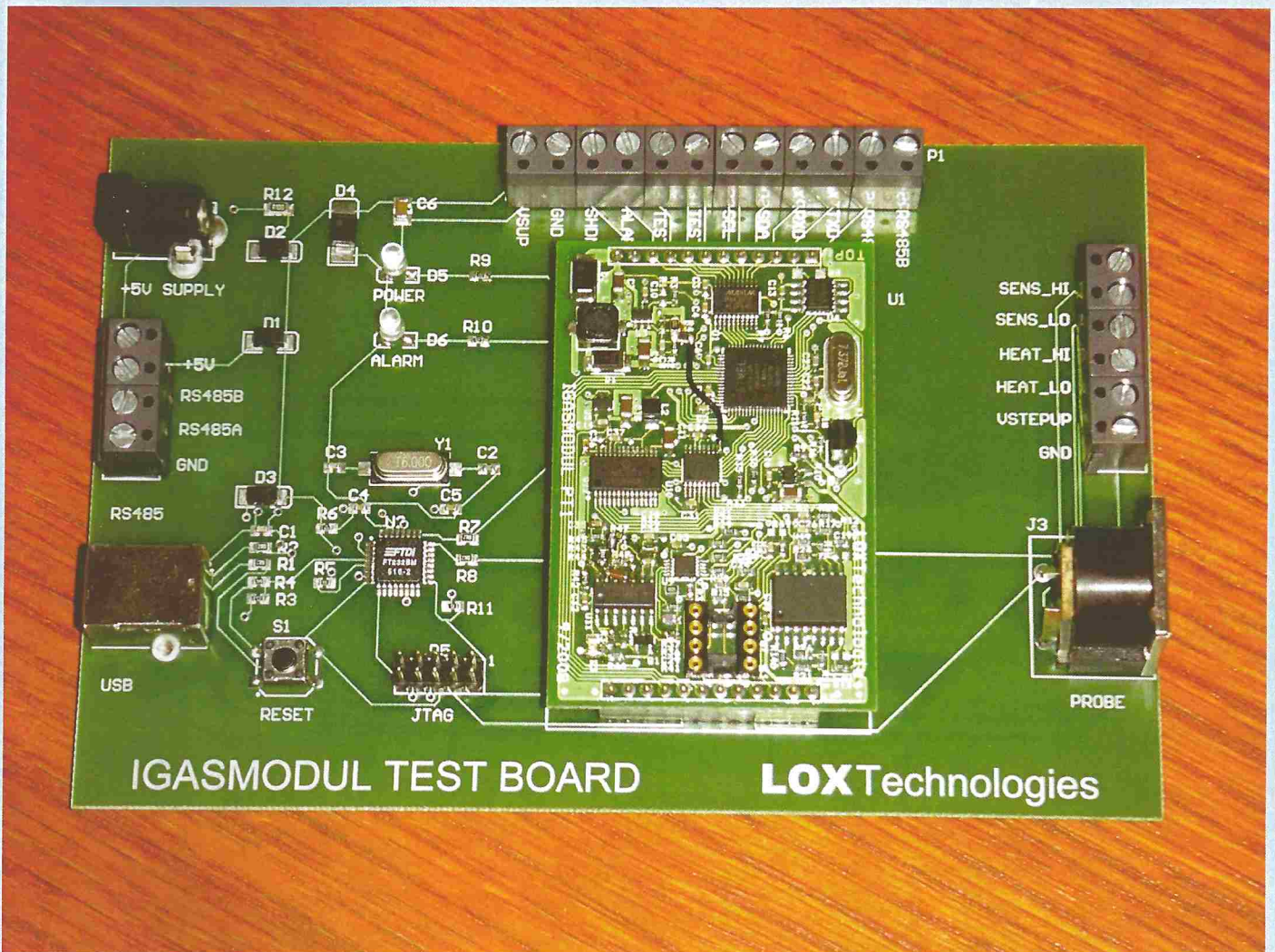


Metrológia 4/2012 a skúšobníctvo

ročník XVII

december 2012

číslo 4



ISSN 1335-2768

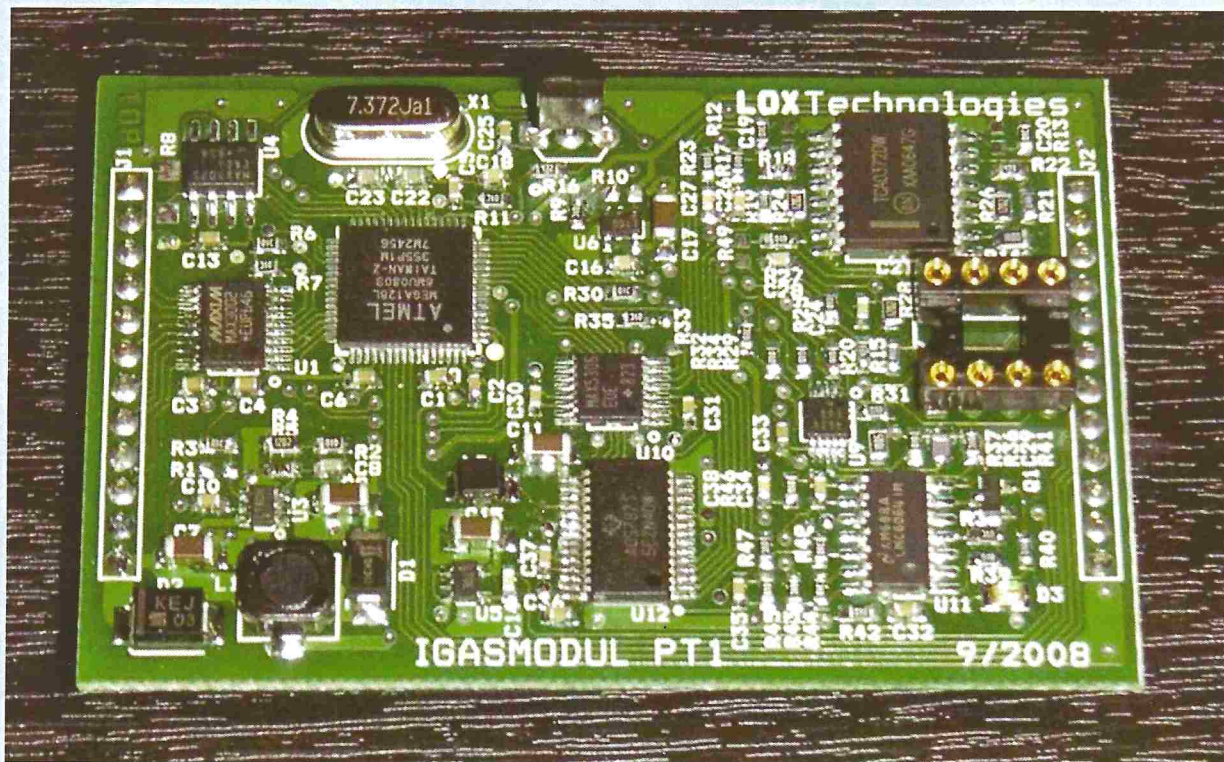


9 771335 276002

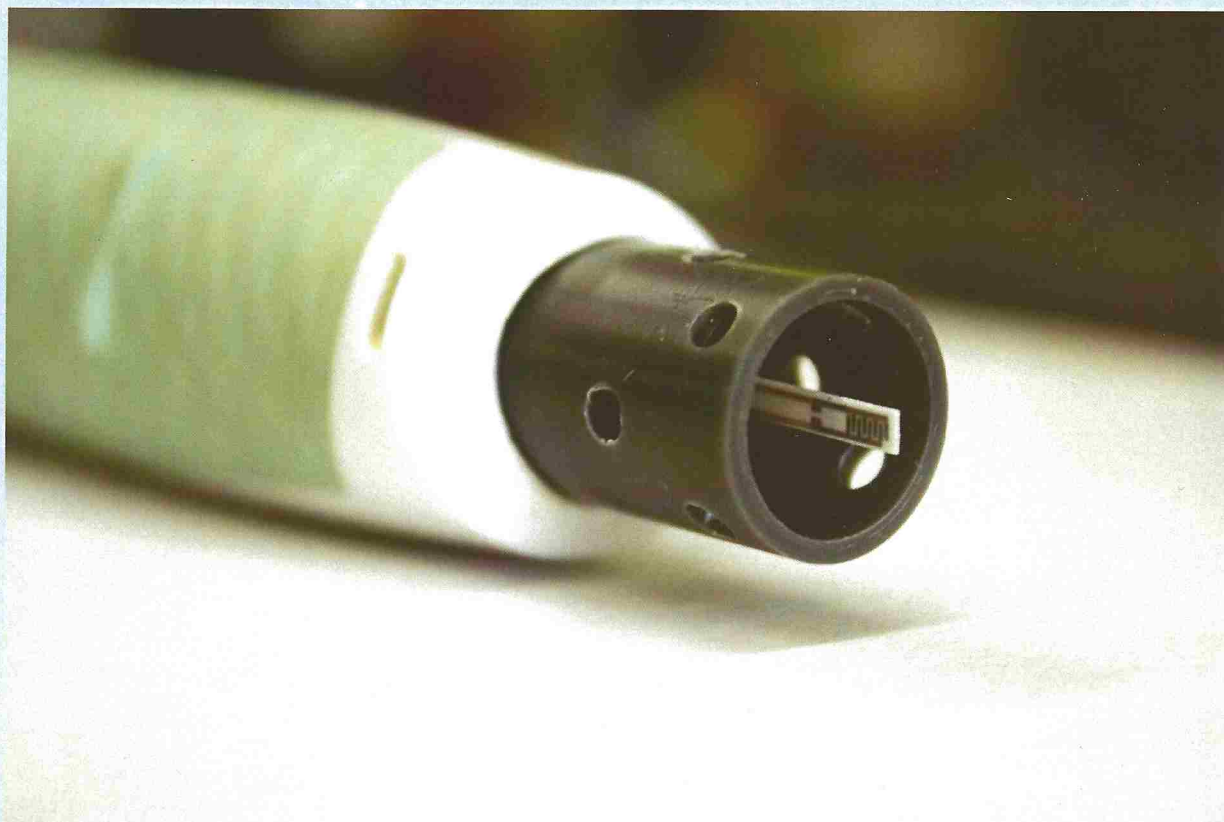
12

K článku Detekcia nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlučenín pomocou mikrosenzorových prvkov

(s. 3 – 9)



Inteligentný meračí modul realizovaný využitím SMT technológie



Meracia sonda so zabudovaným mikrosenzorovým čipom

OBSAH

Príhovor	2
----------------	---

VÝSKUM A VÝVOJ

• <i>Ivan Hotový, Martin Predanocý, Dalibor Búč, Eduard Burian</i> Detekcia nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín pomocou mikrosenzorových prvkov	3
• <i>Milan Tyšler, Jana Švehlíková, Jana Lenková</i> Elektrokardiografické zobrazovanie – nová metóda na neinvazívnu diagnostiku srdcových chorôb	10

ŠTÚDIE A PREHLADY

• <i>Peter Kukuča</i> Smart metering a metrologia	19
• <i>Luboš Kučera, Lukáš Faturík, Jozef Mudrák</i> <i>Miloš Ujlaky, Ondrej Pritula, Tomáš Peták</i> Možnosti zvyšovania kvalitatívnych parametrov kalibrácie a hodnotenia veľkoobjemových nádrží na uhľovodíkové palivá	23
• <i>Peter Pavlásek, Martin Koval, Stanislav Ďuriš</i> Vplyv homogenity na presnosť merania termoelektrickými snímačmi teploty	28
• <i>Pavol Doršic</i> Meranie a meradlá rýchlosti v cestnej doprave 4. časť: Často opakované otázky	35
• <i>A. A. Abduvaliev, G. A. Gaziev, A. B. Sadykov</i> Formovanie a rozvoj regulačných systémov v oblasti metrologie a skúšobníctva nezávislého Uzbekistanu	40

INFORMÁCIE

• <i>Ivan Mikulecký</i> 90 rokov od prístúpenia Československej republiky k Metrickej konvencii	42
• <i>Martin Halaj</i> Informácia o činnosti technickej komisie TK 110 Metrologia ...	44
• <i>Stanislav Ďuriš</i> Školenie auditorov COOMET v Moldavsku	45
• Ing. Arpád Gonda vymenovaný do funkcie generálneho riaditeľa SMU	46
• <i>Martin Halaj</i> Európsky metrologický program pre inovácie a výskum (EMPIR)	46
• Ponuka vzdelávacích aktivít v oblasti metrologie, systému manažérstva kvality a akreditácie laboratórií	47

CONTENTS

Editorial	2
-----------------	---

RESEARCH AND DEVELOPMENT

• <i>Ivan Hotový, Martin Predanocý, Dalibor Búč, Eduard Burian</i> Detection of low gas and organic vapours concentrations using microsensor elements	3
• <i>Milan Tyšler, Jana Švehlíková, Jana Lenková</i> Electrocardiographic imaging – a new method for noninvasive diagnostics of heart diseases	10

ESSAYS AND SURVEYS

• <i>Peter Kukuča</i> Smart metering and metrology	19
• <i>Luboš Kučera, Lukáš Faturík, Jozef Mudrák</i> <i>Miloš Ujlaky, Ondrej Pritula, Tomáš Peták</i> Possibility of increase of calibration quality parameters and assessment of large volume tanks for hydrocarbon fuels	23
• <i>Peter Pavlásek, Martin Koval, Stanislav Ďuriš</i> Influence of homogeneity on accuracy of measurement by thermoelectric temperature sensors	28
• <i>Pavol Doršic</i> Measurement and measuring instruments for speed in road traffic. Part 4: Frequently asked questions	35
• <i>A. A. Abduvaliev, G. A. Gaziev, A. B. Sadykov</i> Formation and development of measuring regulation system and testing of independent Uzbekistan.	40

INFORMATION

• <i>Ivan Mikulecký</i> 90 Anniversary of accession to Metric Convention	42
• <i>Martin Halaj</i> Information on activity of Technical Committee 110 Metrology	44
• <i>Stanislav Ďuriš</i> Training of COOMET auditors in Moldavia	45
• Ing. Arpád Gonda, appointed as director general of Slovak Institute of Metrology	46
• <i>Martin Halaj</i> The European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR)	46
• Offer of education activities in the field of metrology, QMS and laboratory accreditation	47

Všetky články časti Výskum a vývoj boli recenzované.

Foto na obálke: Integrácia inteligentného meracieho modulu na meracej doske spolu s fyzickou vrstvou. K článku Detekcia nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín pomocou mikrosenzorových prvkov (s. 3–9)

All articles of the section Research and Development were reviewed.

Photo on cover: Integration of the intelligent measuring module on the measuring board together with physical layer. Illustration to the article Detection of low gas and organic vapours concentrations using microsensor elements, pp. 3-9.

Vydáva: Úrad pre normalizáciu, metrologiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky, Štefanovičova 3, 810 05 Bratislava 15

Redakčná rada

RNDr. Ing. Ján BARTL, CSc.
Ing. Stanislav ĎURIŠ, PhD. – podpredseda
Ing. Peter GALO
doc. Ing. Martin HALAJ, PhD.
prof. Dr. Janko HODOLIČ
doc. Ing. Jaroslava KÁDÁROVÁ, PhD.
RNDr. Jozef KADLEČÍK

prof. Ing. Peter KNEPPO, DrSc.
Ing. František LENÁRD
prof. Ing. Jozef LIPKA, DrSc. – predseda
Ing. Stanislav MUSIL, PhD.
RNDr. Peter NEMEČEK, PhD.
RNDr. Anna NEMEČKOVÁ
prof. Ing. Rudolf PALEŇČÁK, PhD.

prof. Dr. Anatolij POCHODUN
Mgr. Martin SENČÁK
prof. Ing. Lubomír ŠOOŠ, PhD.
RNDr. Jiří TESAŘ, PhD.
Ing. Renáta TURISOVÁ, PhD.
doc. Ing. Milan TYŠLER, CSc.
Dr. h. c. prof. Ing. Jozef ŽIVČÁK, PhD.

DETEKCIA NÍZKYCH KONCENTRÁCIÍ PLYNOV A PÁR ORGANICKÝCH ZLÚČENÍN POMOCOU MIKROSENZOROVÝCH PRVKOV

Ivan Hotový, Martin Predanocý, Dalibor Búč, Eduard Burian

Abstrakt

Predmetom príspevku je poukázať na možnosť detekcie nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín pomocou mikrosenzorového prvku na báze NiO tenkých vrstiev, pričom sa detailne opisuje metodika prípravy takýchto nízkych koncentrácií plynov a pár v laboratórnych podmienkach. Druhá časť príspevku sa venuje vývoju inteligentného meracieho modulu, ktorý sa vyznačuje malými rozmermi, dostatočnou presnosťou a nízkou elektrickou spotrebou. Za účelom preukázania plnej kompatibility oboch zariadení boli uskutočnené merania nízkych koncentrácií vodíka a pár etanolu.

Kľúčové slová

detekcia plynov a pár, mikrosenzorový prvok, inteligentný merací modul

1 Úvod

Zhoršujúce sa životné prostredie, rýchly rozvoj automobilovej dopravy a vysoké emisie priemyselných škodlivín vyvolávajú zvýšený záujem vedeckých pracovníkov o výskum a vývoj nových mikrosenzorických prvkov detegujúcich nízke koncentrácie plynov, ako aj pár organických zlúčenín. Veľké množstvo takýchto prvkov sa využíva aj pri monitorovaní životného prostredia. Avšak potreba detegovania rôznych znečisťujúcich látok (napr. oxidy kyslíka, dusíka, síry, ozón, uhlíkovodíky) vyžaduje neustály výskum nových, miniatúrnych, inteligentných, jednoduchých a lacných mikrosenzorických prvkov, ktoré sú nenáročné na spotrebu elektrickej energie a obsluhu. Mikrosenzorické prvky sa musia vyznačovať vysokou citlivosťou, selektivitou a stabilitou svojich parametrov. Medzi takéto prvky môžeme zaradiť aj polovodivé mikrosenzory plynov a pár využívajúce ako detekčné materiály kovové oxidy, ako sú SnO₂, ZnO, TiO₂ a WO₃, pričom práve SnO₂ patrí doposiaľ k najviac používaným [1-4]. Pri takomto type senzora meranie špecifických oxidačných a redukčných plynov, ako aj pár organických zlúčenín je založené na reverzibilných zmenách vodivosti plynovo-citlivých materiálov pri teplotách do 500 °C, pričom sa využíva chemická aktivita ich povrchu.

Rozhrania pre chemoodporové mikrosenzorické prvky využívajú vo všeobecnosti buď konverziu elektrického odporu na napätie pre relatívne malé zmeny odporu, alebo elektrický odpor na frekvenciu pre veľmi veľké zmeny odporu (v rozmedzí viac ako troch rádov). Mikrosenzorické prvky obsahujúce tenké vrstvy oxidov kovov môžu meniť hodnotu svojho elektrického odporu pri styku s molekulami ply-

nov alebo pár oveľa významnejšie v dôsledku fyzisorpcie, chemisorpcie a katalytických reakcií (napr. interakcia s oxidačnými plynmi, ako NO₂ a O₃, spôsobí vzrast elektrického odporu vo vrstve oxidu kovu n-typu v prípade SnO₂ a WO₃ a pokles elektrického odporu vo vrstve oxidu kovu p-typu NiO a CoO).

Nové progresívne meracie systémy vhodné na detekciu nízkych koncentrácií plynov a pár vznikajú spojením mikrosenzorického prvku a inteligentného elektronického systému do spoločnej platformy, pričom sa využívajú štandardné, ako aj inovované mikroelektronické technológie prípravy, výkonné 8-bitové mikrokontroléry a precízne analógovo-digitálne rozhrania. Takéto meracie systémy nájdu svoje uplatnenie všade tam, kde sa vyžaduje veľmi nízka spotreba elektrickej energie, rýchla odozva na detekovanú látku, dlhodobá stabilita systému, ako aj reprodukovateľnosť merania. Medzi takéto aplikácie môžeme zaradiť prenosné zariadenia na monitorovanie životného prostredia, zabezpečenie kontroly kvality ovzdušia, ochranu osôb pred toxickými a zdraviu škodlivými plynmi. Meracie systémy môžu byť taktiež súčasťou priemyselných prístrojov na monitorovania znečistenia ovzdušia, ako aj detekčných systémov na ochranu pred ohňom a výbušnými plynmi. Mikrosenzorické prvky spolu s vhodnou inteligentnou elektronikou budú v neďalekej budúcnosti tvoriť základ senzorových modulov, ktoré môžu byť integrované do meracích sietí.

2 Princíp a metodika prípravy nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín

Na meranie prietokov nosného (dusík) a testovaného (vodík) plynu boli použité prietokometre Red-y GSC-A9ST-BB21 (fy Vöetling) s nominálnymi prietokmi 25, 100 a 1000 cm³/min. Nerezové rúrky s priemerom 6 mm slúžia na distribúciu plynov a pár od zásobníka k zmiešavaču nosného a testovaného plynu. Celý systém rozvodu plynov je skonštruovaný tak, aby bola zabezpečená jeho vákuová tesnosť. Zo zmiešavača je zmes s požadovanou koncentráciou detegovaného plynu vedená do meracej komôrky.

prof. Ing. Ivan Hotový, DrSc., Ing. Martin Predanocý,
Ing. Dalibor Búč, PhD.

Fakulta elektrotechniky a informatiky STU,
Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

ivan.hotovy@stuba.sk

Ing. Eduard Burian

LOX Technologies, Piešťany

Na detekciu pár organických rozpúšťadiel bol vytvorený vyvíjač pár (VP) fungujúci na princípe permeácie pár cez priepustné steny uvoľňujúci testované pary. Vyvíjač pár pozostáva z nádoby valcového tvaru a sklenej banky. Nádoba po naplnení požadovanou chemikáliou (etylalkohol, acetón a toluén) uvoľňuje pary testovaných organických zlúčenín cez steny PTFE trubičky do sklenenej banky, ktoré sú ďalej unášané nosným plynom (napríklad N_2 , Ar alebo syntetický vzduch). Pri procese odparovania organických zlúčenín je dôležité udržiavať teplotu vyvíjača pár a transportného vedenia na konštantnej teplote s presnosťou hodnôt teploty $\pm 0,5$ °C. Pri zmene teploty dochádza k poklesu alebo nárastu permeačnej rýchlosti odparovania organických zlúčenín zo zdroja pár, čo je potrebné brať do úvahy pri stanovení koncentrácie pár. Pred a po každom meraní bola stanovená hmotnosť vyvíjača pár. Na tento účel boli použité mikrováhy Kern ACJ 120-4M (fy Kern and Sohn GmbH), ktoré umožňujú meranie malých hmotností s presnosťou 0,1 mg. Z úbytku hmotností spotrebovaného média bola určená výsledná koncentrácia testovaných pár pomocou vzťahu (1). Pri výpočte koncentrácie pár sa vychádza z pomeru mólovej hmotnosti nosného plynu M_{N_2} a testovanej organickej zlúčeniny M_{et} a z pomeru celkovej hmotnosti nosného plynu m_{N_2} a hmotnosti organickej zlúčeniny m_{et} vo výslednej zmesi. Koncentrácia je potom daná vzťahom (1)

$$C \text{ (ppm)} = \frac{m_{et}}{m_{N_2}} \frac{M_{N_2}}{M_{et}} \times 10^6 \quad (1)$$

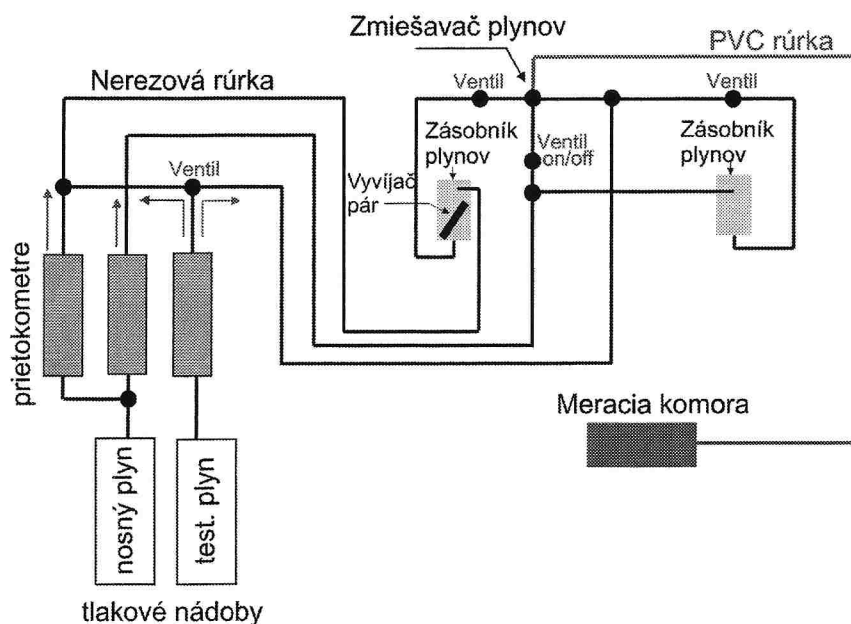
Pri detekcii nízkych koncentrácií plynov sa výsledná koncentrácia plynu C nastavila pomerom prietoku testovaného plynu (H_2) a nosného plynu (N_2) podľa vzťahu (2)

$$C \text{ (ppm)} = \frac{F_{mfc}}{F_{tot}} C_f \text{ (ppm)} \quad (2)$$

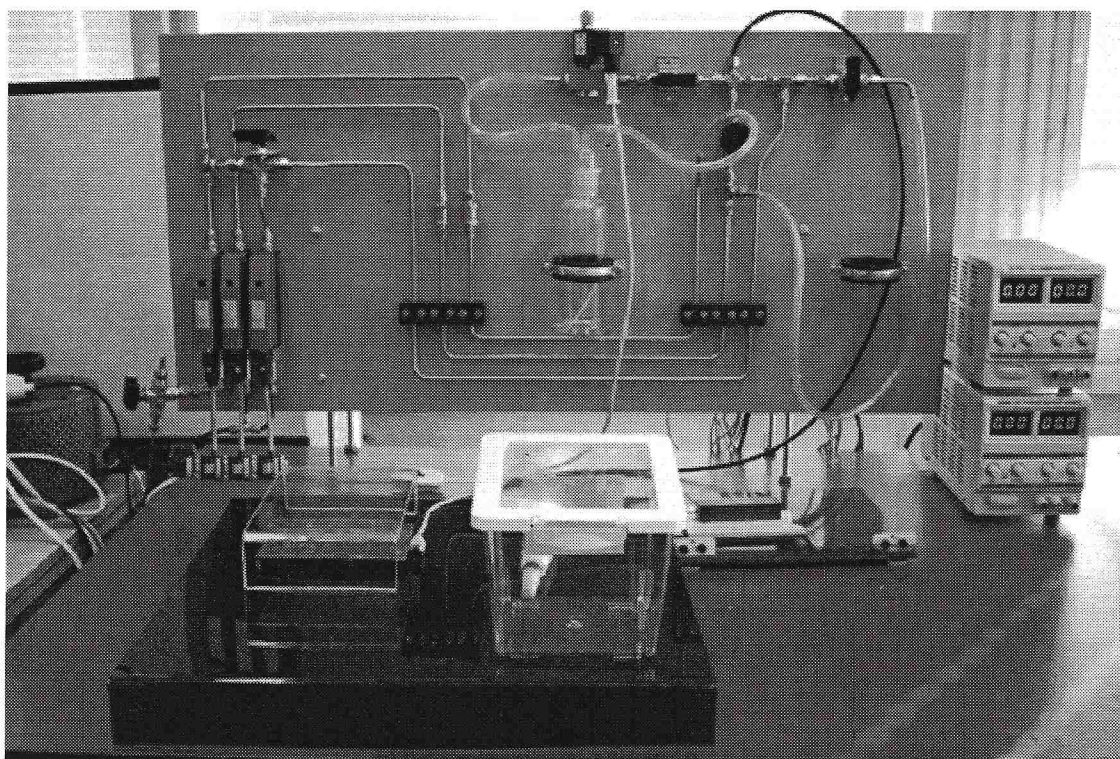
kde F_{mfc} je prietok testovaného plynu z tlakovej nádoby do prietokometra, F_{tot} je celkový prietok zmiešaného plynu v aparátúre a C_f je koncentrácia testovaného plynu v tlakovej nádobe. Z dôvodu ustálenia pokojovej hodnoty elektrického odporu mikrosenzorového prvku bolo potrebné pred samotnou expozíciou testovaného plynu vyhriať a udržiavať teplotu aktívnej časti prvku na požadovanej hodnote minimálne po dobu 30 min. Po túto dobu bola meracia komora preplachovaná nosným plynom pri zachovaní jeho konštantného prietoku. Meranie prietokov napúšťaných plynov prebiehalo automatizovane pomocou vytvoreného programu, ktorým osobný počítač ovláda prietokometre a zároveň zaznamenáva ich nastavené a namerané parametre. Pri každom meraní je veľmi dôležité dbať na konštantný prietok plynu v meracej komore z dôvodu teplotnej závislosti plynovo-citlivého materiálu mikrosenzorického prvku.

Príprava, nastavenie a meranie nízkych koncentrácií pár organických rozpúšťadiel prebiehali podobne ako v predchádzajúcom prípade, s tým rozdielom, že bol použitý len nosný plyn. Pary organických rozpúšťadiel boli uvoľňované z vyvíjača pár umiestneného v sklenenej banke a unášané konštantným prietokom nosného plynu (20 cm^3/min). Výsledná koncentrácia testovaných pár organických rozpúšťadiel bola vypočítaná podľa vzťahu (1), pričom bola vytvorená zmes podľa vzťahu (2), ktorá obsahovala pary organických rozpúšťadiel a nosný plyn.

Opis a schému pracoviska na prípravu nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín zachytáva obr. 1. Mikrosenzorový prvok bol nakontakovaný a umiestnený v meracej komore z nerezu. Malý objem testovacej komory 50 cm^3 zabezpečuje rýchlu elektrickú odozvu mikrosenzorového prvku bez efektu oneskorenia. Fotografia na obr. 2 ukazuje vybudované pracovisko na prípravu nízkych koncentrácií testovaných plynov a pár organických zlúčenín.



Obr. 1. Schéma pracoviska na prípravu nízkych koncentrácií plynov a pár



Obr. 2. Pohľad na vybudované pracovisko umožňujúce prípravu a nastavenie nízkych koncentrácií plynov a pár organických zlúčenín

3 Mikrosenzorový prvok

Na detekciu plynov a pár organických rozpúšťadiel bol používaný mikrosenzorový prvok, ktorý obsahoval plynovo-citlivý materiál na báze tenkej vrstvy oxidu niklu (NiO). Z elektrickej stránky predstavuje tento prvok dvojbran, ktorého vstupom je mikrovyhrievač a výstupom odpor snímačovej aktívnej plynovo-citlivej vrstvy. Prechodová funkcia tohto dvojbranu je daná materiálovými a topologickými vlastnosťami mikrosenzorového prvku, predovšetkým tepelnou vodivosťou a použitým materiálom v aktívnej vrstve, a napokon, vlastnou chemickou reaktivitou okolitej atmosféry, ktorú sa snažíme detegovať. Fyzikálny princíp merania je postavený na teplotnej závislosti prebiehajúcich reakcií aktívnej vrstvy s testovanou látkou pri zohriatí vrstvy na teplotu okolo 200 °C až 400 °C, pričom reaktivita sa meria poklesom prechodového odporu aktívnej vrstvy, typicky až o niekoľko rádov (z desiatok až stovák MΩ na jednotky kΩ). Kým doba aktivácie mikrosenzorového prvku, t. j. zohriatie plus odznenie reakcie aktívnej vrstvy s testovanou látkou, je pomerne krátka (rádovo jednotky sekúnd), relaxácia aktívnej vrstvy do neaktívneho stavu trvá typicky až desiatky minút. Na vyhriatie prvku na pracovnú teplotu je potrebný výkon v rádoch desiatok mW, pričom odpor vyhrievacieho meandra sa pohybuje v stovkách Ω. Odpor vyhrievacieho meandra je taktiež funkciou teploty, čo možno využiť na reguláciu teploty aktívnej vrstvy na žiadanú hodnotu.

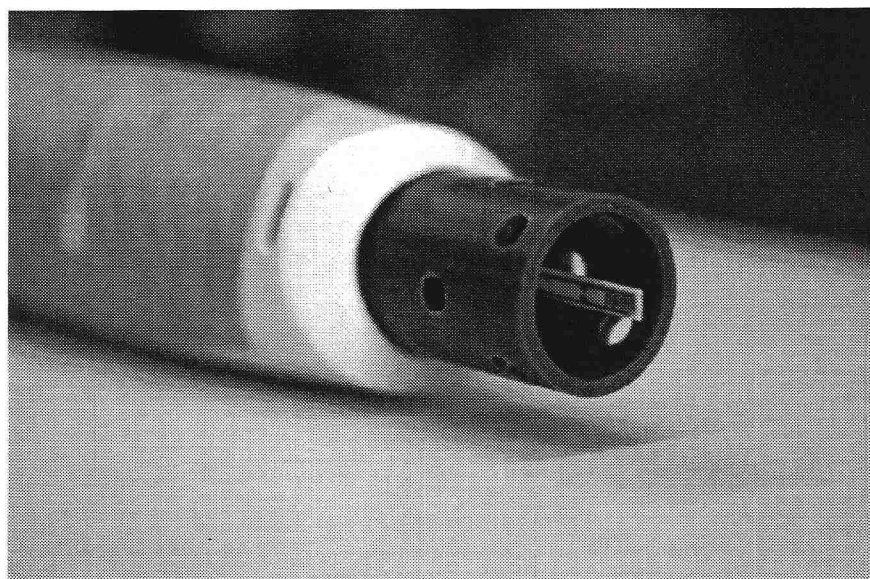
Nosným prvkom mikrosenzorového prvku bol ~250 μm hrubý substrát z korundovej keramiky Al₂O₃, ktorý zároveň plní elektroizolačnú funkciu. Veľkosť čipu bola 3×3 mm². Mi-

krosenzorový prvok bol pripravený pomocou štandardných mikroelektronických technológií, pričom boli využité obe strany substrátu. Zadná strana obsahovala Pt mikrovyhrievač, ktorého úlohou bolo zabezpečiť pracovnú teplotu samotnej plynovo-citlivej vrstvy tak, aby sa dosiahlo čo možno najrovnomernejšie teplotné rozloženie. Predná strana prvku obsahovala sústavu meracích elektród, ako aj zmienovaný plynovo-citlivý materiál na báze NiO. Po dokončení technologického procesu prípravy čipov nasledovala operácia kontaktovania Pt drôtikov na päťice pomocou bondovania a termokompresie a záverečná montáž mikrosenzorového čipu do meracej sondy (obr. 3).

4 Inteligentný merací modul a jeho integrácia

Keďže naším zámerom bola maximálna možná flexibilita analógového meracieho systému, a zároveň minimalizácia možných chýb v zapojení číslicovej časti, rozhodli sme sa pre využitie experimentálnej dosky na zapojenie analógovej časti meracieho systému a využitie univerzálnej dosky s mikrokontrolérom dodávanej výrobcom.

Mikrokontrolér ATMEL ATMEgal28L je k systémovému rozhraniu pripojený prostredníctvom napäťového translátora MAXIM MAX3002 a ovládača komunikačnej zbernice RS485 MAX3075. Vďaka translátoru môžu vstupné a výstupné signály nadobúdať napätia v rozsahu povolených hodnôt napájania 3,3 V až 5 V, nezávisle od konštantného napájacieho napätia mikrokontroléra, ktoré je 3 V. Programovacie rozhranie mikrokontroléra typu JTAG je sprístupnené na testovacom rozhraní modulu, ktoré zároveň replikuje vý-

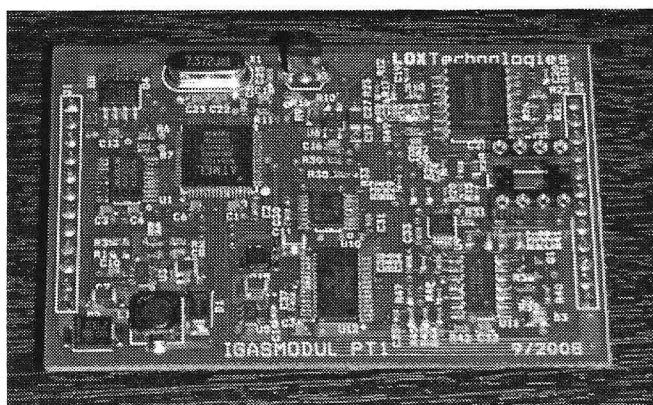


Obr. 3. Meracia sonda so zabudovaným mikrosenzorovým čipom

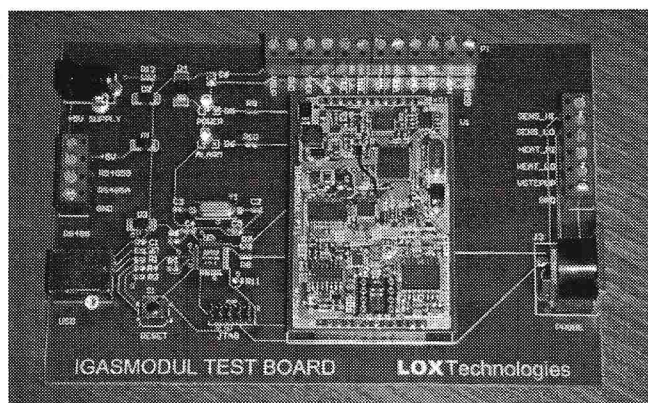
vody mikrosenzorového prvku a poskytuje aj interné zdroje napätí 12 V a 3 V. Napájací subsystém modulu tvoria obvody step-up konvertora typu LINEAR LT3467 a dva lineárne LDO regulátory LT1761 generujúce napätia 3 V a 5 V. Vyhrievanie senzorového prvku a meranie odporu platinového meandra mikrovyhrievača je riešené výkonovým dvojitým operačným zosilňovačom ONSEMI TCA0372 v mostíkovom zapojení, ktoré umožňuje bipolárne napájanie záťaže pri vyhrievaní, resp. meraní odporu meandra. Vo vetve záťaže vyhrievača je zapojený sériový merací rezistor $1\ \Omega$ pre meranie veľkosti prechádzajúceho prúdu. Oba operačné zosilňovače pracujú v neinvertujúcom zapojení so zosilnením $5\times$, pričom deliče napätia v zápornej spätnej väzbe slúžia zároveň na pripojenie meracích vstupov A/D prevodníka. Zapojenie logaritmického prevodníka, ktorý meria hodnoty vo-

divosti plynovo-citlivej vrstvy senzorového prvku, využíva precízny štvoritý CMOS operačný zosilňovač NATIONAL LMC6064, pri nesymetrickom 5 V napájaní, s analógovou zemou generovanou odporovým deličom. Pripájanie troch kalibračných vodivostí s odpormi $1\ k\Omega$, $100\ k\Omega$ a $10\ M\Omega$ je riešené analógovým multiplexorom MAX4634 s veľmi nízkym zvodovým prúdom a žiadané napätie na svorkách meranej vodivosti je riadené signálom z D/A prevodníka. Ako nelineárny prvok je využitá červená LED dióda.

Inteligentný merací modul bol realizovaný prakticky výlučne využitím SMT technológie, čo nám umožnilo dosiahnuť jeho miniatúrne rozmery $60\times 45\ mm$, resp. $2/3$ plochy bežnej kreditnej karty (obr. 4a), pričom bol integrovaný na meraciu dosku spolu s fyzickou vrstvou (obr. 4b).



a)

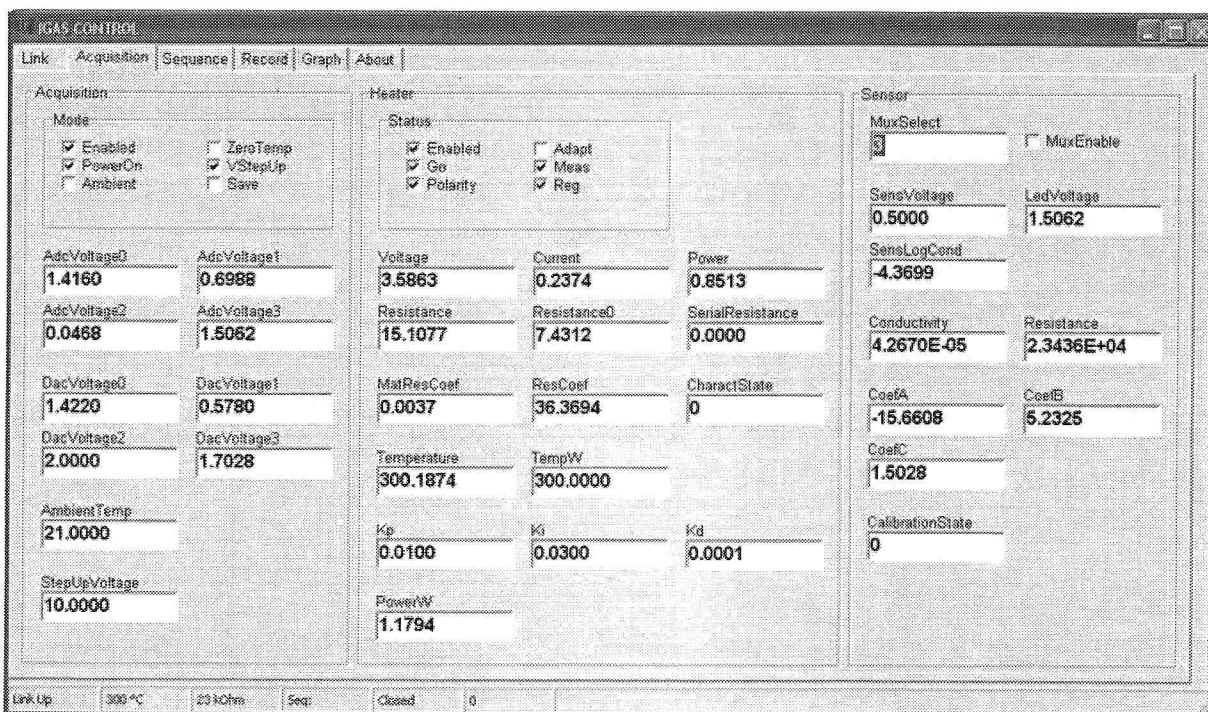


b)

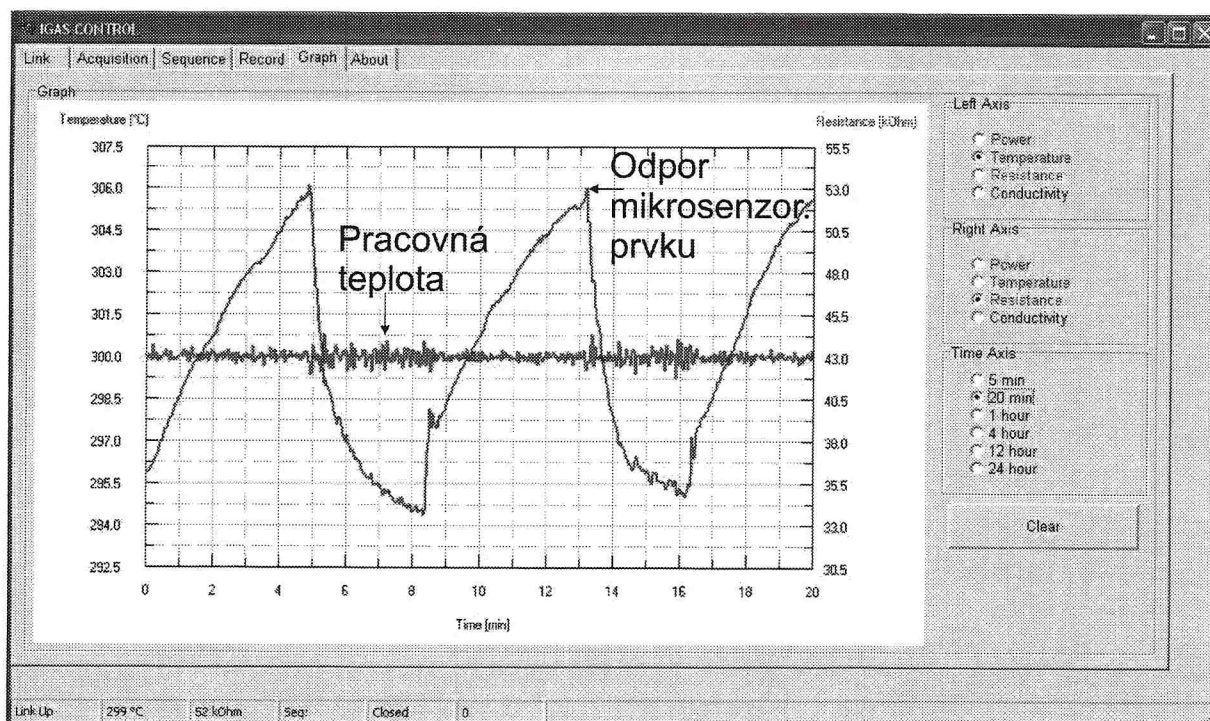
Obr. 4. Realizovaný merací modul (a) a jeho integrácia na meracej doske spolu s fyzickou vrstvou (b)

Programové vybavenie modulu predstavuje bootovací program naprogramovaný pomocou JTAG rozhrania mikrokontroléra a vlastný merací firmware, ktorý sa vďaka bootovaciemu programu napája cez sériové rozhranie RS232. Firmware zabezpečuje obsluhu periférií mikrokontroléra a meracieho modulu, obsluhu časového prerušenia a preru-

šenia komunikačných rozhraní, vlastný algoritmus vyhodnocovania merania, ako aj komunikačný modul kompatibilný so systémom DEX. Na strane osobného počítača bol vytvorený ekvivalentný komunikačný modul, spájajúci príslušné premenné oboch strán, s vytvoreným grafickým rozhraním pre užívateľsky pohodlné riadenie a záznam meraní (obr. 5).



a)



b)

Obr. 5. Grafické rozhranie pre riadenie merania v prostredí DEX (a) a ukážka časového záznamu merania pracovnej teploty a hodnoty odporu mikrosenzorového prvku počas detekcie pár etanolu s koncentráciou 10 ppm (b)

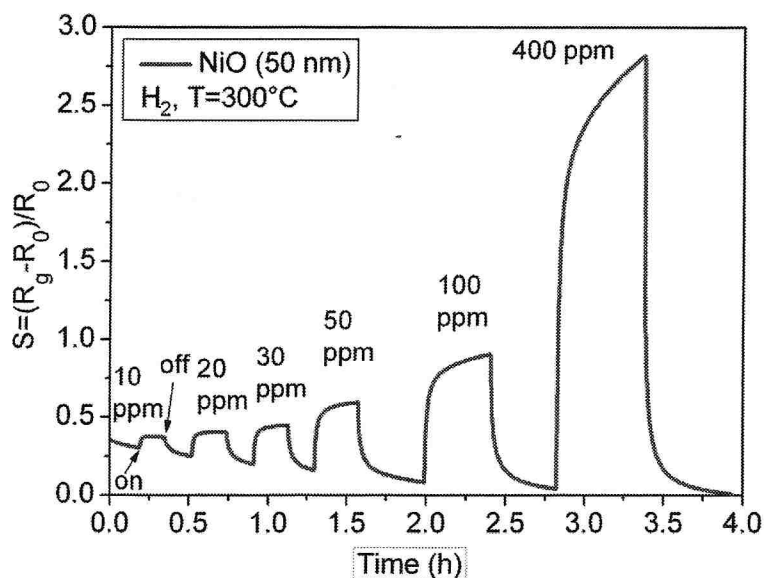
5 Elektrická charakterizácia nízkych koncentrácií vodíka a pár etanolu

Elektrický odpor NiO plynovo-citlivej vrstvy vzrastá pri expozícií pár etanolu, ako aj samotného vodíka, keďže tieto látky majú charakter redukčného plynu. Odozva mikrosenzorového prvku bola vypočítaná podľa vzťahu

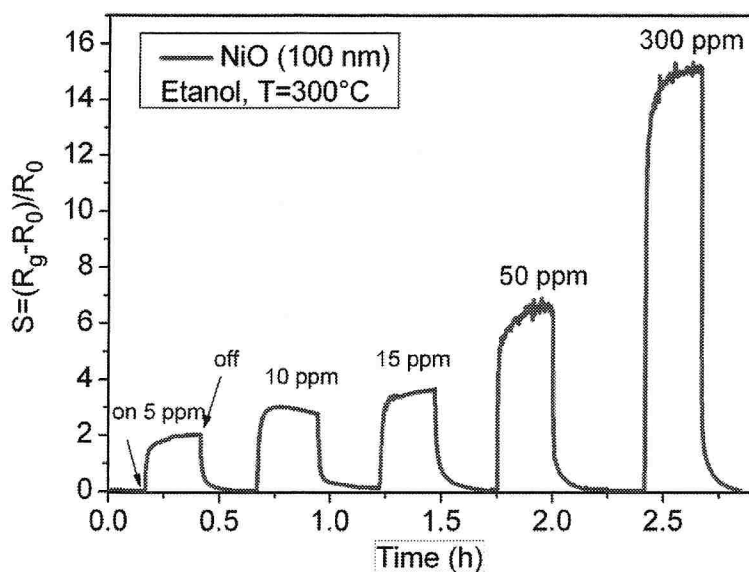
$$S = \frac{(R_g - R_0)}{R_0}, \quad (3)$$

kde R_g je hodnota odporu plynovo-citlivej vrstvy prvku po expozícií na testovaný plyn a R_0 je referenčná hodnota od-

poru tejto vrstvy v dusíkovej atmosfére. Takéto meranie nám zároveň umožňuje presnejšie stanoviť dynamické parametre prvku (čas odozvy – $t_{0,9}$ a čas zotavenia – $t_{0,1}$). Každé meranie odozvy mikrosenzorového prvku na testovaný plyn bolo uskutočnené kvôli eliminácii nežiaducich vplyvov 3-krát za sebou, čím sa zvýšila reprodukovateľnosť a hodnovernosť nameraných charakteristík. Na obr. 6 a 7 sú zobrazené dynamické časové odozvy mikrosenzorového prvku s citlivou vrstvou na báze NiO uskutočnené pri pracovnej teplote 300 °C, pričom boli zaznamenané zreteľné zmeny v hodnote citlivosti už pri koncentrácii 10 ppm v prípade vodíka a v prípade etanolu dokonca pri minimálnej koncentrácii 5 ppm.



Obr. 6. Dynamické časové odozvy NiO mikrosenzorového prvku na prítomnosť nízkych koncentrácií H_2



Obr. 7. Časová závislosť citlivosti NiO mikrosenzorového prvku na rôzne nízke koncentrácie pár etanolu

6 Záver

Navrhnutá bola metodika merania a zrealizované pracovisko, ktoré umožňuje prípravu nízkych koncentrácií plynov a pár organických rozpúšťadiel. Zároveň bol vyvinutý prototyp elektronického inteligentného modulu, ktorý umožňuje riadiť ohrev plynovo-citlivej vrstvy do teplôt nad 300 °C, snímať a zaznamenávať hodnotu odporu citlivej vrstvy v rozsahu desiatok kΩ až stoviek MΩ, meranie teploty okolitého prostredia, riadenie merania prostredníctvom vzdialeného osobného počítača pripojeného cez USB rozhranie. Na potvrdenie funkčnosti pracoviska a meracieho inteligentného modulu boli uskutočnené merania detekcie vodíka v rozsahu 10 ppm až 400 ppm a pár etanolu s koncentráciou od 5 ppm do 300 ppm pomocou mikrosenzorového prvku na báze NiO tenkých vrstiev.

PodĎakovanie

Táto práca vznikla s podporou Vedeckej agentúry (VEGA) MŠ SR a SAV, č. 1/1106/12, Agentúry pre podporu vedy a výskumu (APVV), č. APVV-0199-10 a Kompetenčného centra pre SMART technológie pre elektroniku a informačné systémy, ITMS 26240220072.

Literatúra

- [1] KHATKO, V., CALDERER, J., LLOBET, E., CORREIG, X. New technology of metal oxide thin film preparation for chemical sensor application. In *Sensors and Actuators: B Chemical*, 2005, vol. 109, p. 128-134.
- [2] GURLO, A., RIEDEL, R. Shape-, Size- and Phase-Controlled Indium Oxide for Gas Sensing. In *IEEE Sensors 2008. Proceedings of The 7th IEEE Conference*, p. 1505-1508.
- [3] KOROSTYNSKA, O., ARSAK, K., HICKEY, G., FORDE, E. Ozone and gamma radiation sensing properties of $\text{In}_2\text{O}_3:\text{ZnO}:\text{SnO}_2$ thin films. In *Microsystem Technologies*, 2008, vol. 14, no. 4-5, p. 557-566.
- [4] KUHNE, S., GRAF, M., TRICOLI, A., MAYER, F., PRATSINIS, S. E., HIERLEMANN, A. Wafer-level flame-spray-pyrolysis deposition of gas-sensitive layers on microsensors. In *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, vol. 18, no. 3 art. 035040.

DETECTION OF LOW GAS AND ORGANIC VAPOURS CONCENTRATIONS USING MICROSENSOR ELEMENTS

Ivan Hotový, Martin Predanocy, Dalibor Búc, Eduard Burian

Abstract

The aim of manuscript is concerned to the possibility of detection of low gas and organic vapours concentrations using microsensor elements based on NiO thin films. The paper describes the methodology of the preparation of these low concentrations. The second part of paper provides the development of intelligent measuring module, which exhibits small dimensions, precision and low electrical power. The measurements of low concentrations of hydrogen and ethanol were realized to confirm the compatibility of both devices.

Keywords

detection of gases and vapours, microsensor element, intelligent measuring module