 99,6 ppm ve směsi syntetického vzduchu. Na grafech v příloze (IX. *Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na oxid dusičitý NO₂ při změně teploty*) je uvedena závislost odporu, respektive procentuální závislost vůči odporu v ustáleném stavu, na čase při skokové změně koncentrace. Teplota komory byla opět nastavena na 125 °C, 75 °C a 40 °C.

Při testu reakce na oxidační plyn při teplotě testovací komory 125 °C relativní změna odporu vzorku dosahovala hodnoty -11 % a maximální rychlost změny -375 Ω/s. Tyto hodnoty jsou oproti vzorku č. 3 při shodné teplotě nižší. Ovšem při teplotě testovací komory 75 °C dosahuje vzorek č. 5 srovnatelných parametrů, relativní změna odporu -7 % a maximální rychlost změny odporu -214 Ω/s. Oproti vzorku č. 3 lze vzorek č. 5 provozovat i při teplotě 40 °C, kdy relativní změna odporu vzorku č. 3 již nebyla možná detekovat z důvodu nízkých hodnot. Relativní změna odporu vzorku č. 5 byla -5 % s maximální rychlostí změny -102 Ω/s. Odpor vzorku se s časem v obou stavech téměř neliší (maximálně ±0,1 %).

Na základě provedených testů na vzorcích číslo 3 a číslo 5 lze konstatovat, že vzorky připravené shodnou metodou a postupem dosahují různých parametrů v závislosti na kvalitě diamantové vrstvy a vodíkové terminace. V testovaném koncentračním rozsahu 99,6 ppm, vzorek číslo 3 dosahuje lepších hodnot při teplotě přes 125 °C, kdy jsou parametry vzorku srovnatelné s komerčními senzory. Oproti tomu lze vzorek číslo 5 provozovat i při téměř pokojové teplotě, kdy není nutné vzorek zahřívat na teploty přes 100 °C.

3.3 Porovnání parametrů měřených senzorů

Výsledky měření všech testovaných senzorů jsou uvedeny v tabulce 3.2. Tabulka obsahuje změřená data jak laboratorních vodivostních interdigitálních senzorů, tak i komerčně dostupných senzorů. Ze změřených dat vyplývá, že navržené a vyrobené vzorky bez optimalizace nedosahují parametrů komerčních senzorů. Jedná se především o relativní změnu a rychlost změny. Z komerčních senzorů dosahuje nejlepších parametrů vodivostní senzor Figaro TGS 826 z důvodu rychlé změny, téměř 2,5-krát rychlejší než vyrobené vzorky, a dobré citlivosti, která byla nejvyšší ze změřených senzorů. Ovšem nedosahuje selektivity infračerveného senzoru PY2055, který reagoval pouze na oxid dusičitý (selektivní plyn). Na amoniak (neselektivní plyn) nereagoval vůbec.

Měřené laboratorní vzorky s aktivní diamantovou vrstvou dosahují přijatelných parametrů. Vzorek číslo tři dosahuje téměř srovnatelné maximální změny hodnoty s komerčními senzory. Lze detekovat oxidační i redukční plyn oproti elektrochemickému nebo infračervenému senzoru. Tento typ senzoru lze ale použít pouze na detekci oxidačního / redukčního plynu, nikoliv na přesné určení typu. Pro tento účel lze ze změřených senzorů využít pouze infračervený senzor. Elektrochemický senzor nelze použít ani na tuto detekci z důvodů shodného směru reakce na oba typy plynů.

Tabulka 3.2 Porovnání měřených senzorů

Vzorek	Laboratorní interdigitální vodivostní senzory			Komerční senzory		
	Teplota (°C)	Vzorek číslo 3	Vzorek číslo 5	Figaro TGS 826	Pyreos PY2055	SPEC DGS-NO2 968-043
Relativní změna pro 96,6 ppm NH ₃ (%)	125	39	13	-13	0	1,227
	75	4	5			
	40	/	2,5			
Relativní změna pro 99,6 ppm NO ₂ (%)	125	-30	-11	48	-46	0,521
	75	-4,5	-7			
	40	/	-5			
Maximální rychlost změny na 96,6 ppm NH ₃	125	908 Ω/s	183 Ω/s	-2373 Ω/s	0 %/s	0,07 nA/s
	75	84 Ω/s	123 Ω/s			
	40	/	83 Ω/s			
Maximální rychlost změny na 99,6 ppm NO ₂	125	-998 Ω/s	-375 Ω/s	197 Ω/s	1,7 %/s	0,02 nA/s
	75	-75 Ω/s	-214 Ω/s			
	40	/	-102 Ω/s			
Citlivost na NH ₃ (%/ppm)	125	0,2588	/	-0,1346	0	0,2685
Citlivost na NO ₂ (%/ppm)	125	-0,1606	/	0,4819	-0,3146	0,0986

3.4 Zhodnocení výsledků

V této kapitole jsou zhodnoceny výsledky měřicího systému i senzorů získané při měření.

3.4.1 Měřicí systém

Navržený systém pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů vychází z teoretického rozboru (kapitola 1.2 a 1.3) a navržených systémů uvedených v kapitole 1.3.

Oproti systému uvedenému v kapitole 1.3.1 navržený systém využívá čtyřcestný ventil pro možnost plynulého přepínání plynů bez nutnosti změny průtoků jednotlivých plynů a možnost měření vzorku jak napěťovým zdrojem s proudovým omezením, tak proudovým zdrojem s napěťovým omezením, které chrání interdigitální senzor před zničením. Navržený systém neobsahuje nucený odvod plynů z komory, který není u malých komor nutný z důvodu malého objemu plynu.

Navržený systém oproti systému uvedenému v kapitole 1.3.2 obsahuje čtyřcestný ventil pro plynulé přepínání plynů a vyhřívání testovací komory pro dosažení lepších parametrů senzorů a možnosti charakterizovat senzory při různých teplotách. Další výhodou navrženého systému je měření pomocí laboratorního Ohm-metru, který zajišťuje oproti DAQ převodníku lepší přesnost a možnost ochrany senzoru proudovým nebo napěťovým omezením.

Systém uvedený v kapitole 1.3.3 využívá srovnatelně malou testovací komoru. Oproti tomuto systému navržený systém obsahuje regulaci teploty komory pro možnost charakterizovat senzory při různých teplotách, čtyřcestný ventil pro možnost plynulého přepínání mezi plyny a laboratorní Ohm-metr, který zajišťuje lepší přesnost oproti DDAC v PC.

Poslední systém uvedený v kapitole 1.3.4 je komerční systém GST pro testování senzorů od firmy Kenosistec. Výhodou, ale zároveň i nevýhodou, tohoto systému je univerzálnost. Tento systém je uzpůsoben pro testování senzorů i menších senzorových zařízení. Výhodou navrženého systému oproti systému uvedenému v kapitole 1.3.4 je vhodnější uspořádání pro interdigitální vodivostní senzory a jednoduchosti instalace (přenosu) na specializované pracoviště ve srovnání s rozměrově robustním GST systémem.

3.4.2 Laboratorní interdigitální vodivostní senzory

Vyrobené vodivostní interdigitální senzory s tenkou aktivní diamantovou vrstvou připravenou technologií CVD s vodíkovou terminací dosahují srovnatelných parametrů s komerčními senzory.

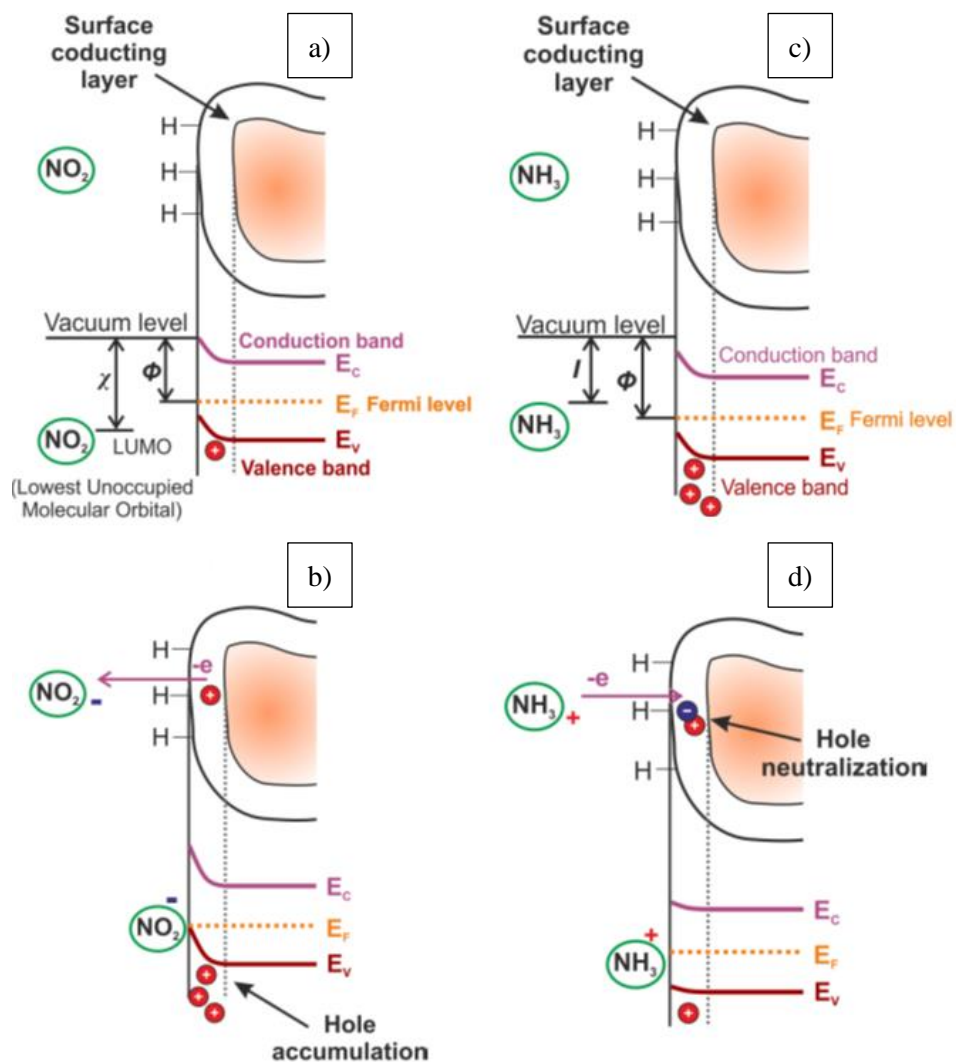
Senzory vyrobené technologií CVD dosahují oproti senzorům připraveným technologií kombinující Inkjet tisk (tiskem materiálu pomocí malého množství materiálu a tiskové hlavy) a CVD růst [35] dosahují lepších parametrů bez nutnosti osvětlení aktivní vrstvy, která urychluje regeneraci aktivní vrstvy. Senzory vyrobené technologií Inkjet+CVD vyžadují pro rychlou regeneraci ultrafialové světlo, které osvětluje aktivní diamantovou vrstvu. Připravené laboratorní senzory technologií CVD dosahují přijatelných dob regenerace i bez nutnosti použití ultrafialového zdroje světla. [4] [35]

Model popisující fyzikální princip detekce plynů senzorem s aktivní diamantovou vrstvou s vodíkovou terminací je schematicky zobrazen na obrázku 3.7. V prvním přiblížení

je princip modelu totožný s modelem polovodiče SnO₂ uvedeným v kapitole 1.1.1 – *Vodivostní senzory*. Pouze se odlišuje v p-typu vodivostního kanálu diamantu od n-typu kanálu SnO₂.

Na obrázku 3.7 a) je uveden stav před reakcí aktivní vrstvy s oxidem dusičitým. Při reakci vodíkové monovrstvy s oxidačním plynem NO₂ (obrázek 3.7 b)) dochází vlivem vyšší hodnoty elektronové afinity (nejnižší energie pro přijetí jednoho elektronu) plynu než hodnoty pracovní funkce (nejnižší energie pro přesun elektronu) u vodíku k přesunu elektronu z atomu vodíku do atomu plynu, což vede ke zvýšení koncentrace děr v indukované vodivostní vrstvě diamantu. Tím dojde ke zvýšení vodivosti aktivní vrstvy senzoru. [35]

Na obrázku 3.7 c) je opět uveden stav před reakcí s redukčním plynem, tentokrát s amoniakem. Při reakci monovrstvy vodíku s amoniakem (obrázek 3.7 d)) dochází vlivem nižší hodnoty ionizační energie (nejnižší energie nutná k odevzdání vázaného elektronu) než hodnoty pracovní funkce (nejnižší energie pro přesun elektronu) u vodíku k přesunu elektronu z atomu plynu do atomu vodíku a tím dochází ke snížení koncentrace děr v indukované vodivostní monovrstvě vodíkové terminace, což se projeví ve snížení vodivosti vrstvy, respektive zvýšení odporu. [35]



Obrázek 3.8 Detekční model senzoru s diamantovou aktivní vrstvou a vodíkovou terminací [35]

4. Návrh dalších vylepšení systému

Navržený systém pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů je plně funkční, jak bylo prokázáno v předchozí kapitole. V průběhu testování se zjistili určitá omezení, která lze minimalizovat při realizaci druhé verze systému.

U programové části by bylo vhodné doplnit možnost softwarového nastavení koncentrace testované plynné směsi. Současná verze softwaru umožňuje nastavení pouze samotných průtoků a ze změřených dat vypočítává aktuální koncentraci plynu. Nová verze programu by měla umožňovat volbu mezi zadáváním hodnoty buď přímo průtokem nebo pomocí zadání celkového průtoku a výsledné koncentrace plynu.

Druhým omezením je složité nastavení měřicích přístrojů při změně typu měřené veličiny, například napětí nebo proudu. Současná verze je uzpůsobena pro měření interdigitálních vodivostních senzorů, u kterých se měří odpor aktivní vrstvy. Nová verze by mohla umožňovat výběr typu měření bez zásahu do vlastního programu z důvodu univerzálnosti.

Dalším omezením se jeví zápis dat do souboru. Aktuální verze zapisuje data o čase, zvoleném plynu ve formě čísla výstupu, průtoku, změřeném odporu a teplotě komory. Zápis dat by mohl být nastavitelný, například by bylo možné zapisovat aktuální koncentraci a vlhkost. Tato možnost by zjednodušila následnou analýzu a zpracování dat.

Navržený hardware vykazuje také několik technických omezení. Hlavním omezením při měření jsou manuální ventily, které řídí směr plynu mezi jednotlivými vstupy selekčního ventilu. Tento způsob vyžaduje interakci s obsluhou, která bude při změně měření otevírat a zavírat tyto ventily. Při vyvíjení další verze by bylo vhodné využít elektromagnetické nebo pneumatické ventily s možností automatického řízení pomocí počítače.

Druhé omezení hardwarové části systému je testovací komora, která umožňuje testování pouze vodivostních interdigitálních senzorů s rozměry 6 x 10 mm a není možné testovat jiné typy senzorů. Nová testovací komora by měla umožňovat testovat různé senzory, popřípadě by měla být umožněna jednoduchá výměna testovací komory za vhodnější pro testování konkrétního senzoru. Vhodným rozšířením by mohlo být uzpůsobení komory pro využití spodní elektrody interdigitálního vodivostního senzoru, která by umožňovala modulaci jako hradlová elektroda u FET nebo možnost osvětlit senzor ultrafialovým světlem, které zlepšuje parametry odezev senzoru.

Dalším omezením testovací komory je maximální provozní teplota použitého materiálu (polymethylmethakrylát), který byl vybrán z důvodu chemické stálosti s danými testovacími plyny. Aktuální materiál komory dovoluje pracovní teplotu maximálně 125 °C. Při vyšších teplotách může docházet k deformaci komory. Nový materiál by měl umožňovat rozšíření pracovní teploty alespoň do 300 °C.

Závěrem lze konstatovat, že uvedená omezení nemají vliv na funkčnost systému, který byl primárně určen pro testování vyvíjených interdigitálních senzorů. Pro tuto aplikaci je systém vyhovující a umožňuje charakterizaci jak senzorů známými plyny, tak plynů při použití známých senzorů. Při vyvíjení další verze by ale bylo vhodné vytvořit univerzálnější systém pro testování i jiných typů senzorů.

Závěr

Tato práce se zabývá návrhem a realizací systému pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů. Výsledkem je poloautonomní systém vhodný pro charakterizaci neznámého plynu nebo pro vývoj a testování nových interdigitálních vodivostních senzorů, zejména materiálový vývoj a optimalizaci aktivní detekční vrstvy.

V teoretickém rozboru diplomové práce jsou rozebrány problematiky těchto systémů, principy a vlastnosti jednotlivých komponentů. Hlavní důraz je kladen na senzorovou část, převážně na vodivostní senzory, které byly následně vyrobeny ve Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky a použity pro testování realizovaného systému. V závěru teoretického rozboru jsou analyzovány současné systémy, ať komerční nebo výzkumné.

Po nastudování jednotlivých komponentů byl navrhnut systém včetně rozmístění jednotlivých částí v CAD programu. Na základě návrhu došlo k realizaci měřicího systému. Výsledný systém se skládá ze vstupních hmotnostních průtokoměrů, selekčního ventilu, testovací komory, měřicích přístrojů a řídicího počítače s obslužným programem. Největší důraz při návrhu systému byl kladen na vývoj testovací komory, která je uzpůsobena pro konkrétní druh vodivostního senzoru s aktivní vrstvou ze syntetického diamantu s vodíkovou terminací, který byl v rámci práce vyroben a úspěšně otestován.

Navržený obslužný program umožňuje jednoduché řízení a přehledné grafické zobrazení důležitých parametrů systému. Při návrhu programu došlo k největším potížím při připojování přístrojů a instalaci příslušných driverů, které většinou výrobce neposkytl pro konkrétní verzi LabVIEW nebo drivery neposkytovaly dostatečnou flexibilitu pro danou aplikaci. Z tohoto důvodu bylo nutné je vhodně upravit.

Navržený systém byl následně testován s komerčními i laboratorně vyrobenými senzory a známými plyny – amoniak a oxid dusičitý. Nejdříve byl systém testován s komerčními senzory, které sloužily pro ověření a ladění parametrů vyvíjeného systému. Testován byl vodivostní senzor TGS 826, infračervený senzor PY2055 a elektrochemický senzor DGS-NO2 968-043. Parametry těchto senzorů deklarují výrobci a tyto senzory umožňují kalibraci systému.

Po ověření funkčnosti systému byly testovány laboratorně vyrobené vodivostní interdigitální senzory. Po optimalizaci senzorů by mohly dosahovat srovnatelných parametrů s komerčními senzory. Výhodou těchto senzorů jsou menší rozměry, vhodnost pro vývoj nových aktivních vrstev, možnost miniaturizace a v případě integrace vyhřívání na podložku nevyžadují žádné další komponenty, například světelný zdroj u IR senzoru. Omezením uvedených senzorů byla nedefinovaná časová stabilita a reprodukovatelnost, jelikož z vyrobených pěti vzorků byly použitelné pouze dva, které dosahovaly rozdílných parametrů odezev.

Po odstranění problémů během výroby, sestavování a testování je tento systém plně funkční a lze jej využít pro elektronickou charakterizaci plynů nebo pro vývoj a charakterizaci nových typů senzorů plynů. Do budoucna by bylo dobré zaměřit se na nový způsob nanášení aktivní vrstvy, aby bylo možné zajistit reprodukovatelnost senzorů, časovou stálost, popřípadě nastavení selektivity senzoru. Při návrhu nového měřicího systému by bylo vhodné minimalizovat omezení uvedené v kapitole 4 z důvodu univerzálnosti systému.

Použitá literatura

- [1] S. K. Rai, F. Yang, K. Kao, A. Agarwal, S. J. Gwo a J. A. Yeh, „Pentacene Coated Atop of Ultrathin InN Gas Sensor Device for the Selective Sensing of Ammonia Gas for Liver Malfunction Application,“ *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, č. Q3208-Q3214, 2018.
- [2] S. Pandey, „Highly sensitive and selective chemiresistor gas/vapor sensors based on polyaniline nanocomposite: A comprehensive review,“ v *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, Hanoi, Vietnam: Vietnam National University, Hanoi, 2016, p. 431÷453.
- [3] P. L. T. K. Thara Seesaard, „Development of Fabric-Based Chemical Gas Sensors for Use as Wearable Electronic Noses,“ 16 Leden 2015. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/15/1/1885/htm#>. [Přístup získán 4 Březen 2020].
- [4] prof. RNDr. Jiří Barek, CSc., prof. Ing. Karel Štulík, DrSc. a RNDr. Eva Juláková, CSc., SENZORY, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha, 2007, ISBN: 978-80-86238-20-3.
- [5] p. I. M. H. C. „11. Senzory chemických veličin,“ 2016. [Online]. Available: https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/61968/mod_resource/content/2/11_Senzory%20chemickych%20velicin_2016.pdf. [Přístup získán 16 Březen 2020].
- [6] S. S. Ltd, „Introduction to Electrochemical (EC) Gas Sensors,“ 1 Únor 2007. [Online]. Available: <https://www.sgxsensortech.com/content/uploads/2014/08/Introduction-to-Electrochemical-EC-Gas-Sensors1.pdf>. [Přístup získán 2 Květen 2020].
- [7] I. Analog Devices, „Electrochemical Gas Measurement System with Sensor Diagnostics,“ [Online]. Available: <https://www.analog.com/media/en/reference-design-documentation/reference-designs/CN0429.pdf>. [Přístup získán 2 Květen 2020].
- [8] „QCM Sensors,“ Quartz Pro, 2013. [Online]. Available: <http://www.quartzpro.com/category.html/qcm-sensors-2>. [Přístup získán 17 březem 2020].
- [9] I.-Y. Y.-S. J.-C. Trieu-Vuong, „A review on non-dispersive infrared gas sensors: Improvement of sensor detection limit and interference correction,“ 2016. [Online]. Available:

-
- <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925400516303343?via%3Dihub>. [Přístup získán 2 Květen 2020].
- [10] C. doc. Ing. Tomáš Bartovský, „Infračervené analyzátořy plynů,“ *AUTOMA*, ISSN: 1210-9592, říjen 2013.
- [11] M. Šťastný, M. Krondák, R. Volf, V. Král, „VODIVOSTNÍ SENZOR PLYNŮ,“ 2009. [Online]. Available: https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/09_vodivostni_senzory.pdf?redirected. [Přístup získán 17 Březen 2020].
- [12] J. M. Rheume a A. P. Pisano, A review of recent progress in sensing of gas concentration, University of California, Berkeley, 2011, DOI: 10.1007/s11581-010-0515-1.
- [13] H. Kindler a K.-D. Haim, Grundzusammenhänge der Elektrotechnik: Ladungen - Felder - Netzwerke, Wiesbaden: Viewegs Fachbücher der Technik, 2006, ISBN-10: 3-8348-0158-5.
- [14] a. TESLA BLATNÁ, „Kombinovaná senzorová platforma KBI2,“ [Online]. Available: http://www.tesla-blatna.cz/_soubory/katalogovy_list_kbi2.pdf. [Přístup získán 20 Březen 2020].
- [15] Jordi Fonollosa, Irene Rodríguez-Luján a Ramón Huerta, „Chemical gas sensor array dataset,“ 17 Únor 2015. [Online]. Available: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S2352340915000050?token=1B69FBB3E1D06DC5D599AE4AD770D766F0742D52BB99406C5105C1E942ECBE018D2AC7574D6E329CBA67859DF7EF07BD>. [Přístup získán 11 Březen 2020].
- [16] „GDM-8255A-Gwinstek,“ Good Will Instrument Co., [Online]. Available: <https://www.gwinstek.com/en-GB/products/detail/GDM-8255A>. [Přístup získán 10 Leden 2020].
- [17] L. Lojek, „Volba vhodného průtokoměru je pro přesné a spolehlivé měření klíčová,“ *AUTOMA*, ISSN: 1210-9592, Prosinec 2017.
- [18] L. Lojek, K. Kadlec a M. Ing. Šilhavý, „Měření průtoků,“ *AUTOMA*, ISSN: 1210-9592, Listopad 2010.
- [19] F. Ing. Kinovič, R. Ing. Káňa a K. doc. Ing. Kadlec, CSc., „Tepelné hmotnostní průtokoměry a regulátory,“ *AUTOMA*, ISSN: 1210-9592, Prosinec 2003.
-

- [20] Bronkhorst High-Tech, „Thermal mass flow measurement principle for gases,“ Bronkhorst, Říjen 2019. [Online]. Available: <https://www.bronkhorst.com/int/service-support/technologies/thermal-mass-flow-sensor-for-gases-bypass/>. [Přístup získán 22 Únor 2020].
- [21] D. Ramasamy, S. Mahendran, K. Kadirgama a M. M. Noor, „DESIGN OF COMPRESSED NATURAL GAS MIXER USING COMPUTATIONAL FLUID DYNAMICS,“ *National Conference in Mechanical Engineering Research and Postgraduate Students*, č. ISBN: 978-967-5080-9501, p. 614÷620, 2010.
- [22] „Valco 1/4" Common Outlet Selectors,“ Valco Instruments Co. Inc., [Online]. Available: https://www.vici.com/vval/sc_4.php#4-pos. [Přístup získán 10 Leden 2020].
- [23] C. prof. Ing. Vladimír Haasz, „MĚŘICÍ SYSTÉMY, A2B38EMB,“ 2017. [Online]. Available: https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/56680/mod_resource/content/1/EMB-Predn_14tisk-upr.pdf. [Přístup získán 9 Březen 2020].
- [24] „LabVIEW - National Instruments,“ National Instruments, [Online]. Available: <https://www.ni.com/cs-cz/shop/labview.html>. [Přístup získán 9 Březen 2020].
- [25] „Simulink - Simulation and Model-Based Design - MATLAB & Simulink,“ The MathWorks, Inc., 2020. [Online]. Available: <https://www.mathworks.com/products/simulink.html>. [Přístup získán 9 Březen 2020].
- [26] „Tektronix PWS4000 USB Programmable DC Power Supply | Tektronix,“ TEKTRONIX, INC., [Online]. Available: <https://www.tek.com/pws4000-dc-power-supply>. [Přístup získán 10 Leden 2020].
- [27] „FLOW-BUS | Bronkhorst,“ Bronkhorst High-Tech B.V., [Online]. Available: <https://www.bronkhorst.com/int/service-support/technologies/digital-fieldbus-technology/flow-bus/>. [Přístup získán 9 Leden 2020].
- [28] I. V. J. Ph.D., „KOMUNIKAČNÍ ROZHRANÍ, A2B34IAE,“ 8 Listopad 2011. [Online]. Available: <https://moodle.fel.cvut.cz/mod/resource/view.php?id=56426>. [Přístup získán 9 Březen 2020].
- [29] „GPIB Instrument Control - National Instruments,“ National Instruments, 14 Leden 2020. [Online]. Available: <http://www.ni.com/tutorial/2761/en/>. [Přístup získán 17 Leden 2020].

-
- [30] Binasco office, „Gas Sensor Test System,“ Kenosistec Srl, [Online]. Available: http://www.kenosistec.com/en/product_card.php?id=9&categoria=1. [Přístup získán 12 Březen 2020].
- [31] „Keithley 2400 SourceMeter SMU Instruments | Tektronix,“ TEKTRONIX, INC., [Online]. Available: <https://www.tek.com/keithley-source-measure-units/keithley-smu-2400-series-sourcemeter>. [Přístup získán 10 Leden 2020].
- [32] Figaro, „TGS 826 (05/04).indd - TGS 826 (05_04).pdf,“ Duben 2004. [Online]. Available: http://www.figarosensor.com/product/docs/TGS%20826%20%2805_04%29.pdf. [Přístup získán 22 Duben 2020].
- [33] Pyreos, „Pyreos-Analog-TO-Sensor-Two-Channels-Datasheet.pdf,“ 2019. [Online]. Available: <https://pyreos.com/wp-content/uploads/2020/04/Pyreos-Analog-TO-Sensor-Two-Channels-Datasheet.pdf>. [Přístup získán 22 Duben 2020].
- [34] S. Sensors, „DGS-NO2-968-043_9-6-17.pdf,“ 2017. [Online]. Available: https://www.spec-sensors.com/wp-content/uploads/2017/01/DGS-NO2-968-043_9-6-17.pdf. [Přístup získán 2 Květen 2020].
- [35] Alexandr Laposa, Jiri Kroutil, Marina Davydova, Marina Davydova, Andrew Taylor, Jan Voves a Ladislav Klimsa, Jaromir Kopecek, Miroslav Husak, „Inkjet Seeded CVD-Grown Hydrogenated Diamond Gas Sensor Under UV-LED Illumination,“ *IEEE SENSORS JOURNAL VOL. 20, NO. 3*, 1 Únor 2020.
- [36] „EL-FLOW Prestige FG-201CV mass flow meter | Bronkhorst,“ Bronkhorst High-Tech B.V., [Online]. Available: <https://www.bronkhorst.com/int/products/gas-flow/el-flow-prestige/fg-201cv/>. [Přístup získán 9 Leden 2020].
- [37] „854-XX-XXX-30-001101 - Interconnect SLC Header | Mill-Max Mfg. Corp.,“ Mill-Max Mfg. Corp., [Online]. Available: <https://www.mill-max.com/products/socket/854-xx-xxx-30-001101>. [Přístup získán 5 Leden 2020].
- [38] V. Záhlava a J. Vobecký, *Elektronika, Součástky a obvody, principy a příklady*, Praha: Grada Publishing, 2005, ISBN: 80-247-1241-5.
- [39] „LabVIEW - National Instruments,“ National Instruments, [Online]. Available: <https://www.ni.com/cs-cz/shop/labview.html>. [Přístup získán 9 Leden 2020].

Seznam příloh

Tištěné

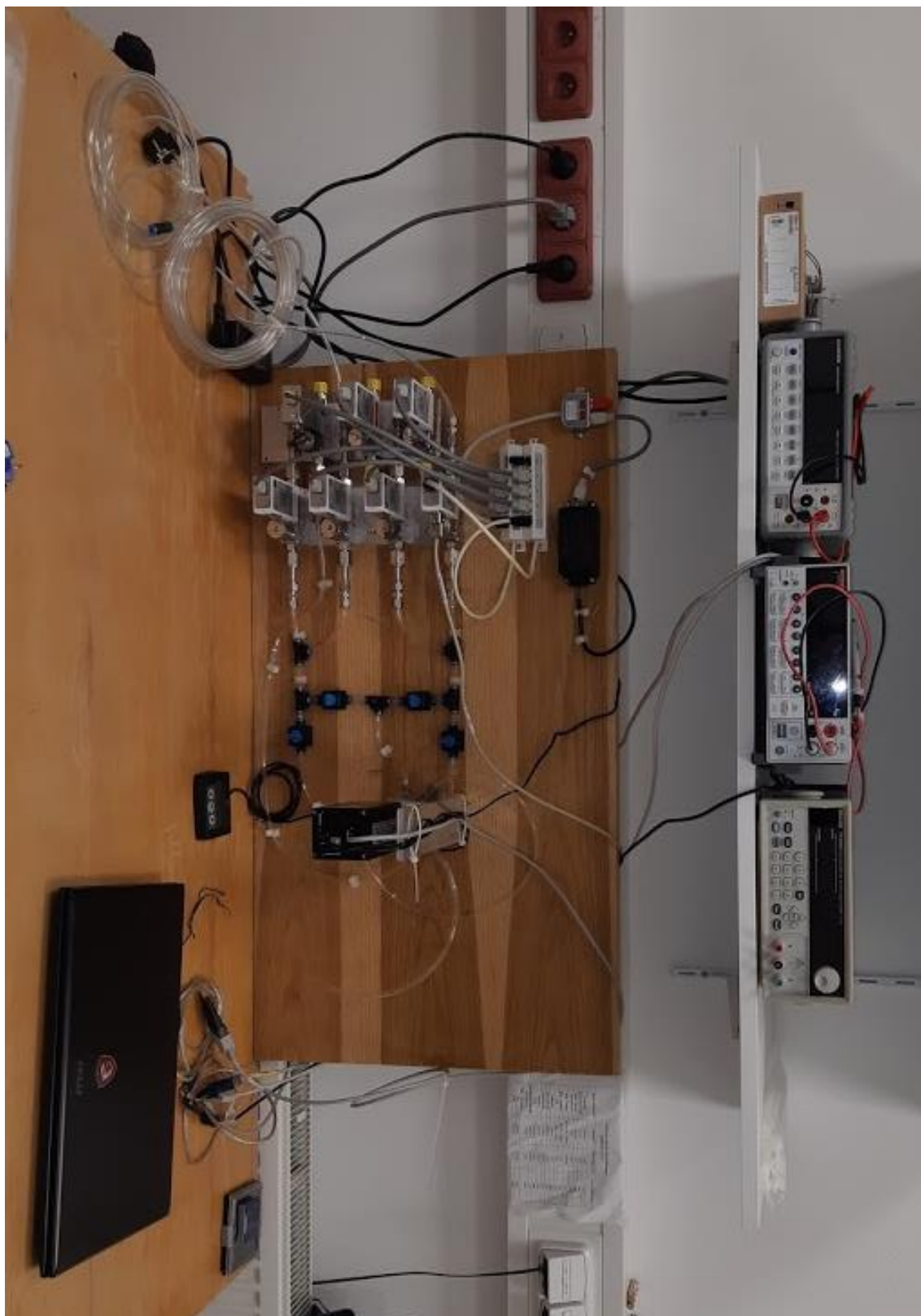
I.	Fotografie kompletního systému	77
II.	Ovládací část programu	78
III.	Fotografie testovací komory s komerčními senzory	79
IV.	Průběhy výstupního napětí U_{gas} senzoru PY2055.....	80
V.	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na amoniak NH_3 při změně teploty	81
VI.	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na oxid dusičitý NO_2 při změně teploty.....	82
VII.	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace plynu	83
VIII.	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na amoniak NH_3 při změně teploty	84
IX.	Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na oxid dusičitý NO_2 při změně teploty.....	86
X.	Výkres základny testovací komory.....	88
XI.	Výkres testovací části komory.....	89
XII.	Výkres uchycení DPS testovací komory	90
XIII.	Výkres profilu pro upevnění průtokoměrů	91
XIV.	Výkres profilu pro selekční ventil.....	92
XV.	Výkres držáku pro ruční ventily	93

Obsah disku

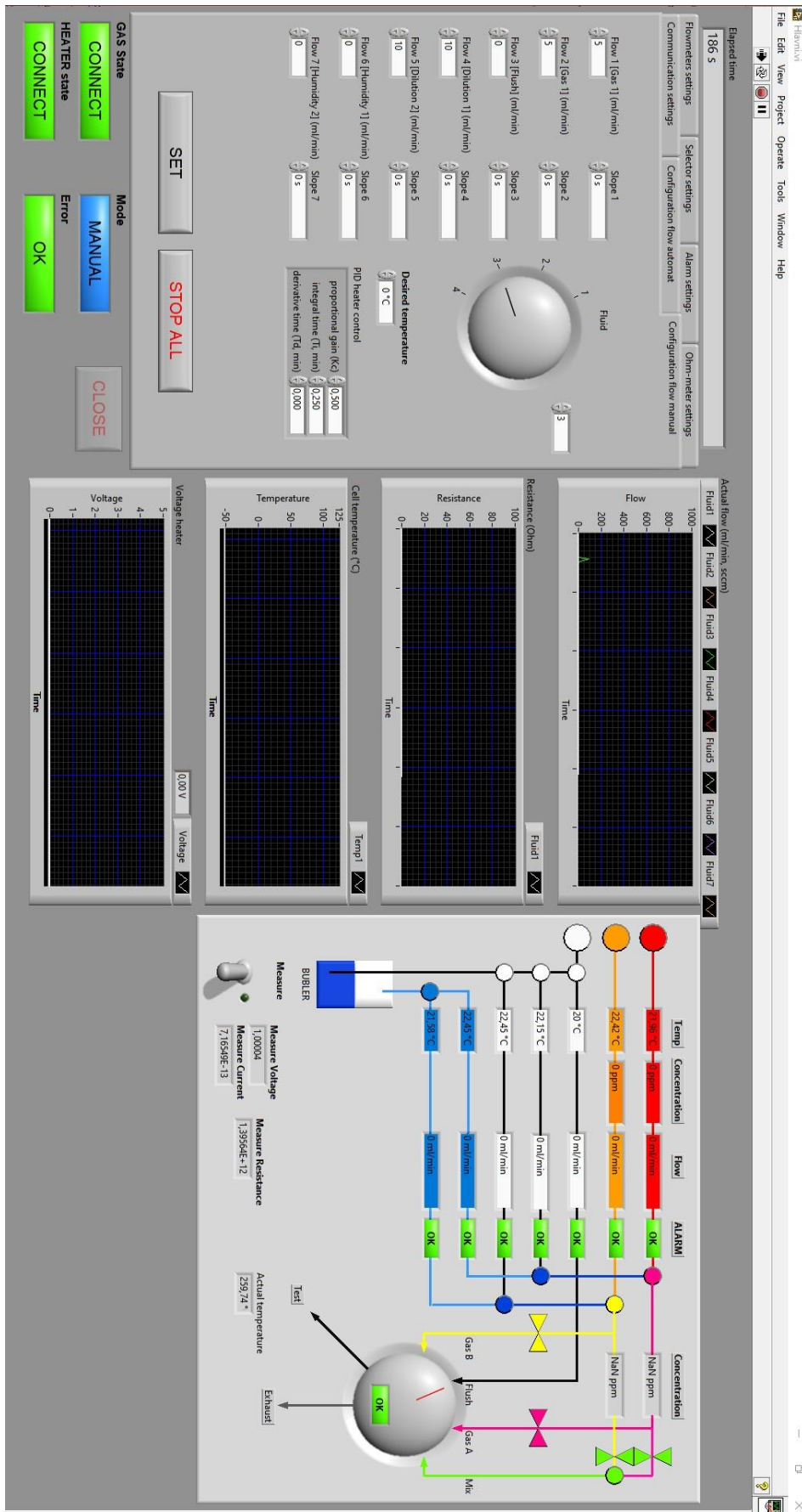
- 1) Návrh a realizace systému pro elektronickou detekci a charakterizaci plynů.pdf
- 2) Ovládací program LabVIEW
 - a. Hlavni_program.vi – Hlavní program pro řízení systému
 - b. Vytvoreni_procedury.vi – Jednoduchý program pro vytvoření procedury pro automatický běh
 - c. instr.lib – Knihovna driverů pro komunikaci s přístroji
- 3) Výkresy komponent
 - a. Profil pro průtokoměry.pdf – Profil pro uchycení průtokoměrů EL-FLOW
 - b. Držák pro selekční ventil.pdf – Držák ventilu pro kolmou montáž
 - c. Držák pro manuální ventil.pdf – Držák pro ventil HE_2_QS_6
 - d. Kompletní komora sestavy.pdf –Kompletní sestava testovací komory
 - e. Základna komory.pdf – Základna testovací komory
 - f. Testovací část komory.pdf – Testovací část testovací komory
 - g. Uchycení DPS.pdf – Uchycení DPS testovací komory

Přílohy

I. Fotografie kompletního systému



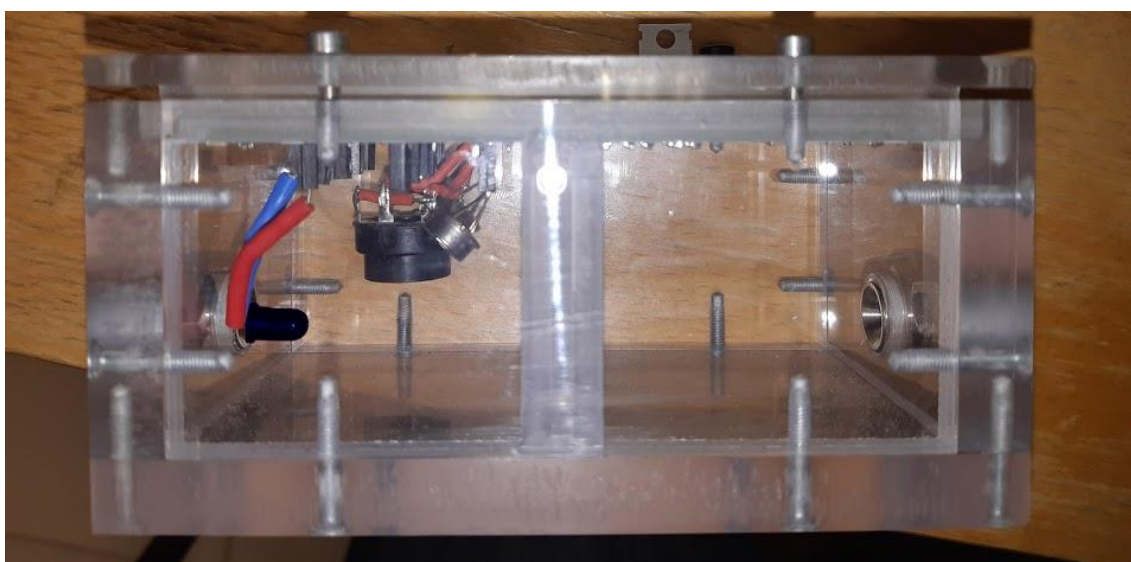
II. Ovládací část programu



III. Fotografie testovací komory s komerčními senzory



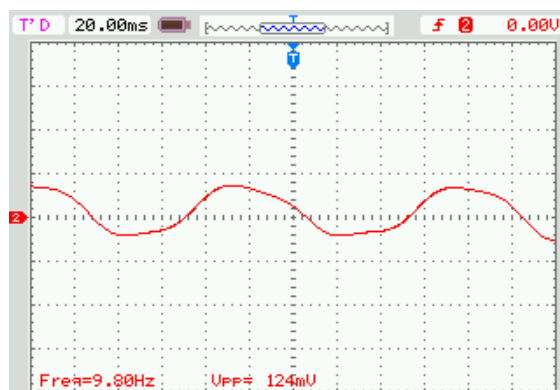
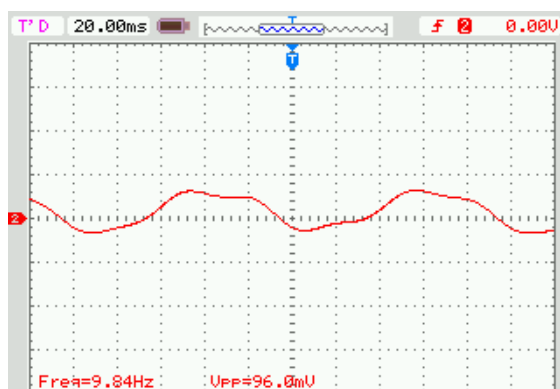
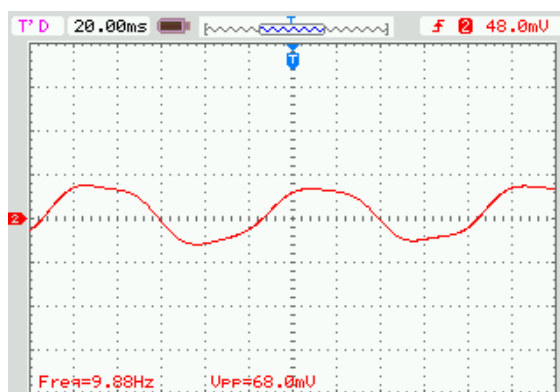
Obrázek III.1 Velká testovací komora se senzorem TGS 826



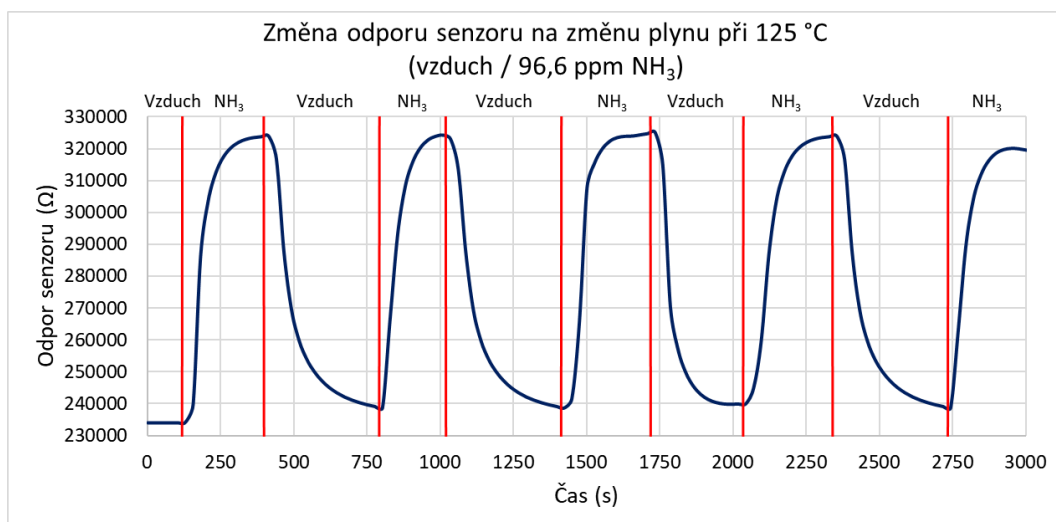
Obrázek III.2 Fotografie velké testovací komory se senzorem PY2055 s IR LED zdrojem



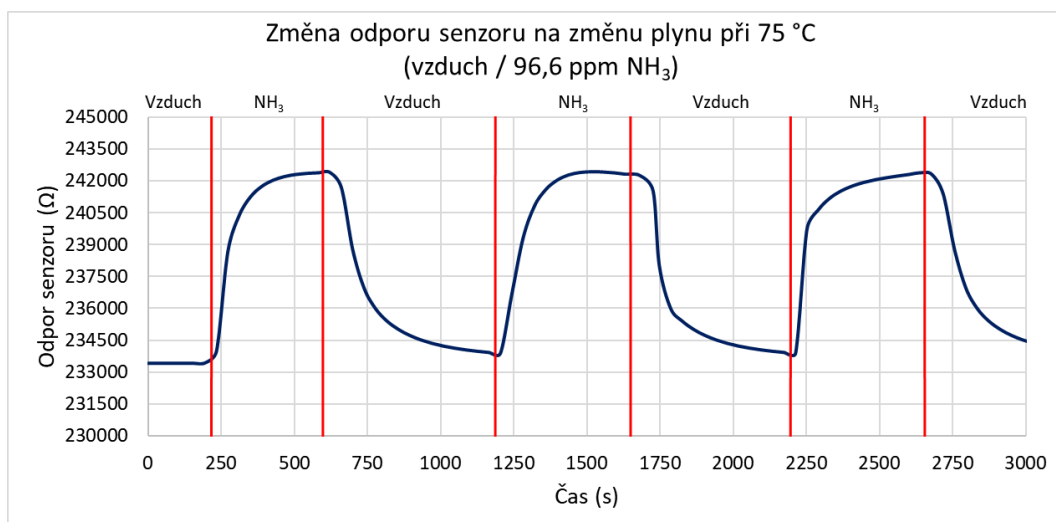
Obrázek III.3 Fotografie velké testovací komory se senzorem DGS-NO2 968-043

IV. Průběhy výstupního napětí U_{gas} senzoru PY2055Graf IV.1 Průběhy napětí U_{gas} senzoru PY2055 pro 0 ppm NO_2 Graf IV.2 Průběhy napětí U_{gas} senzoru PY2055 pro 49,8 ppm NO_2 Graf IV.3 Průběhy napětí U_{gas} senzoru PY2055 pro 99,6 ppm NO_2

V. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na amoniak NH_3 při změně teploty

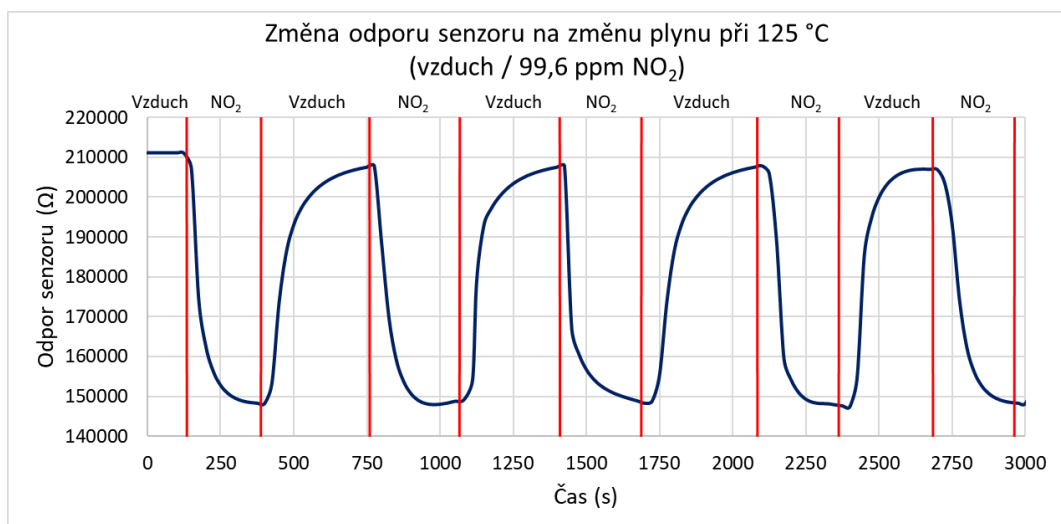


Graf V.4 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 125 °C

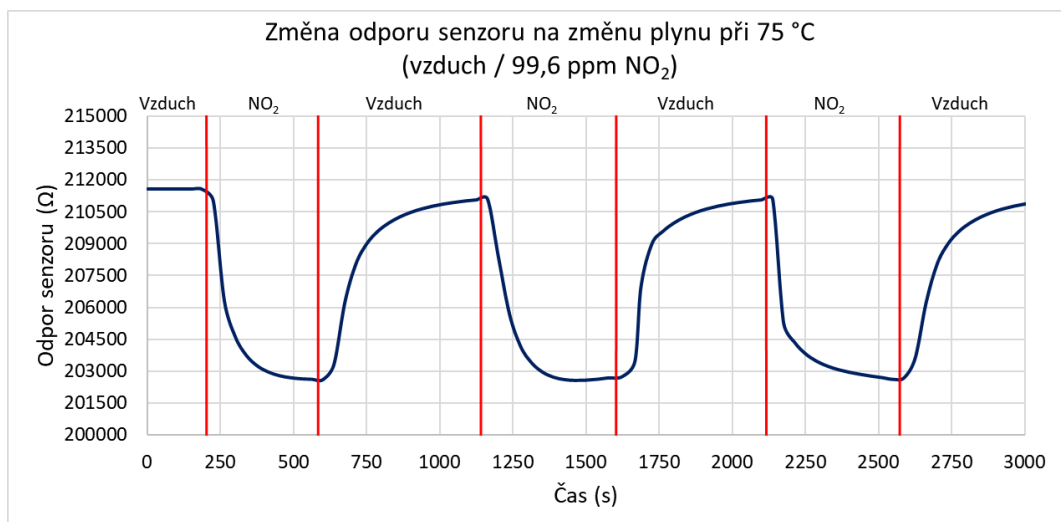


Graf V.5 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 75 °C

VI. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na oxid dusičitý NO_2 při změně teploty

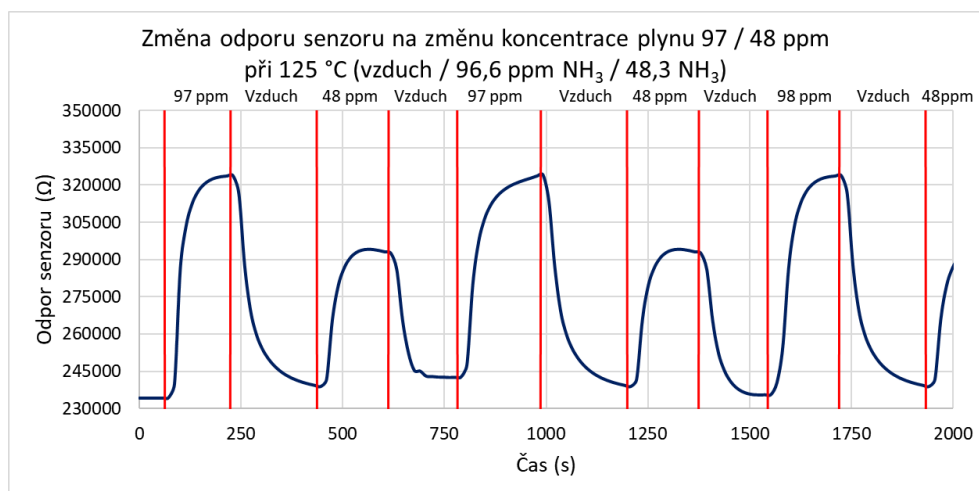


Graf VI.6 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 125 °C

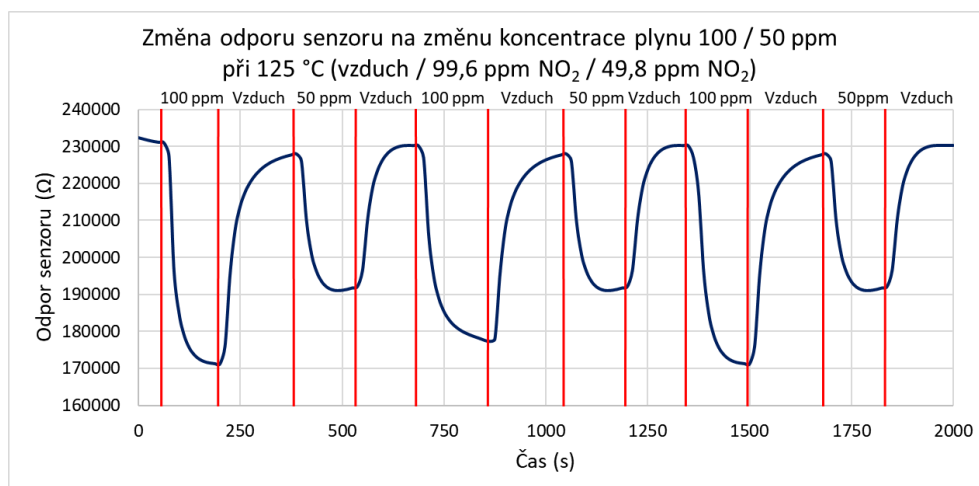


Graf VI.7 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 75 °C

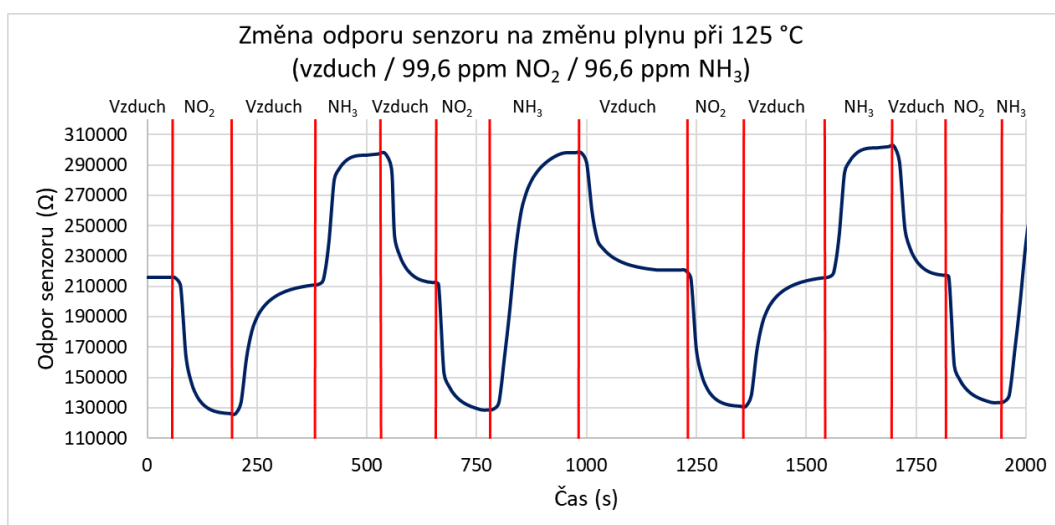
VII. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 3 na změnu koncentrace plynu



Graf VII.8 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 125 °C

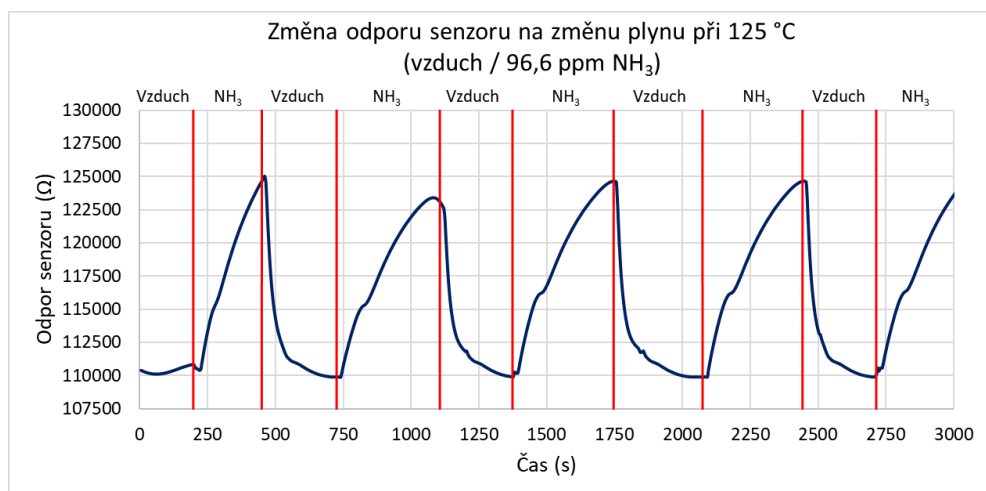


Graf VII.9 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 125 °C

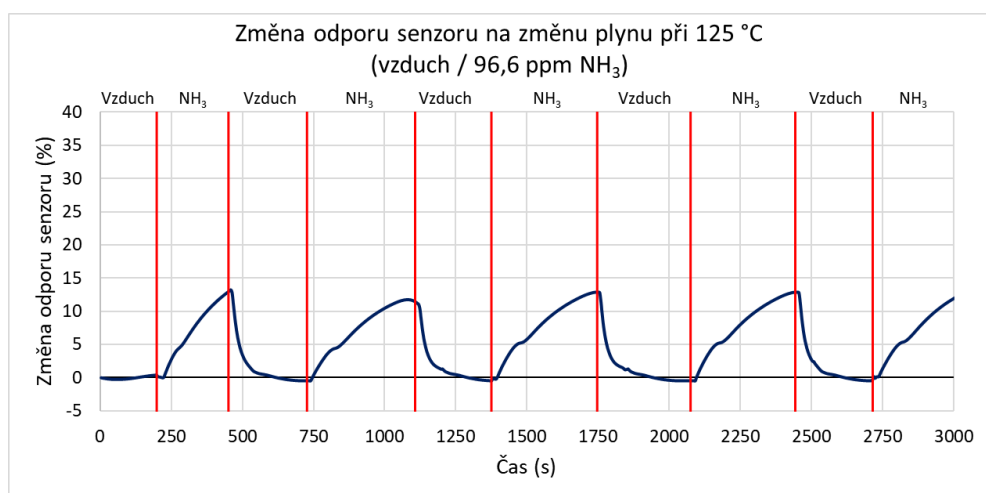


Graf VII.10 Závislost odporu vzorku č. 3 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ a NH₃ při 125 °C

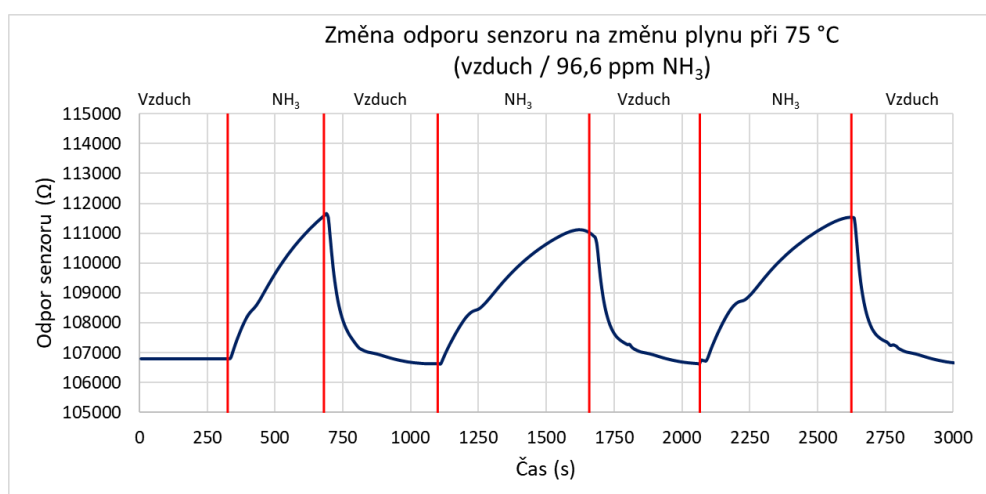
VIII. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na amoniak NH_3 při změně teploty



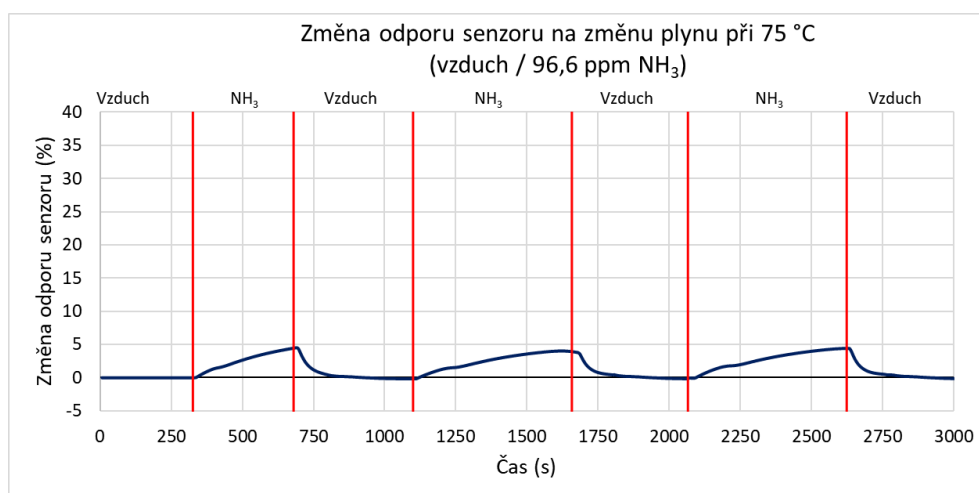
Graf VIII.11 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 125 °C



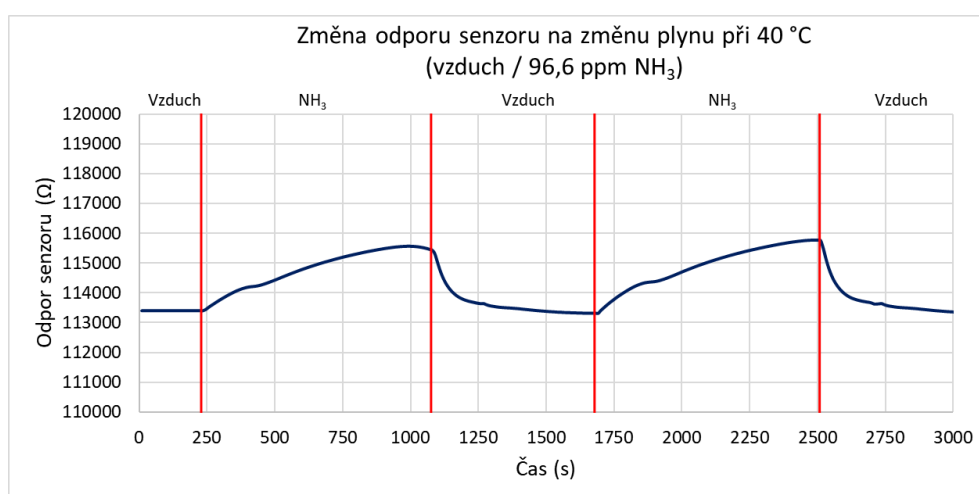
Graf VIII.12 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 125 °C



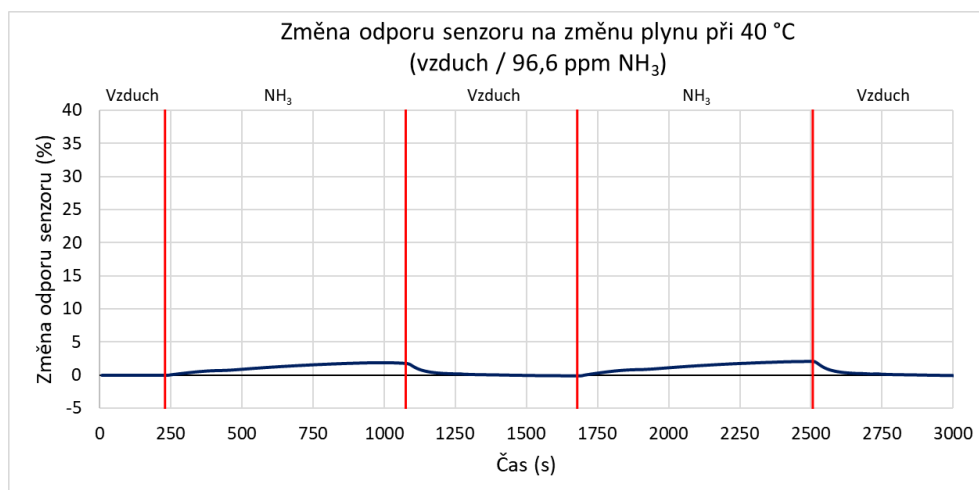
Graf VIII.13 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH_3 při 75 °C



Graf VIII.14 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 75 °C

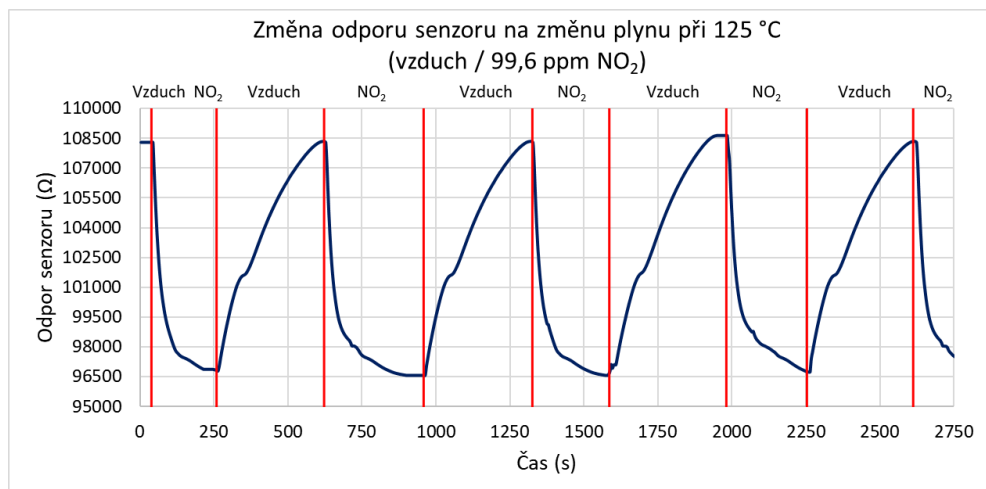


Graf VIII.15 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 40 °C

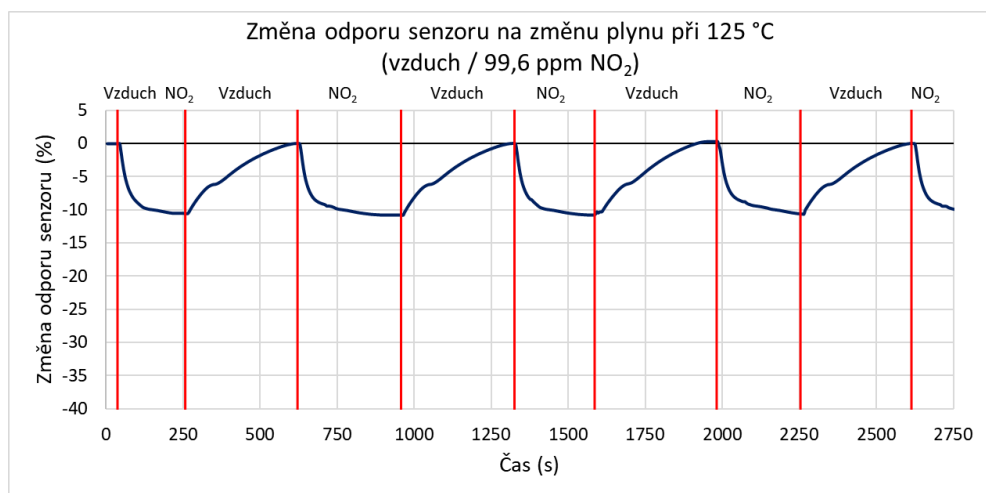


Graf VIII.16 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NH₃ při 40 °C

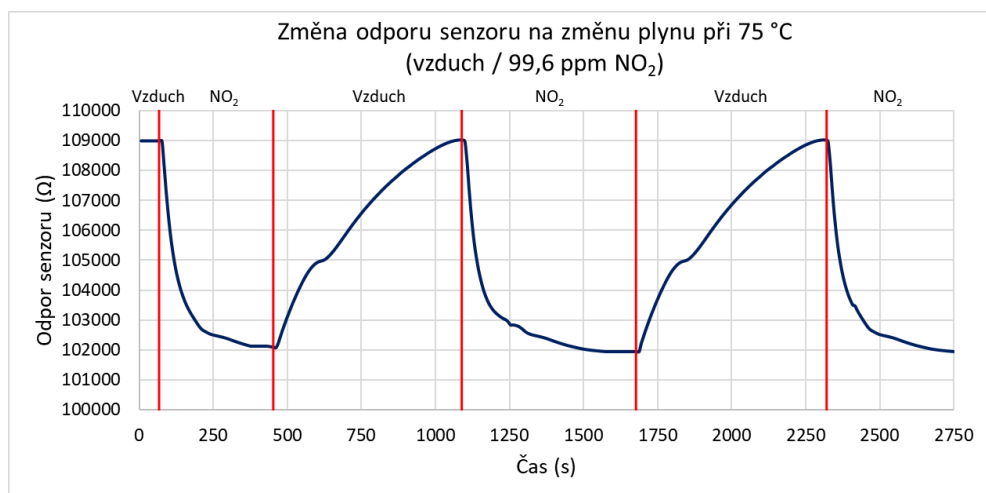
IX. Měření reakce laboratorního vzorku číslo 5 na oxid dusičitý NO_2 při změně teploty



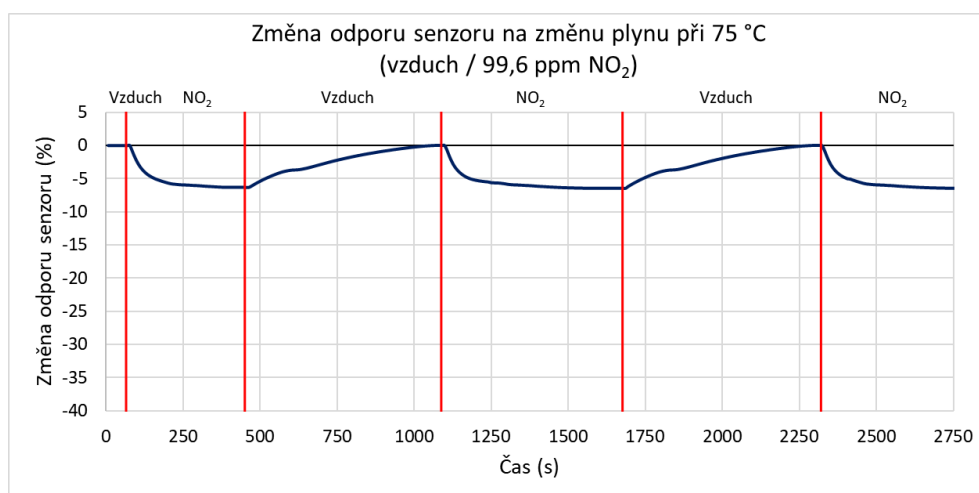
Graf IX.17 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 125 °C



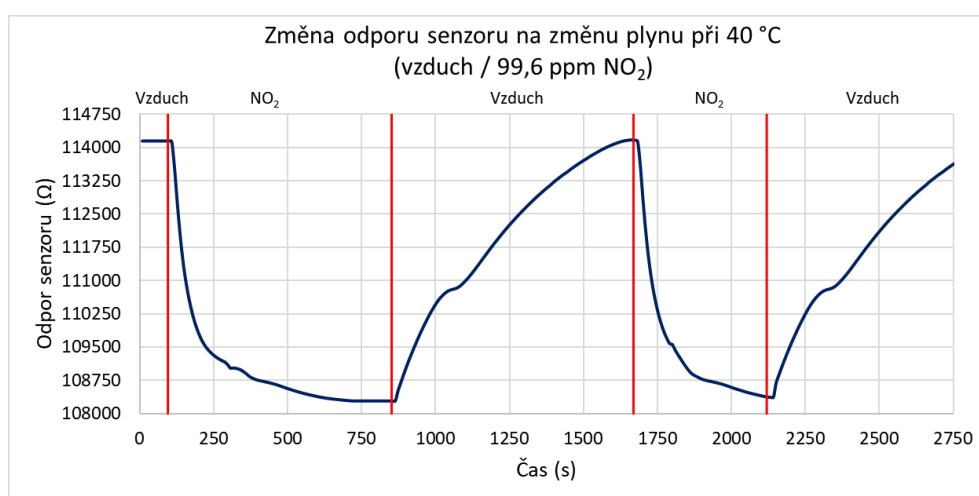
Graf IX.18 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 125 °C



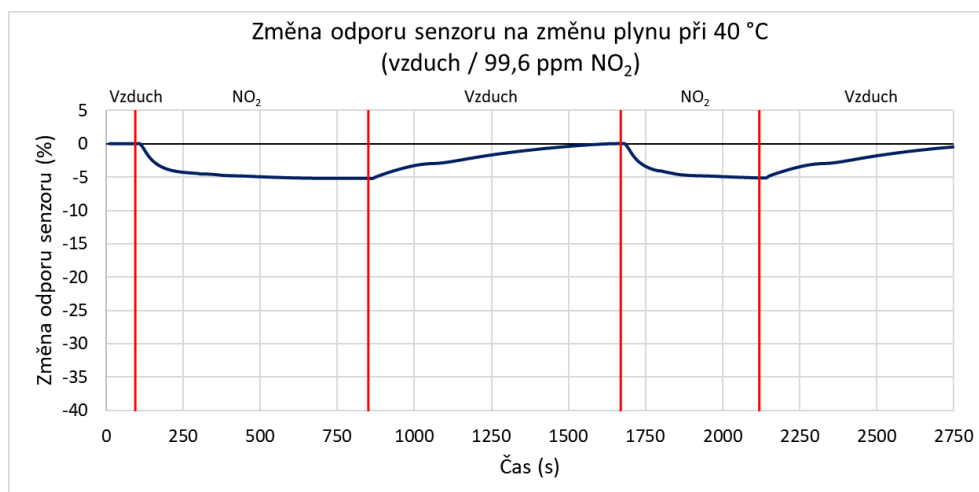
Graf IX.19 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO_2 při 75 °C



Graf IX.20 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 75 °C



Graf IX.21 Závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 40 °C



Graf IX.22 Procentuální závislost odporu vzorku č. 5 na čase při změně koncentrace plynu NO₂ při 40 °C

X. Výkres základny testovací komory

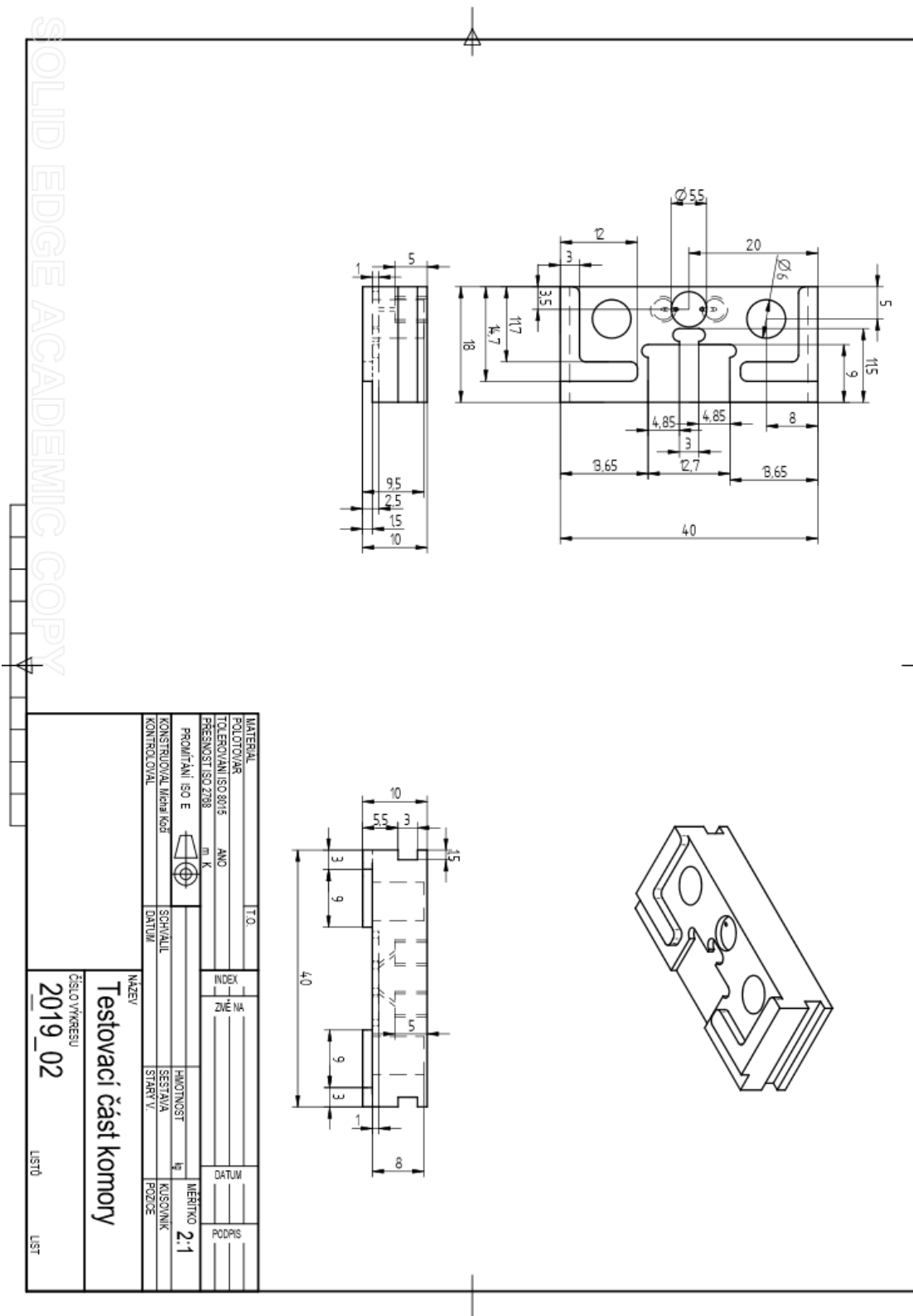
Technical Drawing Details:

- Isometric View (Top Left):** Shows the 3D structure of the base plate with chamfered edges. Dimensions include a chamfer angle of 2° and thicknesses of 0.75 mm.
- Top View (Center):** A detailed 2D plan view showing a rectangular plate with a total width of 50 mm and a total length of 35 mm. It features a central channel (width 17.5 mm, depth 2.7 mm) and four circular holes (diameter 7 mm). Chamfered corners are specified with a radius of R1.6 and a chamfer angle of 32°. Additional dimensions include 14.7 mm, 3.3 mm, 2.7 mm, 5.3 mm, 18 mm, 11 mm, 4 mm, 7 mm, 9 mm, 5 mm, 3.5 mm, 5 mm, 4 mm, and 5 mm.
- Right Side Views:** Two side views showing the profile of the base plate. The top right view shows a total height of 8 mm with a 6 mm wide top flange and a 1.75 mm wide bottom flange. The bottom right view shows a total height of 8 mm with a 6 mm wide top flange and a 1.75 mm wide bottom flange. Both views indicate a thickness of 0.75 mm and a 2 mm wide groove.

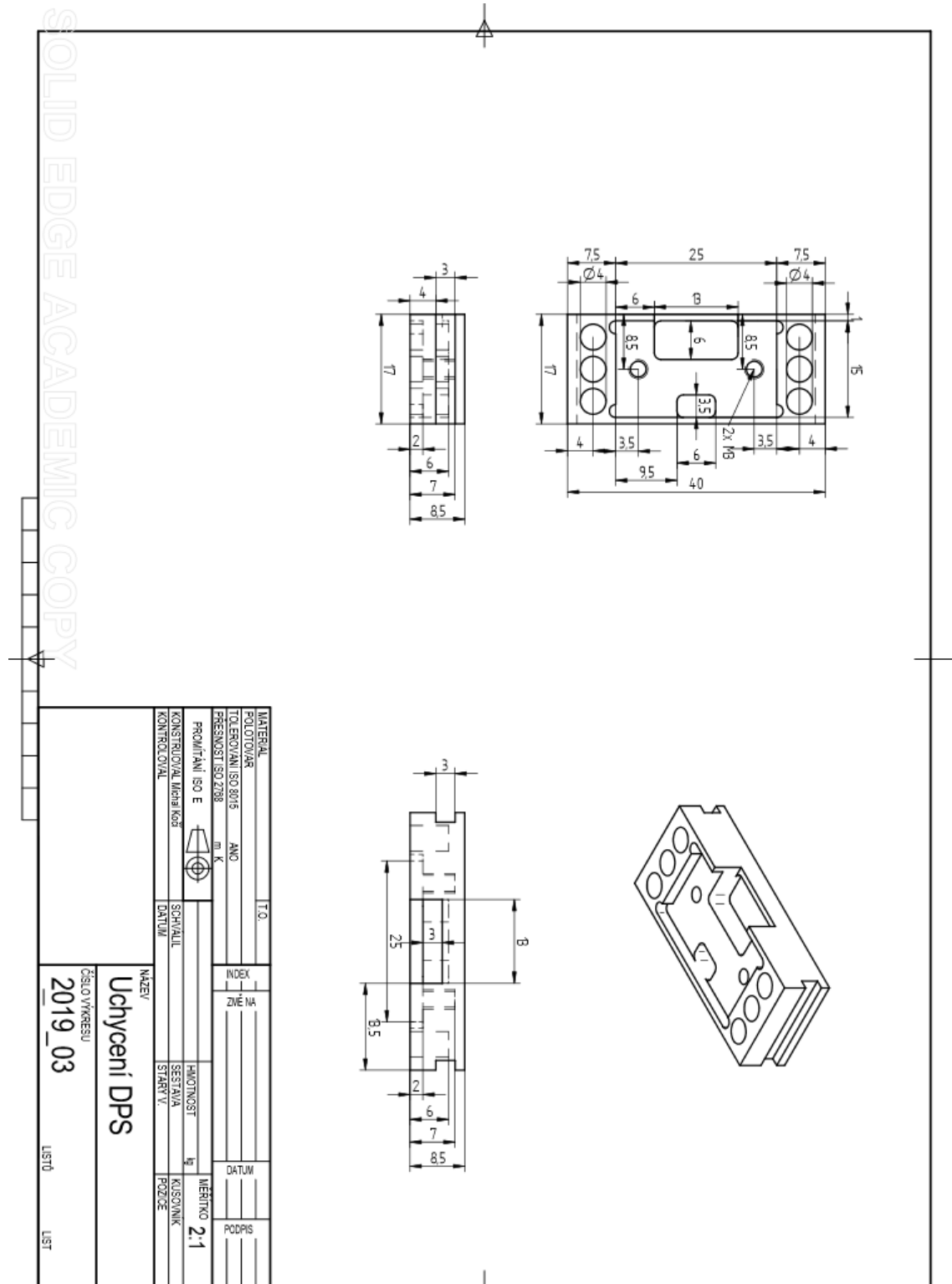
MATERIAL		T.O.	
POLOTOKAR			
TOLEROVANI ISO 8015	ANO	INDEX	
PRESNOST ISO 228	m. K	ZNAČKA	
PROJEKCIJE ISO E		DATEM	
KONSTRUKCNI MĚRIK	SCHVALL	PODPIS	
KONTROLOVAL	DÄTUM	PROJEKCIJE	

NAZEV	
Základna testovací komory	
ČÍSLO VÝKRESU	2019_01
LISTU	LIST

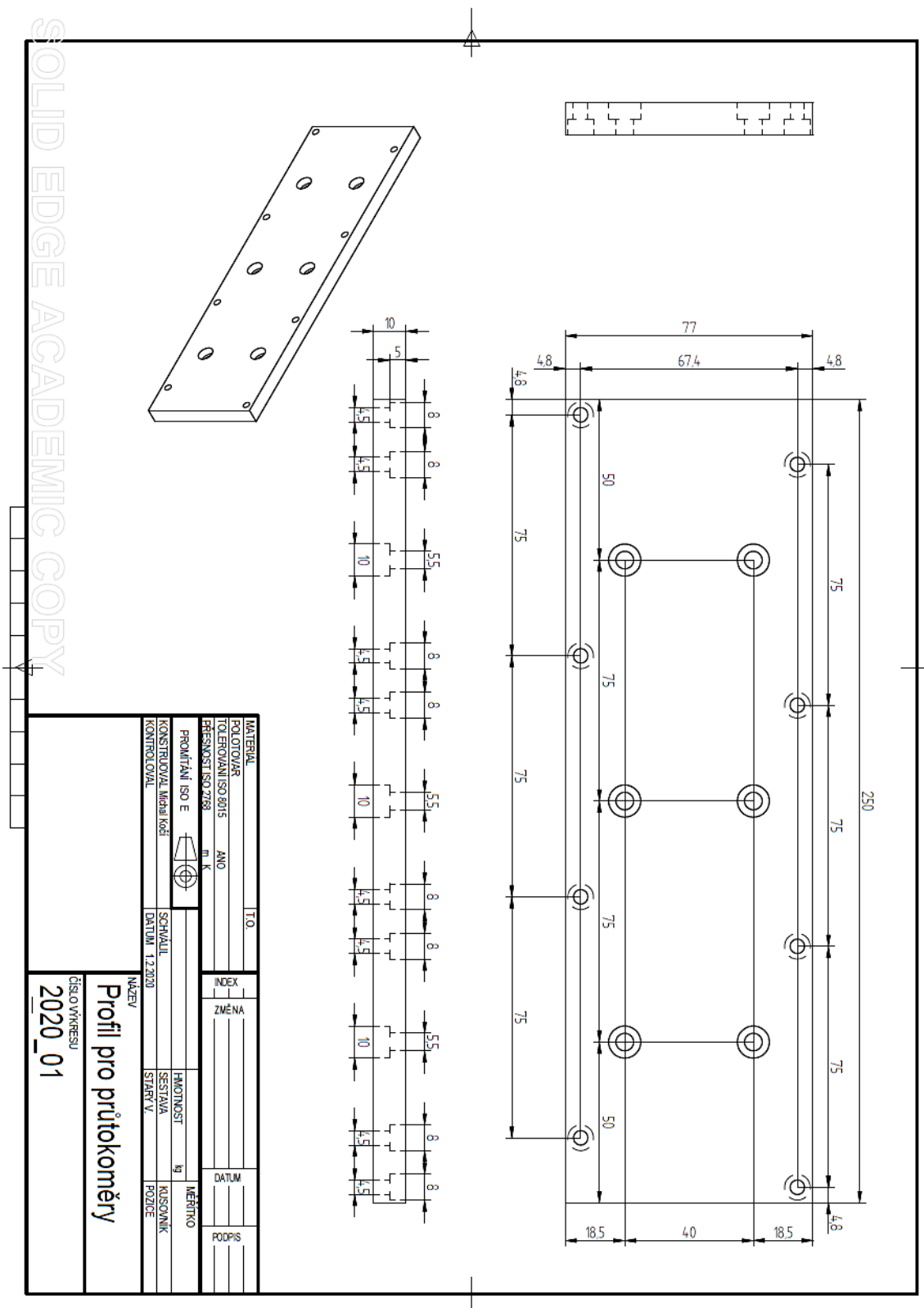
XI. Výkres testovací části komory



XII. Výkres uchycení DPS testovací komory



XIII. Výkres profilu pro upevnění průtokoměru



XIV. Výkres profilu pro selekční ventil

