

Záverečná karta projektu

Názov projektu Evidenčné číslo projektu **APVV-16-0266**

Inovatívne typy senzorov plynov na báze oxidov kovov

Zodpovedný riešiteľ **prof. Ing. Ivan Hotový, DrSc.**

Príjemca **Slovenská technická univerzita v Bratislave - Fakulta elektrotechniky a informatiky**

Názov pracoviska, na ktorom bol projekt riešený

Fakulta elektrotechniky a informatiky STU Bratislava
Fakulta matematiky, fyziky a informatiky, UK Bratislava

Názov a štát zahraničného pracoviska, ktoré spolupracovalo pri riešení

Technical University of Ilmenau, Nemecko
ams AG Premstaetten (Rakúsko)
Materials for Microelectronics, Material Centre Leoben (MCL) Forschung (Rakúsko)

Udelené patenty/podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory, ktoré sú výsledkami projektu

2.1.01 – Patentové prihlášky v SR

Podaná patentová prihláška „Spôsob prípravy monovrstiev, najmä na ťažko zmáčavých povrchoch, systém na nanášanie monovrstiev“, v konaní.

Číslo prihlášky: PP 50046-2019

23. 1. 2020 18:53 Formulár VPP 2019, strana 7/12

Pôvodcovia: P. Ďurina, T. Plecenik, V. Medvecká, M. Truchlý, A. Zahoranová, A. Plecenik

Prihlasovateľ: Fakulta matematiky, fyziky a informatiky, Univerzita Komenského v Bratislave

2.2.03 – Úžitkové vzory v SR

Podaná prihláška úžitkového vzoru „Polovodičový detektor plynov s plynocitlivou vrstvou a jeho použitie“, v konaní.

Číslo prihlášky: PUV 50036-2019

Pôvodcovia: T. Plecenik, M. Vidiš, M. Truchlý, A. Plecenik, O. Krško, B. Grančič, P. Ďurina, T. Roch, M. Gregor, L. Satrapinskyy, J. Noskovič

Prihlasovateľ: Fakulta matematiky, fyziky a informatiky, Univerzita Komenského v Bratislave

Najvýznamnejšie publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu – uveďte aj publikácie prijaté do tlače

[1] Predanocy, M., Hotový, I., Čaplovičová, M.: Structural, optical and electrical properties of sputtered NiO thin films for gas detection. Applied Surface Science 395 (2017) 208-213.

[2] Li, Z., Yao, Z. J., Haidry, A. A., Plecenik, T., Xie, L. J., Sun, L. C., Fatima, Q.: Resistive-type hydrogen gas sensor based on TiO₂: A review. Internation Journal of Hydrogen Energy 48 (2018) 21114-21132.

[3] Li, Z., Yao, Z. J., Haidry, A. A., Plecenik, T., Grancic, B., Roch, T., Gregor, M., Plecenik, A.: The effect of Nb doping on hydrogen gas sensing properties of capacitor-like Pt/Nb-TiO₂/Pt hydrogen gas sensors. Journal of Alloys and Compounds 806 (2019) 1052-1059.

[4] Vidis, M., Plecenik, T., Mosko, M., Tomasec, S., Roch, T., Satrapinsky, L., Grancic, B., Plecenik, A.: Gasistor: A memristor based gas-triggered switch and gas sensor with memory. Appl. Phys. Lett. 115 (2019) 093504.

[5] Hotový, I., Spiess, L., Sojková, M., Kostič, I., Mikolášek, M., Predanocy, M., Romanus, H., Hulman, M., Řeháček, V.: Structural and optical properties of WS₂ prepared using sulfurization of different thick sputtered tungsten films. Applied Surface Science 461 (2018) 133-138.

Uplatnenie výsledkov projektu

Získané vedecké výsledky a poznatky sa využili pri riešení medzinárodných projektov Safesens a IoSense v rámci platformy ECSEL. Všetky merania a testovania MEMS senzorov plynov boli uskutočnené v našich laboratórnych priestoroch a tiež v špeciálnom požiarom laboratóriu fy Minimax Bad Oldesloe (Nemecko) počas troch plánovaných testovacích kampaní. V laboratóriách boli skúmané odozvy na presne definované nízke koncentrácie vodíka, čpavku, CO₂ ako aj pár organických zlúčenín (etanol, acetón, toluén, N-butyl acetát), zatiaľ čo testovania v požiarom laboratóriu boli zamerané na demonštráciu a aplikáciu vyvinutých senzorových systémov, pričom sa realizovali pokusy počiatkových fáz horenia ako aj pokusy detekcie rôznych organických pár.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v slovenskom jazyku (max. 20 riadkov)

V rámci riešenia projektu boli dosiahnuté tieto hlavné výsledky:

- Boli úspešne pripravené nanokryštalické NiO tenké vrstvy ktoré sú schopné detegovať veľmi nízke koncentrácie vodíka okolo 15 ppm pri pracovnej teplote 250°C.
- S cieľom zvýšiť citlivosť senzora plynu na báze NiO a TiO₂ vrstiev bol vyvinutý vhodný postup modifikovania povrchu pomocou Au nanočastíc s priemerom 5 nm z koloidného roztoku.
- Aby sme zabezpečili prípravu MEMS senzorov na izolačnej membráne, bol uskutočnený výskum tvarovanie naprašovaných NiO vrstiev cez litografickú masku použitím reaktívneho iónového leptania s ICP zdrojom v Ar plazme.
- Boli optimalizované nanokryštalické TiO₂ vrstvy pre senzory vodíka s kondenzátoru-podobným usporiadaním elektród z hľadiska veľkosti kryštalických zrn.
- Boli pripravené a charakterizované senzory s kondenzátoru-podobným usporiadaním elektród s nanokryštalickou TiO₂ vrstvou dotovanou Nb v rôznych koncentráciách.
- Bol vyvinutý technologický postup a optimalizovaná príprava nanoporéznych horných Pt elektród v usporiadaní zhora-nadol bez použitia elektrónovej litografie.
- Boli pripravené a charakterizované senzory s kondenzátoru-podobným usporiadaním elektród s nanoporéznymi hornými Pt elektródami, pričom bolo ukázané, že využitie nanoporéznych elektród vedie k výrazne vyššej citlivosti na nízke koncentrácie H₂ (pod 1000 ppm).
- Boli vyvinuté senzorové čipy na elektroizolačnej membráne s planárnymi elektródami a zabudovaným mikrovyhrievačom, pričom boli aplikované tenké vrstvy NiO, TiO₂, ich kombinácie, ako aj ich dopovanie pomocou Au.

Všetky hlavné ciele navrhnuté v projekte boli splnené.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v anglickom jazyku (max. 20 riadkov)

The following main results were achieved within the project solution:

- Nanocrystalline NiO thin films have been successfully prepared and they are able to detect very low hydrogen concentrations 15 ppm at an operating temperature of 250° C.
- In order to increase the sensitivity of the gas sensor based on NiO and TiO₂ films, a suitable surface modification procedure was developed using Au nanoparticles with a diameter of 5 nm from a colloidal solution.
- To ensure the preparation of MEMS sensors on the insulating membrane, research was performed on the patterning of sputtered NiO films through a lithographic mask using reactive ion etching with an ICP source in Ar plasma.
- Nanocrystalline TiO₂ layers have been optimized for hydrogen sensors with capacitor-like electrode arrangements in terms of crystal grain size.
- Sensors with a capacitor-like electrode arrangement with a nanocrystalline TiO₂ layer

doped with Nb at various concentrations were prepared and characterized.

- Process preparation of nanoporous upper Pt electrodes in a top-down arrangement without the use of electron lithography was developed and optimized.

- Sensors with capacitor-like electrode arrangements with nanoporous upper Pt electrodes have been prepared and characterized, and it has been shown that the use of nanoporous electrodes leads to significantly higher sensitivity to low H₂ concentrations (below 1000 ppm).

- Gas sensors suspended on an electro-insulating membrane with planar electrodes and with microheater were developed, while thin films of NiO, TiO₂, their combinations, as well as their doping with Au were applied.

All the main objectives proposed in the project were completed.