

Untersuchung zur Kalibrierbarkeit von Gassensoren im temperaturzyklischen Betrieb

Dissertation
zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät II
- Physik und Mechatronik -
der Universität des Saarlandes

von

Dipl.-Ing. Markus Engel

Saarbrücken

2008

Tag des Kolloquiums:

11. Juli 2008

Dekan:

Prof. Dr. rer. nat. Andreas Schütze

Mitglieder des

Prüfungsausschusses:

Prof. Dr.-Ing. Hartmut Janocha

Prof. Dr. rer. nat. Andreas Schütze

PD Dr. rer. nat. Udo Weimar

Akademische Mitarbeiterin/

Akademischer Mitarbeiter:

Dr. rer. nat. Ulrich Schmid

Aktuelle Berichte aus der Mikrosystemtechnik
Recent Developments in MEMS

Band 5

Markus Engel

**Untersuchung zur Kalibrierbarkeit von Gassensoren
im temperaturzyklischen Betrieb**

Shaker Verlag
Aachen 2008

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Saarbrücken, Univ., Diss., 2008

Copyright Shaker Verlag 2008

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8322-7446-7

ISSN 1862-5711

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Kurzfassung

Durch den zunehmenden Einfluss der Elektronik und Sensorik in den Alltag des Menschen gewinnen auch Gassensoren immer mehr an Bedeutung, sei es durch sicherheitsrelevante Anwendungen wie im Explosionsschutz oder in Komfortanwendungen wie der Luftgüteüberwachung. Durch Mikrostrukturierung können diese Sensoren bereits preisgünstig und in großer Stückzahl hergestellt werden. Auch für solche massengefertigte Sensoren ist eine geeignete Kalibriermethode unerlässlich. Obwohl hierfür ein großer Bedarf besteht, gibt es bisher nur wenige Möglichkeiten zur Kalibrierung von Gassensoren. Speziell für Halbleitersensoren und Pellistoren in temperaturzyklischer Betriebsweise besteht ein hoher Forschungsbedarf.

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Untersuchung zur Kalibrierbarkeit von Gassensoren im temperaturzyklischen Betrieb. Es werden hierbei zwei unterschiedliche Sensorprinzipien untersucht, Pellistoren als Wärmetönungssensoren und Halbleitersensoren. Bei diesen Sensorprinzipien stellt die Betriebstemperatur eine charakteristische Einflussgröße der Sensorreaktion dar, die gezielt variiert wird. Dies wird anhand zweier Anwendungsfälle, der Kraftstofferkennung mit Pellistoren und der Branderkennung mit Halbleitersensoren illustriert. Für diese teilweise sehr komplexen Anwendungsfälle werden unterschiedliche Kalibriermethoden untersucht und hinsichtlich ihrer Eignung geprüft. Durch chemische Untersuchungen mit Referenzmethoden werden Leitgase bestimmt, mit denen die Brandversuche mit synthetischen Gasen nachgebildet werden (Leitgasmethode), während in einem zweiten Ansatz die Sensoren hinsichtlich ihres Verhaltens zu einem Bezugssensor gleicher Bauart als Kalibriernormal beurteilt werden (Referenzsensormethode). Es kommen hierbei verschiedene multivariate Analysemethoden zum Einsatz: Künstliche neuronale Netze (ANN), die Hauptkomponentenanalyse (PCA) und die lineare Diskriminanzanalyse (LDA).

Abstract

Due to the increasing influence of electronics and sensor technology to our everyday lives, gas sensors become more and more important. Typical applications for gas sensors are safety issues like explosion prevention and leak detection or modern conveniences like air quality control. Because of micromachining, these sensors can already be low-cost bulk produced, but even for these mass-produced sensors, appropriate calibration procedures are necessary. Although there's a great need for it, up to now there are only few possibilities to calibrate gas sensors and especially for semiconductor gas sensors and pellistors in dynamic temperature-cycled operating mode further research is needed.

The concern of this work is a comparative study of calibration methods for gas sensors in dynamic operation. This issue will be discussed with two different sensor principles, the pellistor-principle on the one hand and the semiconductor gas sensor on the other hand. The operating temperature is inherent in both principles as a parameter which dominates the sensors behaviour characteristically. To demonstrate this, two applications will be shown, the gasoline-diesel discrimination with pellistors and the early fire detection with semiconductor gas sensors. For these partially very complex applications, different methods of calibration will be examined and tested for their applicability. By the means of chemical analysis, pilot gases are determined to model test fires with synthetic gases while a second approach tries to characterize the gas sensors response to a reference sample, used as calibration standard. Several multivariate analysis methods were used at this for pattern recognition: Artificial neural networks (ANN), principle component analysis (PCA) and linear discriminant analysis (LDA).

I. Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Grundlagen	5
2.1	Sensoren	5
2.1.1	Wärmetönungseffekt	6
2.1.2	Halbleitersensoren	13
2.1.3	Virtueller Multisensor	18
2.2	Referenzmethoden	20
2.2.1	FTIR	20
2.2.2	GC-MS	23
2.3	Signalauswertung	24
2.3.1	Vorverarbeitung	24
2.3.2	Multivariate Methoden	26
3	Messaufbauten und Messwertaufnahme	36
3.1	Gasmischanlage	36
3.2	Vergiftungsplatz	37
3.3	Fluiddosierplatz	39
3.3.1	Aufbau und Anbindung an die GMA	39
3.3.2	Charakterisierung	43
3.4	GMA-Impedanzwandler	44
3.5	GaSTON	45
3.6	PuMaH	46
3.7	Tanksensor-Demonstrator	48
3.8	Brandmessplatz	51
3.8.1	Aufbau und Funktion	51
3.8.2	Radikale	52
4	Methoden zur Kalibrierung	56
4.1	Pellistoren	56
4.2	HL-Sensoren - Bisherige Ansätze	57
4.2.1	Herstellerangaben	57
4.2.2	Kalibrierung für Einzelgase	59
4.3	HL-Sensoren - Neue Überlegungen für kompl. Anwendungen	60
4.3.1	Leitgase	60
4.3.2	Referenzsensor	61
5	Selektivitätssteigerung mit Pellistoren - Ergebnisse und Diskussion	62
5.1	Betriebsart und Merkmalsextraktion	62
5.2	Auswertung mit der linearen Diskriminanzanalyse	64
5.2.1	Kalibriergase	64
5.2.2	Kraftstoffdämpfe	71
5.2.3	Lösemitteldämpfe	78
6	Halbleitersensoren zur Branderkennung - Ergebnisse und Diskussion	82
6.1	Auswertung mit künstlichen neuronalen Netzen (ANN)	82
6.1.1	Betriebsmodus und Merkmalsextraktion	82
6.1.2	Netzstruktur	85
6.1.3	Resultate der Netzausgaben und Übertragbarkeit	87
6.2	Betriebszyklus	94
6.3	Identifikation von Leitgasen für die Branderkennung	96
6.4	Auswertung mit der Hauptkomponentenanalyse	97

6.5	Auswertung mit der linearen Diskriminanzanalyse	102
6.5.1	Anwendung der Leitgasmethode.....	103
6.5.2	Referenzsensor	108
6.5.3	Übertragbarkeit.....	113
7	Zusammenfassung und Ausblick	124
8	Literatur und Quellenverzeichnis	126
9	Anhang	131
A.	Vergiftungsbetrachtung	132
B.	Formelzeichen und Symbole	137
C.	Verwendete Konstanten	138
D.	Verwendete Abkürzungen	139
E.	Abbildungsverzeichnis	140
F.	Tabellenverzeichnis.....	145