

M-21

低濃度酸化性ガスセンサの計測時間短縮に対する一検討

A Study on Reduction of Measurement Time of a Low Concentration Oxidizing Gas Sensor

○近藤駿介¹, 佐伯勝敏²*Shunsuke Kondo¹, Katsutoshi Saeki²

In recent years, because of increased fuel consumption and carbon dioxide emissions problem, the diesel engine has been attracting attention. However, diesel engines produce more nitrogen oxide and sulfur oxide than gasoline engines. The effects on the human body exceed regulation guidelines. Therefore, these gases should be detected and measured by short-time.

In this paper, we studied on reduction of measurement time using low concentration oxidizing gas sensor. As a result, it became clear that it is possible to reduce the measurement time using a small flow cell.

1. まえがき

現在, CO₂排出の観点からディーゼルエンジンが見直されてきている. しかし, ディーゼルエンジンはCO₂を排出しない一方, 窒素酸化物であるNO₂や硫化酸化物であるSO₂等の排気ガスを排出する. これらのガスは大気汚染に係る環境基準が法令に基づいて定められ, SO₂, NO₂において低濃度における濃度検知が必要とされている^[1]. しかし, 現在のSO₂ガス測定に用いられている測定法は溶液導電率法又は紫外線蛍光法であり, どちらの測定法も屋外において携帯しての測定が行えないため, 屋外にて携帯しての測定が行えるデバイスの開発が必要である.

先に我々は, Si基板を使用した低濃度酸化性ガスセンサを作製し, 複素インピーダンスの変化パターンの違いから気体選択性を有していることを明らかにした^[2]. 本論文では, 低濃度酸化性ガスセンサを用いた気体測定における計測時間の短縮に対して検討を行ったので報告する.

2. 本論

図 1 に今回作製した Si 基板を用いた二酸化窒素センサを示す. Si 基板は, 厚さ 525 μ m の p 型 Si ウエハを使用し, ドライ酸化法で SiO₂ を 65nm ウエハ表面に形成した. 電極には金を使用し, 電極の幅と間隔はともに 50 μ m とし, リフトオフ法にて, くし型電極を形成した. 電極は片側 30 本, くし型電極上には真空蒸着装置を用いて感応膜である CuPc を膜厚 200nm で蒸着した.

図 2 に計測のタイムチャートを示す. 測定器に接続したセンサを恒温槽に入れ, 恒温槽内の温度を 25 $^{\circ}$ C, 湿度を任意に設定する. コンプレッサーのガス濃度を

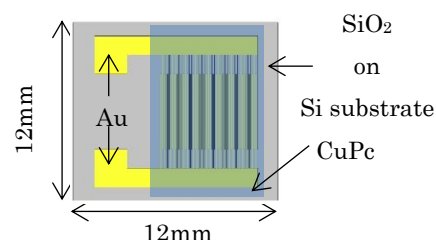


Figure 1. Low concentration oxidizing gas sensor

を設定し, 測定を開始する. 最初の 5 分間は空気を注入し, 次の 10 分間は測定気体を注入する. 計 15 分間の測定時間を設け, 10 秒間隔で抵抗値を測定する. 次に, センサから気体分子を脱着させ, 抵抗値を気体測定前に戻すため, 回復を行う. 恒温槽の温度を 50 $^{\circ}$ C にし, 空気の注入を行うことで気体分子を脱着し, 抵抗値を安定させる. 次に, 25 $^{\circ}$ C に戻し, 抵抗値を再度安定させ, 回復完了とする.

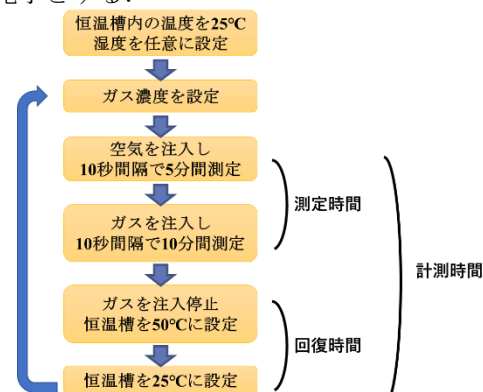


Figure 2. Time chart for measurement

図 3 に測定系を示す. 恒温槽内にフローセルを入れ, フローセル内にセンサを設置している. センサは測定機器に接続しており, 測定結果は LabVIEW にて記録を行う. 恒温槽の温度は 25 $^{\circ}$ C, 湿度は任意に設定した.

コンプレッサーにてパーミエーターに空気を注入し、パーミエーターにて測定対象のガスを目的の濃度にて発生させている。

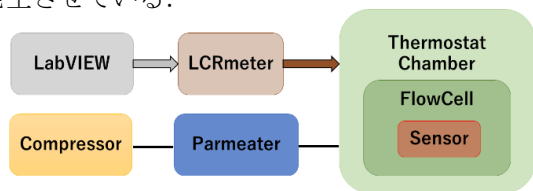


Figure 3. Measurement system

図 4 にフローセルの概形を示す。これまでの実験環境ではガスセンサと測定機器を直接接続することで測定を行っていた。今回、測定時間の短縮、実験環境の安定化を目的に、ガスセンサを固定し、ガスがより早く充満するよう、50mm 立方体、容量 125ml の小型フローセルを作製した。ガスセンサが 12mm×12mm、測定端子が 6mm×20mm であることから、フローセルのサイズを決定した。

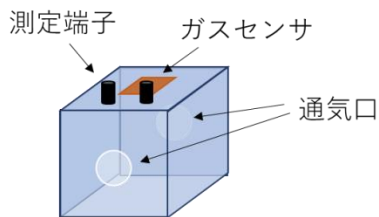


Figure 4. Flow cell

図 5 に気体実験時の時間応答を示す。同図は SO₂ 濃度 0.2ppm にて気体実験を行い、回復が完了するまでのグラフである。横軸に経過時間を示し、縦軸にガス注入時を基準とした Resistance の変化量を示している。50℃回復が 630[s]、25℃回復が 642[s]で行えている。

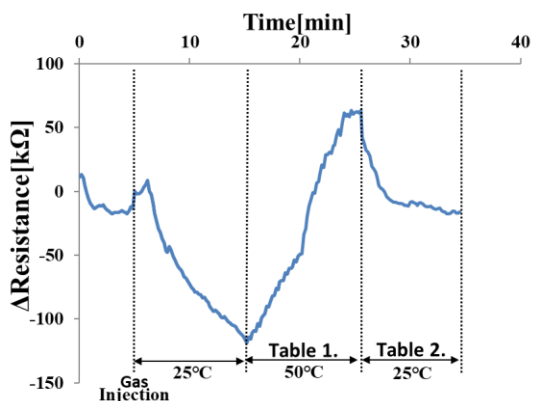


Figure 5. Time response of SO₂ (0.2ppm) gas measurement

図 6 に検量線を示す。横軸に SO₂ 濃度、縦軸に Resistance の変化量を示している。同図より SO₂ 濃度 0.2~0.6ppm において Resistance の変化量を求めることで、SO₂ ガスの濃度を測定できることを示している。

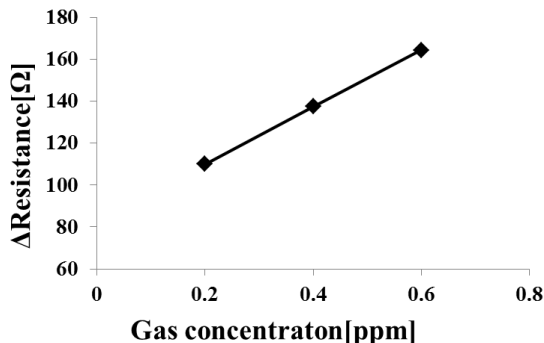


Figure 6. Calibration curve of SO₂ gas

表 1 に 50℃回復、表 2 に 25℃回復の回復時間を示す。先の研究では、50℃回復、25℃回復に 30 分ずつの計 60 分を要しており、今回フローセルを用いたことにより測定時間の短縮が行えていることを示している。

Table 1. Recovery time (50℃)

Concentration before recovery[ppm]	Recovery time[s]
0.2	630
0.4	680
0.6	600

Table 2. Recovery time (25℃)

Concentration before recovery[ppm]	Recovery time[s]
0.2	640
0.4	660
0.6	570

3. まとめ

低濃度酸化性ガスセンサのインピーダンス、リアクタンスを測定し、低濃度酸化性ガスの計測時間の短縮に対して検討を行った。その結果、フローセルの容量を縮小することにより、ガスセンサの回復時間を短縮し、計測時間の短縮を行えることが可能であることを明らかにした。

今後は、実際の環境に測定環境を近づけ、計測時間の改善、安定性についての検討を行う予定である。

4. 参考文献

[1] 環境省：「環境基本法(平成 5 年法律第 91 号)第 16 条第 1 項」。
 [2] 堀口拓, 佐々木芳樹, 佐伯勝敏, “複素インピーダンスを用いた低濃度酸化性ガスセンサに対する一検討”, 電気学会計測研究会, IM-16-27, pp.25-28, 2016.6.