

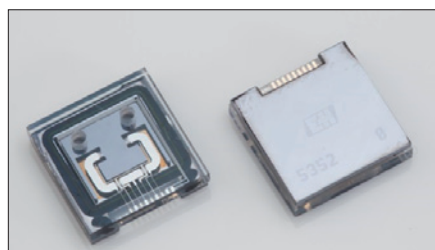
# Měření hustoty a koncentrace plynů novým mikrohusťoměrem typu MEMS

Článek je věnován možnostem použití nového provozního snímače hustoty plynů vyrobeného při použití techniky MEMS (*Micro Electro Mechanical System*). Základem snímače je senzor typu MEMS v podobě miniaturní rezonanční křemíkové trubičky, již protéká měřený plyn. Díky relativně malé hustotě křemíku a umístění trubičky ve vakuovaném prostoru je senzor snímače dostatečně citlivý i při malých hustotách měřeného média. Uvedený snímač je vhodný k měření hustoty plynů o tlaku od 0,5 do 2 MPa. Mikrofluidní senzor snímá hustotu a teplotu a k tomu je také měřen tlak média ve fluidní cestě. Z naměřených hodnot uvedených veličin lze v reálném čase určit kvalitativní vlastnosti plynu – jeho molární hmotnost, referenční hustotu, měrnou hmotnost, složení a výhřevnost. V článku je uveden teoretický rozbor, vybrané výsledky zkoušek a příklady možného provozního využití nového husťoměru a jsou naznačeny možnosti dalšího rozvoje a využití použitého principu.

This paper explores applications of recently released MEMS (*Micro Electro Mechanical System*) – based process densitometer for gas. The core of the sensor is a resonating silicon microtube which is flowed through by the process gas. Due to the very low density of silicon and the fact that the tube is resonating in a vacuum cavity very good density sensitivity is achieved even for low fluid densities. The sensor therefore perfectly suits gas density applications with a medium pressure between 0,5 and 2 MPa. The microfluidic sensor has density and temperature measurement capabilities. Additionally pressure is monitored along the fluidic path. From these measured physical properties, real time quality information of the measured gas such as molar mass, reference density, specific gravity, gas composition and calorific value can be derived. Process applications are demonstrated with experimental and theoretical results.

## 1. Úvod

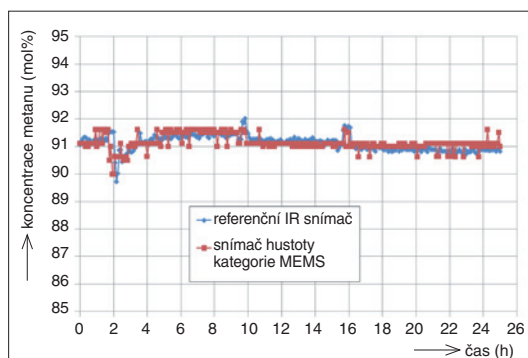
Společnost Endress+Hauser (E+H) v minulých několika letech usilovně pracovala na zhmotnění měřicího principu rezonanční trubice technologií vlastní mikroelektromechanickým systémům (MEMS), tj. cestou výroby snímačích prvků s miniaturní rezonanční trubičkou jeho vyleptáním z plátku křemíku



Obr. 1. Čip mikroelektromechanického snímače s rezonanční trubičkou od společnosti E+H: vlevo pohled zdola na otvory pro vtok/výtok plynu a budící a snímačící prvky, vpravo pohled na zapouzdřený čip s pájecími svorkami pro elektrické připojení

[1], [2]. Vývoj byl úspěšný a v současnosti je již možné posoudit možnosti, které tato mikrorealizace měřicího principu rezonanční trubice nabízí v provozní praxi [3], [4].

V roce 2016 společnost E+H nabídla k použití nový provozní snímač hustoty plynů využívající jí vyvinutý křemíkový mikroelektromechanický senzor na principu rezonanční trubice (obr. 1, viz také [www.endress.com](http://www.endress.com)).



Obr. 2. Průběžné měření koncentrace metanu v bioplynu po dobu jednoho dne dvěma různými měřicími metodami (absorpce infračerveného záření versus měření hustoty); přesnost stanovení koncentrace metanu a oxidu uhličitého při použití snímače hustoty kategorie MEMS je očekávána lepší než  $\pm 0,5\%$ ; tlak měřeného média byl asi 1,5 MPa; údaje obou snímačů dobře odpovídají uvedeným podmínkám

Senzor snímá hustotu, teplotu a tlak plynu. Hustota je měřena s absolutní přesností  $0,1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  v rozmezí tlaku média od 0,1 do 2 MPa a teploty od  $-20$  do  $+60$  °C. Jde tudíž o ideální nástroj k měření hustoty plynu ve středním rozmezí tlaků od asi 0,5 do 2 MPa, v kterém lze dosahovat relativní přesnosti měření hustoty od asi 3 do 0,3 %.

Z naměřených hodnot snímaných veličin lze v reálném čase určit kvalitativní vlastnosti plynu – jeho molární hmotnost, referenční hustotu, měrnou hmotnost, složení a výhřevnost.

## 2. Měřicí princip

Vlastní frekvence rezonanční trubice závisí na její tuhosti a celkové hmotnosti trubice a tekutiny v ní obsažené. Základní matematický model tohoto zařízení je celkem jednoduchý – čím větší je hmotnost tekutiny v trubici, tím menší je vlastní frekvence podle vztahu

$$f = k \sqrt{\frac{K}{m_{\text{trubice}} + m_{\text{tekutiny}}}} \quad (1)$$

kde

$f$  je vlastní frekvence soustavy (trubice s tekutinou),

$k$  konstanta,

$K$  tuhost trubice,

$m_{\text{trubice}}$  hmotnost samotné trubice,

$m_{\text{tekutiny}}$  hmotnost tekutiny v trubici.

Tradiční provozní husťoměry s rezonančním prvkem vyrobeným z oceli typicky pro svou nedostatečnou citlivost nedokážou přesně měřit hustotu plynu při malých tlacích. Hlavní předností křemíkové trubice oproti tradiční ocelové trubici je 3,4krát menší hustota použitého materiálu. Výsledkem je výrazně větší citlivost snímače s křemíkovou trubičkou na změny hustoty měřeného média v porovnání se snímačem s ocelovou trubičkou těchto rozměrů.

Dalším důležitým faktorem přispívajícím k větší citlivosti trubice na změny hustoty média je redukce vlivů z okolí, jako je např. nežádoucí efekt přidavné hmotnosti atmosférického vzduchu obklopujícího kmitající trubičky. V daném případě, za účelem omezit tlumění jejího pohybu okolním vzduchem, je miniaturní křemíková trubička umístěna ve vzduchoprázdě dutině [5]. Vakuum okolo trubičky vylučuje jakýkoliv vliv přidavné hmotnosti okolního prostředí a pomáhá významně zvětšit odstup užitečného signálu od šumu a také citlivost na změny hustoty plynů o malém tlaku.

## 3. Určení koncentrace složek směsi prostřednictvím měření hustoty plynu

Při měření složení plynu online za provozu je současně s hustotou média nutné měřit jeho teplotu a tlak. Hustota plynu závisí na jeho molární hmotnosti a aktuálním tlaku a teplotě podle vztahu

$$\rho = \frac{M p}{Z R T} \quad (2)$$

kde  
 $M$  je molární hmotnost,  
 $p$  aktuální tlak plynu,  
 $R$  univerzální plynová konstanta,  
 $T$  aktuální teplota plynu,  
 $Z$ ,  $Z_{\text{mix}}$  součinitel stlačitelnosti daného reálného plynu, popř. směsi plynů, závisující na teplotě a tlaku; ideální plyn má  $Z$  rovno jedné,  
 $\rho$  hustota plynu.  
 Typickou úlohou je určit koncentraci jednotlivých složek ve směsi plynů.

Hustota směsi plynů se stanoví podle vztahu

$$\rho = \frac{\sum_{i=1}^N x_i M_i p}{Z_{\text{mix}} RT} \quad (3)$$

kde  
 $M_i$  je molární hmotnost složky  $i$ ,  
 $N$  počet složek ve směsi,  
 $x_i$  molární zlomek složky  $i$ .

Ze vztahu (3) je zřejmé, že jsou-li známy pouze hustota, teplota a tlak směsi, nelze u směsi o více než dvou složkách získat přesný údaj o jejím složení. Ale pokud jde o binární směs dvou známých plynů, platí

$$\rho = \frac{[x_1 M_1 + (1 - x_1)]}{Z_{\text{mix}} RT} \quad (4)$$

$$x_1 = \frac{\rho Z_{\text{mix}} RT - M_2 p}{[M_1 - M_2] p} \quad (5)$$

Vztahy (4) a (5) ukazují, že čím je rozdíl mezi molárními hmotnostmi obou složek větší, s tím větší citlivostí údaj hustoty reprezentuje změny ve složení směsi.

Pěkným příkladem binární směsi plynů je bioplyn, jenž je po zpracování (vyčištění) tvořen především metanem a oxidem uhličitým. Na obr. 2 je ukázán výsledek průběžného měření procentuální molární koncentrace metanu v bioplynu po dobu 25 h. Jako reference byl použit snímač na principu absorpce infračerveného (IR) záření. Přesnost stanovení koncentrace metanu a oxidu uhličitého při použití nového snímače hustoty se senzorem typu MEMS při tlaku média asi 1,5 MPa je očekávána lepší než  $\pm 0,5$  %. Údaje obou snímačů velmi dobře odpovídají uvedeným podmínkám.

Dalším příkladem je sledování složení svařovacího plynu (hydrargon® – směs vodíku a argonu) ve výrobním zařízení. Koncentrace vodíku se zde obvykle nesleduje. Směsný plyn hydrargon se vyrábí přímo na místě jeho využití mícháním čistého argonu a vodíku při použití velmi stabilních regulátorů tlaku a směšovací ventilů. Koncentrace vodíku má být v dané úloze konstantní na úrovni 5 %. Nicméně, jak lze snadno zjistit na obr. 3, zde v průběhu týdne dochází k jejímu periodickému kolísání v rozmezí od 4,6 do 5,4 %. Přesnost stanovení koncentrace vodíku v hydrargonu při použití snímače se senzorem typu MEMS je očekávána lepší než  $\pm 0,1$  %. Tlak média během měření kolísá v rozmezí od 0,64 do 0,77 MPa. Toto kolísání nemá na výsledný údaj koncentrace vo-

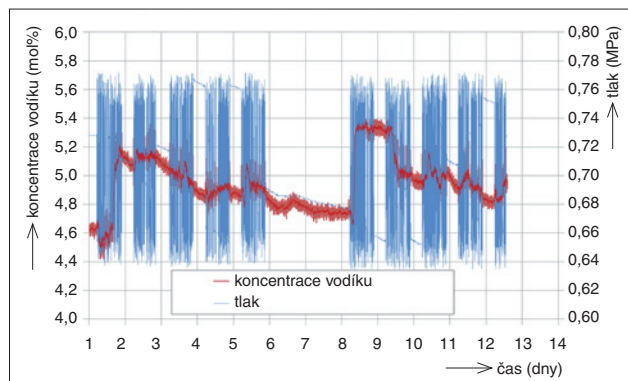
díku žádný vliv, neboť jsou současně měřeny tlak a teplota média a jejich vliv je při výpočtu koncentrace podle (5) kompenzován. Byly uvedeny dva příklady úloh sledování kvality

zou vody při použití elektrické energie z větrných elektráren).

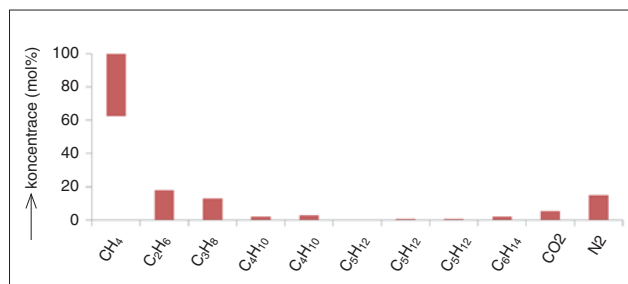
Přesně určit molární podíl každé jednotlivé složky ve směsi plynů lze pouze použitím chromatografických metod. Plynové chromatografy jsou ovšem rozměrná a drahá zařízení vyžadující údržbu a opakovanou kalibraci při použití referenčních plynů. Mimo to také neměří spojitě, přičemž jeden měřicí cyklus trvá několik minut.

A co může oproti tomu nabídnout v oboru zemního plynu nová metoda měření hustoty? Snímač s rezonančním senzorem typu MEMS měří hustotu média v podstatě spojitě. Jeho frekvence vzorkování je větší než 1 Hz. Naměřené údaje lze tudíž použít v reálném čase k řízení technologického procesu, motoru nebo hořáku. Přímou měřenou veličinou je aktuální hustota vzorku zemního plynu v měřicí trubičce při jeho aktuálních stavových podmínkách, tj. teplotě a tlaku. Aktuální hustotu média je někdy třeba znát např. za účelem přepočtu údaje měřidla objemového průtoku na průtok hmot-

nostní. Aktuální hustota ovšem často není dostatečně správným měřítkem kvality plynu, neboť silně závisí na jeho teplotě a tlaku. Cennější jsou obvykle v tomto ohledu jiné parametry, např. střední molární hmotnost, referenční hustota nebo měrná hmotnost za běžných podmínek. Potřebnou informaci lze



Obr. 3. Průběžné sledování složení svařovacího plynu (hydrargon®) ve výrobním zařízení: přesnost stanovení koncentrace vodíku v hydrargonu při použití snímače hustoty MEMS je očekávána lepší než  $\pm 0,1$  %; tlak měřeného média kolísá v rozmezí od 0,64 do 0,77 MPa a koncentrace vodíku má být v tomto případě konstantní, a to na úrovni 5 %; nicméně, jak je patrné ze záznamu jejího časového průběhu na obrázku, se periodicky mění



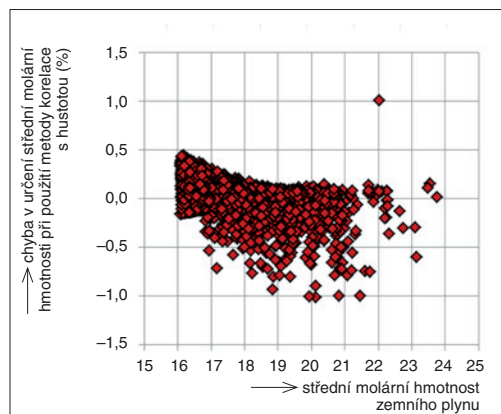
Obr. 4. Typická rozmezí koncentrací vybraných složek zemního plynu

plynu, při nichž lze s výhodou použít techniku měření jeho hustoty. Podobných úloh týkajících se rozličných binárních směsí existuje velmi mnoho.

#### 4. Použití hustoměru ke sledování složení zemního plynu

Další oblastí použití nového hustoměru je měření a sledování složení směsných plynů určených ke spalování. Obecně nejrozšířenější z těchto směsí je zemní plyn. Zemní plyn není v žádném ohledu binární směs. Skládá se z plyných uhlovodíků, jako je např. metan, etan, propan, butan, pentan atd., a inertních plynů jako dusík, oxid uhličitý a helium. Jeho detailní složení se zdroj od zdroje liší. Typická rozmezí koncentrací složek zemního plynu jsou ukázána na obr. 4.

Ze zdrojů energie jsou čím dál oblíbenější obnovitelné zdroje. V sítích pro rozvod zemního plynu se tudíž mohou stále častěji nacházet také významná množství bioplynu (metan získaný fermentací organických látek) nebo vodíku (vyráběného elektrolý-



Obr. 5. Přesnost korelační metody určení střední molární hmotnosti zemního plynu typického složení podle obr. 4 při použití hodnot hustoty média naměřených v rozmezí teploty od 0 do 60 °C a tlaku od 0,1 do 2 MPa ( $\pm 0,3$  % v konfidenčním intervalu 5 až 95 %)

odvodit z trojitého měření současně hustoty, teploty a tlaku při použití vhodných korelačních metod platných pro zemní plyn. Použitelnost takové korelační metody k určení střední molární hmotnosti zemního plynu typického složení podle obr. 4 při použití hodnot hustoty média naměřených v rozmezí teploty od 0 do 60 °C a tlaku od 0,1 do 2 MPa dokládá obr. 5. Přesnost metody v intervalu spolehlivosti mezi 5 a 95 % je 0,3 %. Ze stanovené střední molární hmotnosti je dále možné odvodit referenční hustotu či měrnou hmotnost.

Vezme-li se dále v úvahu přesnost vlastního snímače hustoty, lze říci, že měření hustoty technikou MEMS umožňuje určit v reálném čase střední molární hmotnost, popř. referenční hustotu zemního plynu s přesností  $\pm 1$  až  $\pm 2$  %. Ke střední molární hmotnosti je poté možné korelovat další fyzikální veličiny charakterizující směs plynů, např. spalné teplo nebo Wobbeho číslo. Patrně nejdůležitějším kvalitativním parametrem hořlavého plynu je jeho spalné teplo. V případě směsí čistých topných plynů, což jsou plynné uhlovodíky a vodík, lze střední molární hmotnost přímo lineárně korelovat s jejich spalným teplem bez ohledu na to, zda se ve výsledku uvažuje spalné teplo, nebo výhřevnost. Obsahuje-li ovšem zkoumaná směs mimo hořlavé také inertní plyny, zatěžují tyto výpočet podle korelačního modelu platného pro samotné plynné uhlovodíky významnou chybou, jak navozuje obr. 6.

Korelační model platný pro samotné plynné uhlovodíky poskytuje při použití na reálný zemní plyn výsledky reálně tím vzdálenější, čím větší je v něm celkový podíl inertních plynů. Závislost mezi chybou, s jakou korelační model podle obr. 6 stanoví spalné teplo, a celkovou koncentrací inertních plynů v zemním plynu je ukázána na obr. 7. Chyby mohou být značně velké, nicméně jde o závislost striktně lineární. Při známé koncentraci inertních plynů v reálném zemním plynu je známa také očekávaná chyba určení jeho spalného tepla a s použitím vztahu

$$\Delta H = 1,6 \cdot C_{vin} \quad (6)$$

kde

$\Delta H$  je chyba údaje spalného tepla (%)

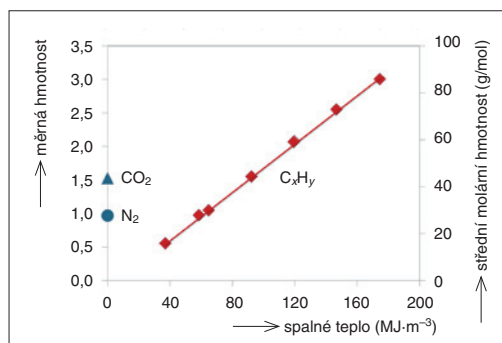
$C_{vin}$  celková koncentrace inertních plynů (%), lze provést příslušnou korekci. K tomu je třeba připomenout, že uvedená zjištění má obecnou povahu a platí bez ohledu na použité princip měření hustoty topného plynu.

Všechny již uvedené výpočty byly provedeny pro zemní plyn ve složení ukázaném na obr. 4 s použitím údajů z referenční databáze termodynamických a transportních vlastností tekutin [6] Národního institutu pro normy a techniku USA (NIST). Podobné korelace

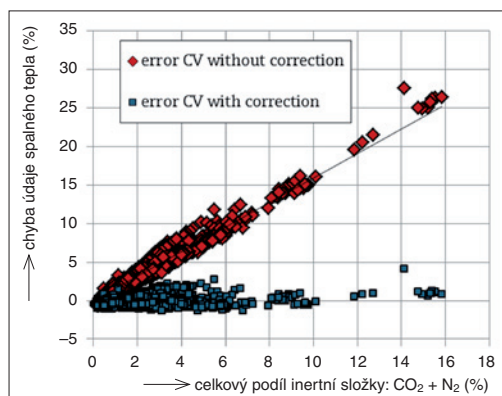
lze nalézt i pro další plyny, např. pro směsné zemní plyny obsahující významný podíl vodíku nebo topný plyn obsahující jako hlavní komponenty vodík a metan.

## 5. Závěry a výhled

Rezonanční senzory hustoty plynu realizované technikou MEMS lze použít k online



Obr. 6. Spalné teplo čistých plynných uhlovodíků (červeně) versus jejich molární hmotnost, popř. měrná hmotnost: dokonale lineární korelace energetického obsahu a hustoty je očividná; inertní plyny, např. dusík a oxid uhličitý (modře), však stojí mimo korelaci



Obr. 7. Chyba stanovení hodnoty spalného tepla zemního plynu a její korekce (červené čtverečky: chyba údaje odvozeného ze střední molární hmotnosti při použití lineární závislosti platné pro plynné uhlovodíky z obr. 6; modré čtverečky: tytéž údaje po lineární korekci chyby vlivem inertní složky zemního plynu)

měření hustoty v provozních podmínkách. Snímače s těmito senzory je možné kalibrovat ve výrobním závodě při použití tekutin se stanovenou metrologickou návazností. Protože měří absolutní hustotu, není při jejich použití v provozní praxi bezpodmínečně nutné používat referenční plyny.

Současným měřením hustoty, teploty a tlaku lze určit přesné složení binárních směsí plynů, např. metanu ve směsi s oxidem uhličitým, argonu s vodíkem nebo metanu s propanem. V článku jsou uvedeny příklady měření absolutní koncentrace složek binárních směsí plynů s přesností lepší než 1 mol%, i dokonce lepší než 0,1 mol%, v závislosti především na rozdílu molárních hmotností složek a disponibilním provozním tlaku média.

Při měření skladby složitějších směsí plynů, jako jsou např. zemní nebo topný plyn, je ke zjištění hodnot veličin charakterizujících směs plynů, tj. střední molární hmotnosti, referenční hustoty nebo měrné hmotnosti za běžných podmínek, nezbytné použít korelační metody. Přesnost určení těchto odvozených fyzikálních charakteristik může být při tom lepší než 2 %, podle provozních podmínek.

V dalším kroku lze určit spalné teplo zemního nebo topného plynu, přesnost výsledku ovšem výrazně závisí na koncentraci inertních plynů ve směsi.

Možnou cestou k řešení problému s inertními plyny by mohlo být měření doplňkových fyzikálních charakteristik příslušných směsí plynů. Společnost E+H za tím účelem zkoumá možnost použít jako senzor v oboru malých hustot plynů při atmosférickém tlaku miniaturní rezonanční křemíkový konzolový mikrosník, uplatňující se v mikroskopii atomárních sil (*Atomic Force Microscopy* – AFM) – viz [7]. Senzor nové koncepce dokáže současně snímat hustotu a viskozitu plynu s relativní přesností 1 % i při atmosférickém tlaku. Podobné analýzy provedené jinými skupinami pracovníků ukazují na slibné možnosti, které ve funkci senzorů hustoty a viskozity plynů nabízejí jak konzolové mikrosníky [8], tak také vidlicové mikroladičky [9]. Doplňková informace o viskozitě by mohla pomoci překonat současný problém s inertními plyny. Nové koncepce snímačů by mohly být významným přínosem především v oboru provozní analýzy plynných směsí s většími počty složek. Ve výzkumu se bude dále pokračovat.

## Poděkování

Autoři s uznáním děkují za poskytnutou podporu a odvedenou práci J. Knallové ze společnosti Endress+Hauser Flowtec AG a kolegům ze společnosti TrueDyne Sensors AG, zejména P. Reithovi, H. Fethovi a A. Raschovi.

## Literatura:

- [1] ZHANG, Y., S. TADIGADAPA a N. NAJAFI. A micromachined Coriolis-force-based mass flowmeter for direct mass flow and fluid density measurement. In: *Transducer '01 Eurosensors XV, The 11<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors and Actuators*. Munich, Germany, 2001.
- [2] SPARKS, D., R. SMITH, J. CRIFE, R. SCHNEIDER, N. NAJAFI. A portable MEMS Coriolis mass flow sensor. In: *Proc. of the IEEE Sensors 2003* (IEEE Cat. No. 03CH37498). 2003, 1, 8, pp. 337–339. DOI: 10.1109/ICSENS.2003.1278953.
- [3] HUBER, C. a M. TOUZIN. New MEMS-based microcoriolis density measurement technology. In: *Proceedings of the ASME 2011 9<sup>th</sup> International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels*. Edmonton, Alberta, Canada, 2011, ICNMM2011-58030.

- [4] HUBER, C. MEMS-based Micro-Coriolis Density and Flow Measurement Technology. In: *AMA Conference*. 2015. DOI: 10.5162/sensor2015/B6.1.
- [5] SPARKS, D., R. SMITH, R. SCHNEIDER, J. CRIPE, S. MASSOUD-ANSARI, A. CHIM-BAYO, a N. NAJAFI. A variable temperature, resonant density sensor made using an improved chip-level vacuum package. *Sensors and Actuators A*. 2003, 107, pp. 119–124.
- [6] NIST National Institute of Standards and Technology. *Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties Database*. [online]. [cit. 12. 1. 2017]. Dostupné z: <[www.nist.gov/srd/nist23.cfm](http://www.nist.gov/srd/nist23.cfm)>
- [7] BADARLIS, A., A. PFAU a A. KALFAS. Gas Density and Viscosity Measurement Using Micro-Cantilerver Sensor. In: *AMA Conference*. 2015. DOI: 10.5162/sensor2015/B6.3.
- [8] BOSKOVIC, S., J. W. M. CHON, P. MULVANEY a J. E. SADER. Rheological measurements using microcantilevers. *Journal of Rheology*. 2002, 46, 4, p. 891.
- [9] SELL, J. K., A. O. NIEDERMAYER a B. JAKOBY. Simultaneous measurement of density and viscosity in gases with a quartz tuning fork resonator by tracking of the series resonance frequency. *Procedia Engineering*, 2011, 25, pp. 1297–1300.

Christof Huber,  
Endress+Hauser Flowtec AG

Z anglického originálu příspěvku *Density and Concentration Measurement Applications for Novel MEMS-based Micro Densitometer for Gas* předneseného na konferenci GMA-ITG-Fachtagung 2016; překlad a úprava redakce; publikováno se souhlasem Endress+Hauser Czech, s. r. o.

## Rockwell Automation Summer Days 2016

Firma Rockwell Automation a její autorizovaný distributor ControlTech uspořádali dvoudenní seminář zaměřený na aktuální témata průmyslové automatizace. Tato akce se koná pravidelně na začátku září a mezi uživateli si získala značnou oblibu. Hojná účast svědčí o tom, že průmyslový Ethernet, funkční bezpečnost, moderní řízené pohony a řídicí systémy zajímají stále více pracovníků zabývajících se tímto oborem.

Všemi prezentacemi prolínalo motto Connected Enterprise neboli inteligentní výroba, která nabývá na důležitosti i v souvislosti s nedostatkem pracovníků, snižování nákladů a zkracování prostojů. Rockwell Automation uživatelům nabízí přístroje špičkových technických parametrů, navíc s uživatelsky příjemným programováním a obsluhou. Pří-



Obr. 1. Rockwell Automation Summer Days 2016

kladem z mnoha funkcí je Automatic Device Configuration (ADC), funkce, která urychluje výměnu měniče frekvence Rockwell Automation s automatickým načtením parametrů nastavených v původním měniči.

Výhodou semináře, který probíhal současně ve dvou sálech, byla možnost využít učebnu vybavenou přístroji určenými k vyzkoušení a také zhlédnout mobilní výstavu, kde mohli účastníci konzultovat funkční ukázky konkrétních řídicích aplikací pro řídicí systémy Rockwell Automation, od malých a levných až po drahé a výkonné. Vystaven byl rovněž sortiment přístrojů k zajištění bezpečnosti strojů a servopohonů a měniče frekvence. Všechny přístroje Rockwell Automation mohou komunikovat v síti EtherNet/IP, která umožňuje realizovat také kruhovou topologii.

Velmi zaujaly i přednášky věnované metodikám analýzy a certifikace bezpečnosti strojů a zařízení.

(RA)



**VELETRH  
VĚDA  
VÝZKUM  
INOVACE**

[www.vvvi.cz](http://www.vvvi.cz)

**28. 2. - 2. 3. 2017**

**Výstaviště BRNO**

„Veletrh Věda Výzkum Inovace vytváří novou platformu pro propojení vědecko-výzkumné a aplikační sféry.“

B2B veletrh / workshopy / semináře / konference  
vědecké panely / networking / inspirativní snídaně

**Hlavní partneři**



**Partneři**



**Hlavní mediální partneři**

