

Entwurf und Realisierung von Messplattformen
zur effizienten Entwicklung intelligenter Gasmesssysteme

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

von

Dipl.-Ing. Thomas Kammerer

Saarbrücken

2005

Tag des Kolloquiums:

9. Dezember 2005

Dekanin/Dekan:

Prof. Dr. rer. nat. Thomas Wichert

Mitglieder des

Prüfungsausschusses:

Prof. Dr.-Ing. Chihao Xu

Prof. Dr. rer. nat. Andreas Schütze

Prof. Dr. rer. nat. Alfons Blum

Akademische Mitarbeiterin/

Akademischer Mitarbeiter:

Dr. rer. nat. Ulrich Schmid

Aktuelle Berichte aus der Mikrosystemtechnik
Recent Developments in MEMS

Band 1

Thomas Kammerer

**Entwurf und Realisierung
von Messplattformen
zur effizienten Entwicklung
intelligenter Gasmesssysteme**

Shaker Verlag
Aachen 2006

Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek

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

Zugl.: Saarbrücken, Univ., Diss., 2005

Copyright Shaker Verlag 2006

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

Printed in Germany.

ISBN-10: 3-8322-5000-X

ISBN-13: 978-3-8322-5000-3

ISSN 1862-5711

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

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

Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

In liebem Gedenken an
Monika Kammerer, geb. Wagner.
(1946-1985)

Ohne Dich wäre ich heute nicht der,
der ich bin.

KURZFASSUNG

Eine zunehmend restriktive Umweltgesetzgebung und eine gestiegene Sensibilisierung der Bevölkerung gegenüber gesundheitlichen Gefährdungen und Gefahrenpotentialen durch Luftschadstoffe erfordern immer ausgefeiltere Gassensorsysteme in Bereichen der Sicherheits-, Komfort- und Umwelttechnik. Die Entwicklung neuer und die Optimierung existierender Gassensoren und Gassensorsysteme ist hierbei ein Schlüssel, die gestellten Anforderungen umzusetzen.

Zur Bewältigung dieser vielfältigen Aufgabe ist es das Ziel der vorliegenden Arbeit, durch die Entwicklung notwendiger Mess- und Betriebsplattformen einerseits eine Grundlage für die Entwicklung neuartiger Gassensorsysteme und Sensorbetriebsmodi zu schaffen, und andererseits die Möglichkeit bereitzustellen, grundlegende Funktionsuntersuchungen zur Entwicklung chemischer Gassensoren durchführen zu können. Das Hauptaugenmerk liegt dabei auf makro- und mikrostrukturierten Halbleitergassensoren und Wärmetönungssensoren.

Die Basis zur Entwicklung neuartiger, intelligenter Gassensorsysteme soll durch ein universelles Messsystem gelegt werden, das makro- und mikrostrukturierte Gassensoren temperaturgeregelt unter frei parametrierbarer Temperaturmodulation betreibt und die Sensorsignale mit hoher Datenintegrität aufzeichnet. Über die Wahl des Betriebsmodus kann dann die Selektivität, die Klassifizierungsdynamik, der Leistungsverbrauch und die Sensorlangzeitstabilität des zu entwickelnden Sensorsystems beeinflusst werden. Eine hohe Datenintegrität ist die Grundlage folgender Signalauswerteverfahren.

Zur Charakterisierung von Gassensoren bei variablen Umgebungsbedingungen soll die am Lehrstuhl für Messtechnik der Universität des Saarlandes bestehende automatisierte Gasmischanlage zum automatischen Klima- und Druckmessplatz ausgebaut werden. Ziel ist einerseits die Erweiterung der Gassensorcharakterisierung vom Indoor Bereich (Gebäudetechnik) auf Bereiche mit verschärften klimatischen Anforderungen wie z.B. Kfz-Technik, Luftfahrt- und Bergbautechnik, welche andererseits auch zum Grundlagenvverständnis der Funktionsweise chemischer Gassensoren beitragen soll.

Das Sensordesign soll im Hinblick auf die thermischen Eigenschaften des Sensors mit Hilfe eines schnellen und hochauflösenden Thermographiemessplatzes analysiert und optimiert werden können. Neben der Lokalisierung konstruktiver Mängel im Sensordesign, welche sich auf die Selektivität (temperaturabhängige Empfindlichkeit), den Leistungsbedarf und die mechanische Sensorstabilität auswirken, sollen thermische Wechselwirkungen mit der Sensorumgebung bewertet werden können.

Die Funktionalität und Vielseitigkeit der Messplätze soll durch die Bearbeitung aktueller, praxisorientierter Fragestellungen aus dem Bereich der Gassensorik gezeigt, und abschließend durch den Aufbau eines Demonstrators an einem praktischen Beispiel erläutert werden.

ABSTRACT

With a progressive tightening of legal restrictions concerning environmental protection and people's ever-increasing sensitivity regarding health risks and hazard potentials due to airborne pollutants, more sophisticated gas sensor systems in the fields of safety, comfort and pollution control have become necessary. The optimization of already existing gas sensors and gas sensor systems as well as the development of new ones is the key to successfully meeting these challenges.

This thesis aims at the development of essential measurement and operation platforms as a foundation for the future construction of new gas sensor systems and operating modes while at the same time providing general tools for the basic analysis of the functioning of chemical gas sensors. The main focus is on macro- and micro-structured semiconductor gas sensors and pellistors.

A universal hardware platform operating macro- and micro-structured gas sensors temperature controlled under arbitrary temperature modulation and logging sensor signal with a high data integrity shall serve as the foundation for the development of innovative intelligent gas sensor systems. Thus, selectivity, dynamics of classification, energy consumption and the long-term stability of the sensors can be influenced by the chosen mode of operation. A high integrity of data is the basis of the following procedures of signal analysis.

The automated gas mixture testbench existing at the Laboratory for Measurement Technology of Saarland University is to be remodelled for characterizing gas sensors under varying environmental conditions, i.e. varying climate and pressure. This aims at extending gas sensor characterizations from indoor usage to fields with more difficult climatic conditions like automotive, aerospace or mining while at the same time enriching the basic knowledge on the functioning of chemical gas sensors.

The design of the sensor is to be analysed and optimised with regard to its thermal characteristics utilizing a fast IR-test stand providing high spacial resolution. Besides localizing construction faults in the sensor design influencing selectivity, power consumption and mechanical stability of the sensor, thermal interactions with the sensors environment are to be analysed.

The functioning and versatility of the test stands shall be demonstrated by the treatment of recent and practical problems in the field of gas sensors and will finally be applied in the construction of a demonstrator.

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG	1
1.1	Gasanalyse mit nicht selektiven Gassensoren, Stand der Technik.....	2
1.2	Problemstellung der Arbeit	6
2	GRUNDLAGEN	8
2.1	Thermodynamische Grundlagen.....	8
2.1.1	Gasgemische	8
2.1.2	Gebräuchliche Einheiten.....	9
2.1.3	Freie Enthalpie.....	9
2.2	Thermographie	10
2.2.1	Wärmestrahlung.....	10
2.2.2	Schwarzer Strahler.....	12
2.2.3	Emissionsgrad.....	14
2.2.4	Technisch nutzbare Wellenlängenbereiche.....	15
2.3	Wechselwirkung zwischen Gas und Sensor.....	17
2.3.1	Adsorption	18
2.3.2	Desorption	21
2.3.3	Oberflächenbedeckung	22
2.3.4	Elektrische Wechselwirkung zwischen Adsorbat und Halbleiteroberflächen.....	24
2.3.5	Katalyse	26
2.4	Chemische Gassensoren	29
2.4.1	Gassensoren nach elektrischem Sensorprinzip	30
2.4.2	Gassensoren nach thermischem Sensorprinzip	42
2.4.3	Gassensoren nach gravimetrischem Sensorprinzip	46
2.4.4	Gassensoren nach optischem Sensorprinzip	49
2.4.5	Biochemische Gassensoren.....	52
2.4.6	Zusammenfassung chemischer Gassensoren	53
2.5	Thermische Betrachtung chemischer Gassensoren	54
2.5.1	Wärmeverluste am Beispiel mikrostrukturierter Gassensoren.....	54
2.5.2	Modell des thermischen Sensorverhaltens.....	60
2.5.3	Temperaturhomogenität.....	61

2.6	Multivariate Datenanalyse	62
2.6.1	Signalvorverarbeitung	64
2.6.2	Merkmalsextraktion und Dimensionsreduktion	65
2.6.3	Klassifikation	72
2.6.4	Zusammenfassung	76
3	MESSPLATTFORMEN	78
3.1	Universelle Plattform zur Entwicklung intelligenter Gassensorsysteme: GaSTON	78
3.1.1	Funktionsprinzip	78
3.1.2	Hardware-Realisierung	82
3.1.3	Software-Realisierung	96
3.1.4	Zusammenfassung und Ausblick	101
3.2	Hochgeschwindigkeits-μ-Thermographie-Messplatz mit exakter Emissivitätskorrektur. 103	
3.2.1	Aufbau des Messplatzes	104
3.2.2	Emissivitätskorrektur	106
3.2.3	Hochgeschwindigkeitsaufnahmen	108
3.2.4	Temperaturverteilungen auf Sensoroberflächen	115
3.2.5	Zusammenfassung und Ausblick	118
3.3	Automatische Gasmischanlage für variable Umgebungsbedingungen: GMA	120
3.3.1	Ausgangspunkt der Arbeit	121
3.3.2	Klimamessplatz	125
3.3.3	Druckmessplatz	135
3.3.4	Zusammenfassung und Ausblick	151
4	SELEKTIVITÄTSSTEIGERUNG CHEMISCHER GASSENSOREN DURCH TEMPERATURMODULATION	154
4.1	Kontinuierliche Temperaturmodulation	154
4.2	Diskrete Temperaturmodulation	155
4.3	Selektivitätssteigerung von HL-Gassensoren	156
4.3.1	Unterscheidung zwischen Luft, CO und H ₂ bei variabler relativer Feuchte	156
4.3.2	Klassifizierung von Luft, CO und H ₂ im Einlaufverhalten	160
4.3.3	Tanksensor auf Basis von HL-Gassensoren	162
4.4	Selektivitätssteigerung von Wärmetönungssensoren	168
4.5	Tanksensor-Demonstrator	171
5	ZUSAMMENFASSUNG	174

ANHANG	177
Anhang A: Literaturquellen	179
Anhang B: Bezugsquellen	186
Anhang C: Verwendete Symbole und Abkürzungen.....	187
Anhang D: Abbildungsverzeichnis.....	191
Anhang E: Tabellenverzeichnis	197
DANKSAGUNG	199