

Volcanic pLume chAracterization using sounNDing balloOns VOLANDO

Gas sensors Calibration

Gaetano Giudice (INGV-OE), Marcello Bitetto (DiSTeM-UniPA)

Gas sensors calibration for volcanic plume measurements

Goal: obtaining a reference calibration from commercial standard gases

Sensors:

- electrochemical (SO_2 , H_2S , H_2 , HCl , ...)
- spectrometers (CO_2 , H_2O , ...)
- others (P, T, RH, ...)

Function:

- diffusive (difficult to calibrate in controlled conditions, need of weatherproof boxes)
- pipe (easy to calibrate in controlled conditions)

In every case they have a linear output in a specified range

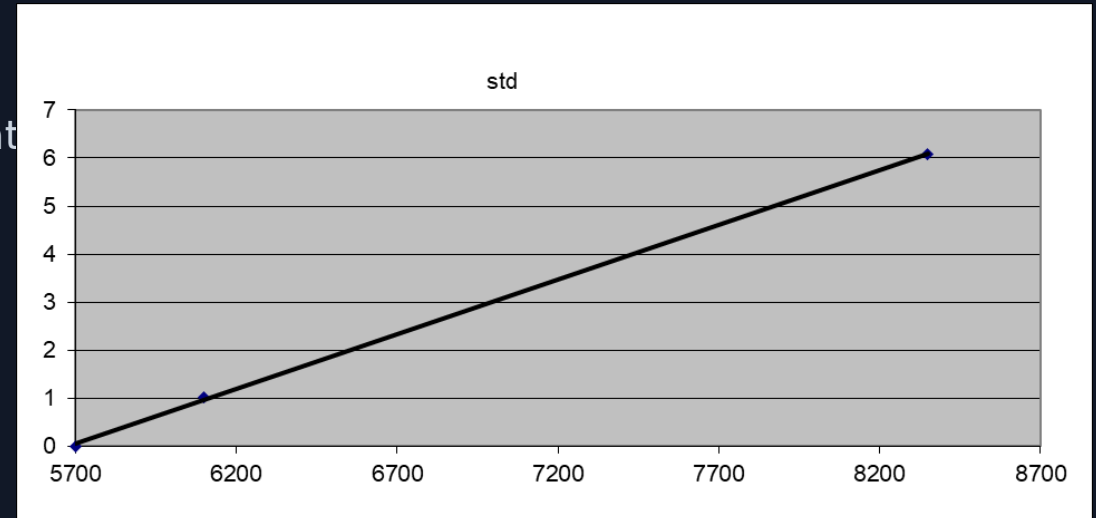
Calibration: exposing the sensor to at least 2 reference gases
a couple of values are needed (sensor raw output and std concentration)

BitMin=5700; BitMax=8400

ValMin=0%; ValMax=6.1%;

ValOff=0;

A linear equation is used to obtain the measured gas concentration



Gas sensors calibration for volcanic plume measurements

To calibrate sensors with different ranges:

- Many gas reference
- Mixing standard gases together or with a neutral eluent (i.e. standard gas only with NO₂ and O₂)

Procedures:

- Manual (using a 3 way tap and syringe)
- Automatic mixers

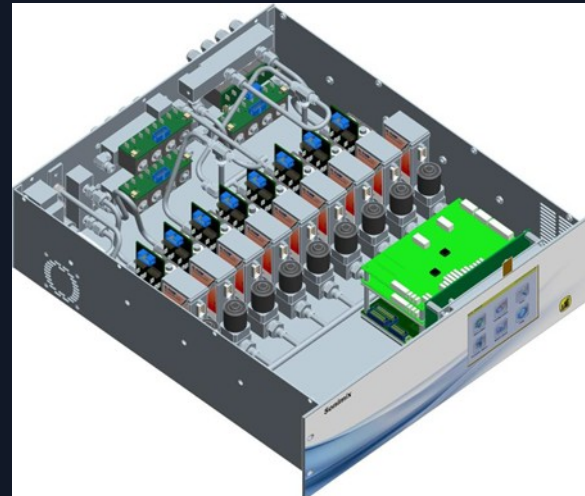
To avoid pressure issues multifoil bags are used

Problems: standard gases are dry, not good to expose electrochemical sensors for long time



Manual mixing

Commercial automatic mixer



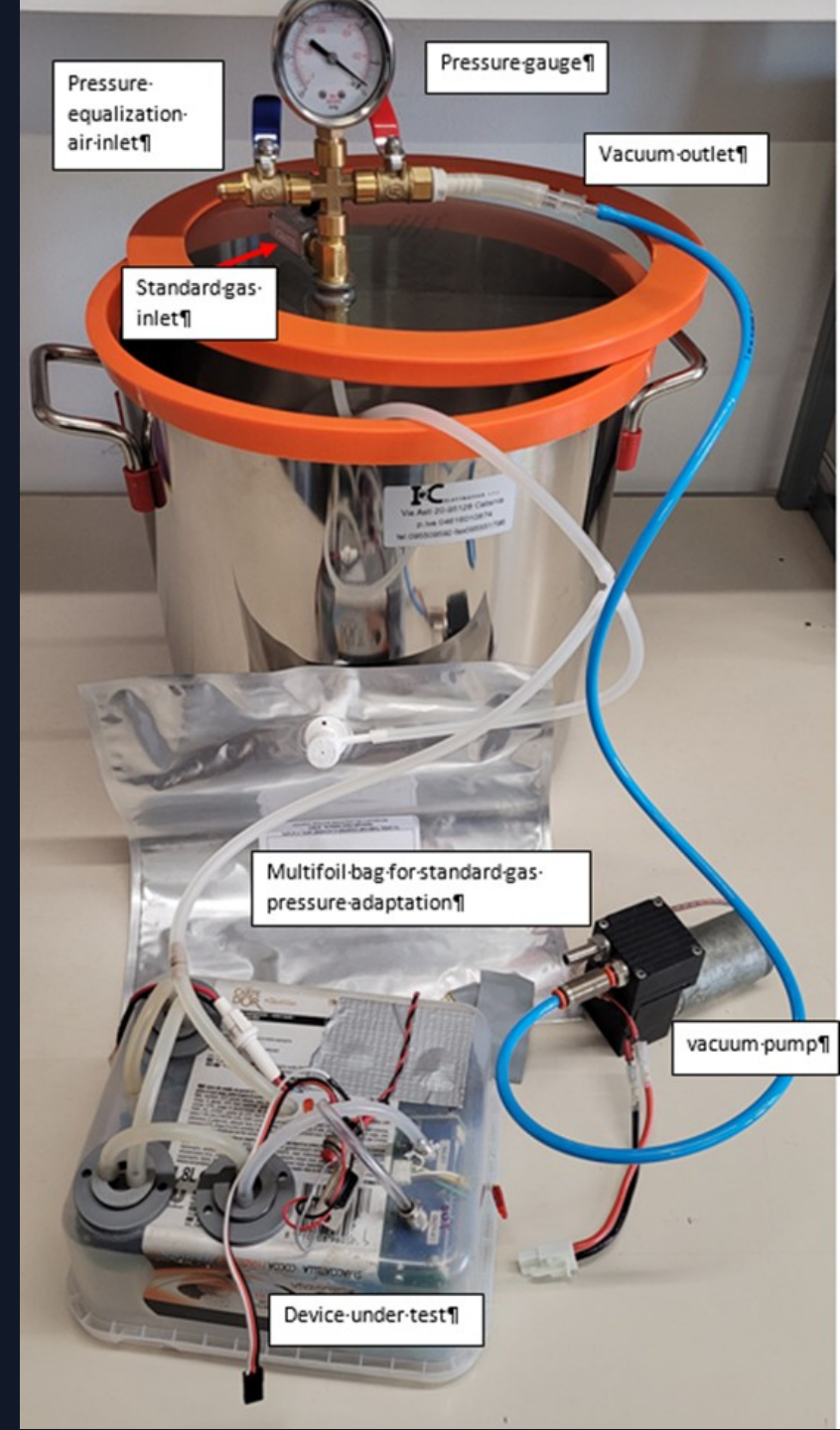
Mixer prototype

Low-pressure test

Low-pressure test are useful to characterise the behaviour of the sensors in real environmental conditions, often the volcanic craters are at high altitude

Cheap spectrometers are often with no pressure compensation, or the compensation range is limited

Electrochemical sensors are theoretically less influenced by ambient pressure, but often this is not well documented



Gas Mixer with Mass Flow Controllers



Atmosfere Simulate

Riproduzione estremamente fedele e controllata di gas, come CO₂, SO₂ e H₂S, fondamentali per la simulazione sperimentale di gas tipici di sistemi vulcanici.



Massima Flessibilità

Permette di superare i limiti delle bombole pre-miscelate, generando infinite combinazioni dinamiche a partire da poche miscele di gas.



Calibrazione Sensori

Fornisce un ambiente controllato e stabile in lab, indispensabile per testare e calibrare la risposta della strumentazione utilizzata sul campo, MultiGAS e altro.

Gas Mixer with Mass Flow Controllers

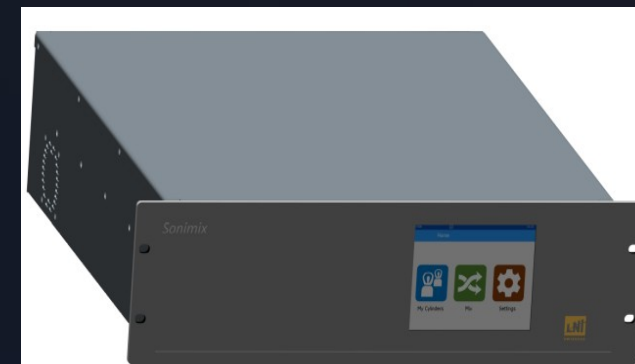
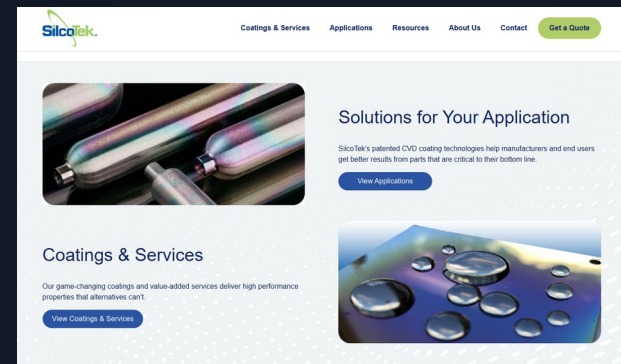
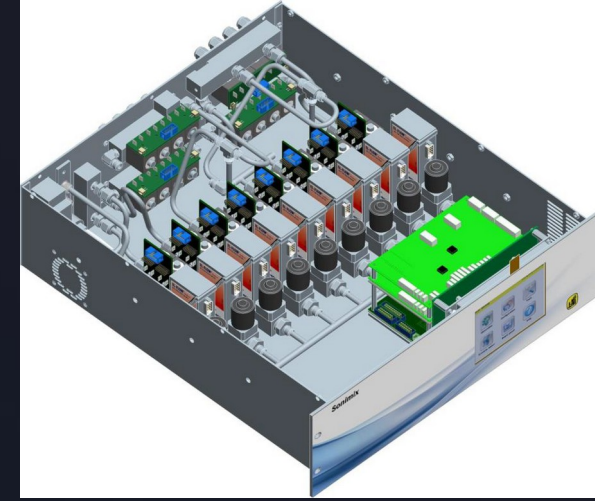
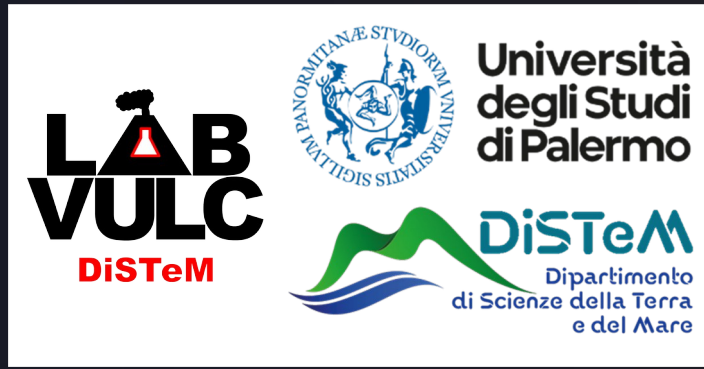
LabVulc DiSTeM UniPA

- **Modello:** Sonimix 7100 LNI Swissgas SA
- **Canali disponibili:** 1 eluente + 5 gas
- **4 canali con MFC from 10% to 100% of the full scale (FS) - 40 ml/min to 2000 ml/min**

2 canali con MFC from 2% to 100% of the full scale (FS) - 4 to 2000 ml/min

2 Additional range line alto fattore di diluizione (1/100)

n°4 Silconert 2000: linee con trattamento specifico di passivazione delle superfici in acciaio inossidabile per gas corrosivi



<https://www.silcotek.com/>

Gas Mixer with Mass Flow Controllers.

Specifiche

Accuratezza : $\text{MFC} \pm 0,5 \% \text{ RD plus}$
 $\pm 0,1\% \text{ FS}$

Repetability : $< 0,2 \% \text{ RD (Reading)}$

Stability of regulation : $< \pm 0,1 \% \text{ FS}$
(Full Scale)

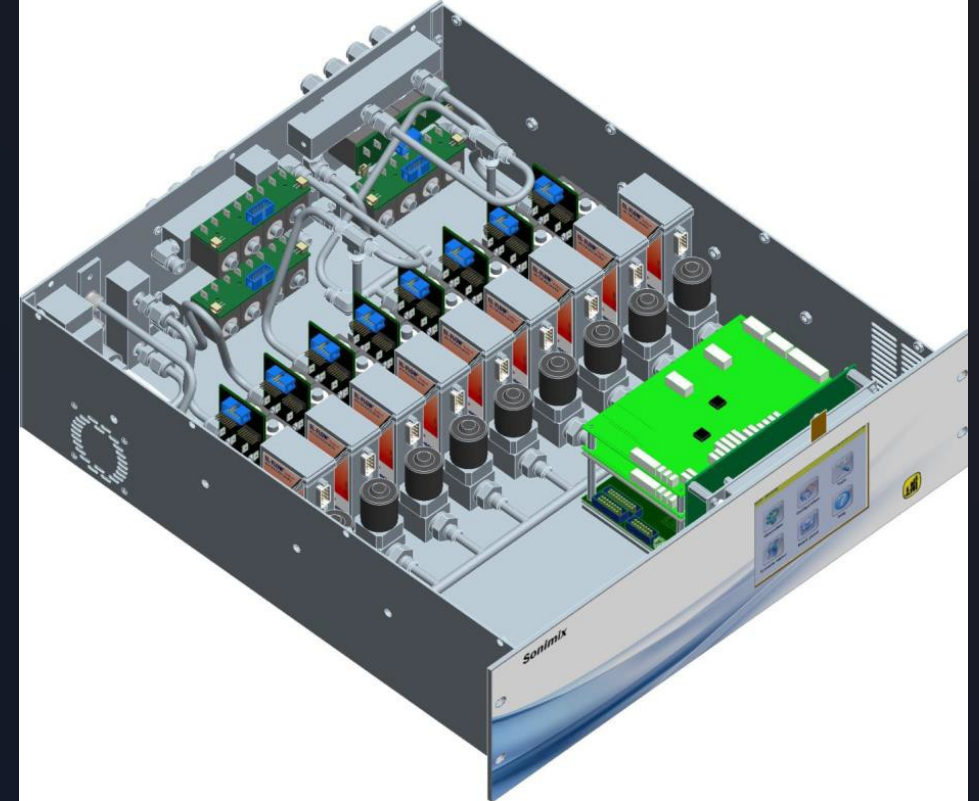
Architettura Modulare: Il sistema è scalabile e può gestire da 2 fino a 6 canali indipendenti in simultanea.

Per le nostre applicazioni viene impostato il flusso in uscita FISSO, da 0.5 a 1.4 l/min, in dipendenza del setup di sensori da calibrare.



Il Principio di **Funzionamento**

- **Tecnologia MFC:** Sfrutta i Regolatori di Flusso di Massa, garantendo un controllo altissimo sulle miscele gassose.
- **Fisica dei gas:** La misurazione non si basa sul volume, ma sulla massa termica, annullando le fluttuazioni di pressione.
- **Gestione Combinata:** Coordina contemporaneamente un Gas “Eluente o Carrier” (Azoto + Ossigeno 20%) e Gas Costituenti (CO₂, SO₂...).
- **Vantaggio:** Il microprocessore regola istante per istante l'apertura delle valvole per mantenere la miscela perfettamente stabile in flusso, indipendentemente da variazioni esterne di pressione.



Affidabilità e Gestione Errori



Stabilità Termica

La fisica dei sensori richiede tempo: lo strumento esegue un warm-up di 45 minuti per garantire l'accuratezza strutturale del $\pm 0.5\%$.



Compensazione Attiva

Il microprocessore monitora l'apertura delle valvole (0-5000mV), bilanciando attivamente eventuali cali di pressione dalle bombole di alimentazione.



Allarmi Visivi

Integrità garantita: se lo stress fluidico supera i parametri ottimali, l'operatore viene immediatamente avvisato e la miscela viene invalidata.

La Logica di Miscelazione

- **Astrazione dal processo:** L'operatore non deve eseguire calcoli fluidodinamici o matematici complessi per ottenere la concentrazione.
- **Definizione Target:** Si imposta in modo diretto ed intuitivo la concentrazione finale desiderata per l'esperimento (in ppm o %).
- **Parametro base:** L'unico dato tecnico richiesto è il flusso totale erogato in uscita (espresso in ml/min).
- **Processo Autonomo:** Il sistema calcola dinamicamente le proporzioni e modula le valvole istante per istante.

SX 7100 04:41

Library

MyCylinder

Name MyCylinder

Balance Nitrogen N2 78.96 %

Component 1 Carbon Dioxide CO2 400 ppmv

Component 2 Oxygen O2 21 %

Component 3 0 ppbv

SX 7100 07:35

Connect

Line CMP 0

Multiplexor 1

Cylinder CO2-400ppm CMP 0.1

	Air	99.96	%	balance
CO2	400		ppmv	
-	-	-	-	-
-	-	-	-	-
-	-	-	-	-
-	-	-	-	-

SX 7100 23:48

Mix

1 One mix

Sequence

SX 7100 00:01

One mix

LNI_mix

Total flow ≥ 0 ml/min

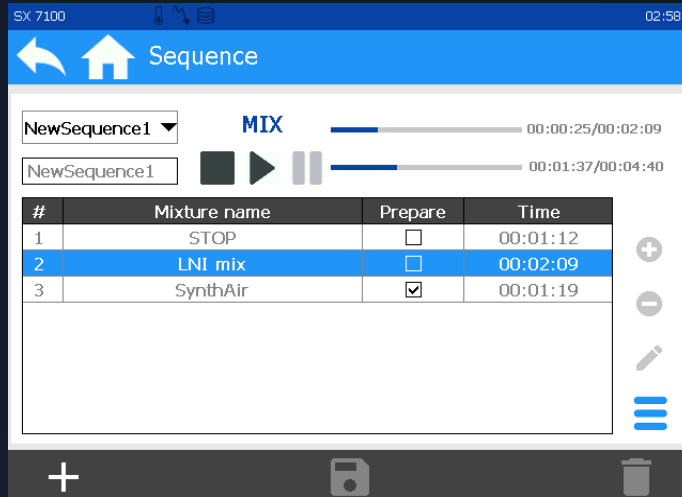
PREPARE

MIX

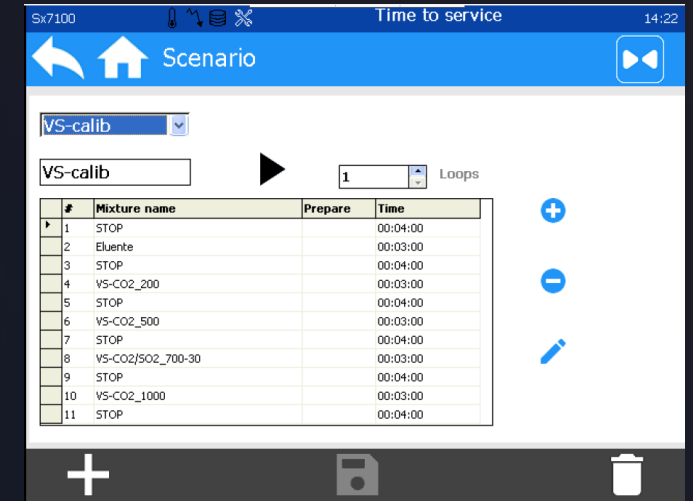
STOP

N2		3995 mV
CO	0.5	499 mV
NH3	1500	5000 mV

Automazione ed **Esperimenti in laboratorio**



Purge Linee
Impostazione della pulizia automatica delle valvole tra una concentrazione e l'altra, per evitare contaminazioni incrociate.



Rampe di Test
Creazione di programmi temporizzati a gradini (es. 100ppm, 500ppm, 1000ppm) per testare l'evoluzione della risposta dei sensori.

Purge aria atmosferica
Attivazione* di un sistema customizzato per aria esterna tra una miscela e l'altra (miscele anidre).

Riproducibilità
Esecuzione scientifica completamente autonoma, priva di errori manuali e standardizzata per le validazioni dei dati vulcanologici.

Calibrazione VulcanoSonda

- **Miscela standard LabVulc-DiSTeM UniPA:**
CO₂ 1003 ppm - SO₂ 88.4 ppm - H₂S 33.2 ppm - SyntAir (N₂ + O₂ 20%)
- **Sensori Calibrati e caratterizzati per n°4 sonde.**
CO₂ - SO₂ - H₂S - HCl?
Per la calibrazione dei sensori di tipo diffusivo, è stata necessaria la costruzione di housing specifico
- **Elettrochimici + Spettrometro: Feb 2025**
- **Spettrometri: Set 2025, pre campagna etna. Zero + cal**



LAB VULC

DiSTeM-UniPa

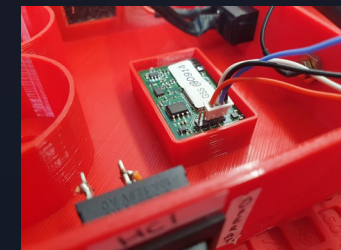
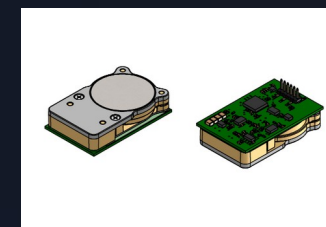
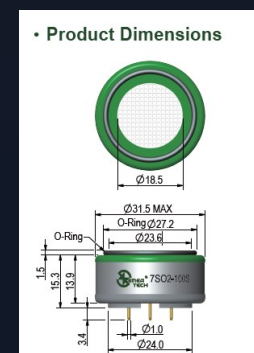
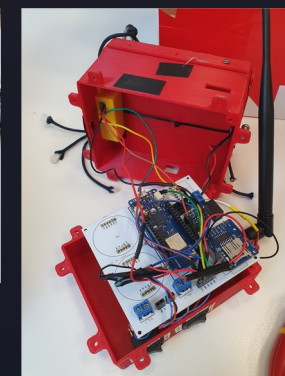


DiSTeM

Dipartimento di Scienza della Terra e del Mare



Fornit	Litri	P [bar abs]	Cont. [mol]	#	GAS	Resto	Conc Richiesta [ppm mol]	Conc. Effet [ppm mol]		Incertezza Estesa		Note	Matricola	Barcode	Scheda Sicurezza
Nippon Gases	10	150	1.5	Piena	CO ₂	O ₂ 20.022 % mol Azoto diff	3000	2996		1% ± 30 ppm mol			78/125/117	IN205653	NG566-RC
Nippon Gases	10	150	1.5	Piena	SO ₂	O ₂ 20.006 % mol Azoto diff	90	88.4		4% ± 3.5 ppm mol			8291C	12157420	NG5820
Nippon Gases	10	150	1.5	Piena	H ₂ S	O ₂ 19.931 % mol Azoto diff	40	33.2		4% ± 1.3 ppm mol			5865C	12197114	NG567
Nippon Gases	10	150	1.5	Piena	CO ₂ H ₂	O ₂ 20.019 % mol Azoto diff	1000 15	CO ₂	H ₂	1% CO ₂	2% H ₂		HY0000548	IN404833	NG564-RC
								1003	15	± 10 ppm mol	± 0.30 ppm mol				
Nippon Gases	20	150	3	Piena	Eluente	O ₂ 19.981 % mol Azoto diff		Azoto Ossigeno		+ 0.100 % mol (Ossigeno)			8-064736	IN422805	NG38



Calibrazione VulcanoSonda

- Comandi di calibrazione per la CO₂ (invio in TTL):
K1
@ 0
X1000 durante la calibrazione con il gas a concentrazione nota di 1000 ppm
- Scenario per la calibrazione delle schede CO₂:
Eluente (zero CO₂) [3 min]
Fresh Air [4 min]
CO₂ 200ppm [3 min]
Fresh Air [4 min]
CO₂ 500ppm [3 min]
Fresh Air [4 min]
CO₂ 700 + SO₂ 30 ppm [3 min]
Fresh Air [4 min]
CO₂ 1000ppm [3 min]
Fresh Air [4 min]

K COMMAND (0x4B)	
Description	Sets the control interface mode
Syntax	ASCII character 'K', SPACE, mode number, terminated by 0x0D 0x0A (CR & LF)
Example	K 1\r\n
Response	K 00001\r\n (this number is variable)

GSS		CoziR®-LP		
Gas Sensing Solutions		Low Power CO ₂ Sensor		
Syntax	Use	Example	Response	Comments
Z\r\n	Return the most recent filtered CO ₂ measurement in ppm	Z\r\n	Z 00521V\r\n	
z\r\n	Return the most recent unfiltered CO ₂ measurement in ppm	z\r\n	z 00521V\r\n	
@ ##\r\n	Sets the timing for initial and interval auto-zero periods	@ 1.0 8.0\r\n	@ 1.0 8.0V\r\n	See "Auto-zero setting" for details
@ \r\n	Returns the Auto-zero configuration	@ 1.0 8.0\r\n	@ 1.0 8.0V\r\n	See "Auto-zero setting" for details
@ #\r\n	Switch Auto-zeroing on or off	@ 0\r\n	@ 0V\r\n	See "Auto-zero setting" for details
.\r\n	Returns the scaling factor multiplier required to convert the Z or z output to ppm	.\r\n	. 00001V\r\n	Multiply by 1 in the example

X COMMAND (0x58)	
Description	Sets the zero point with the sensor in a known concentration of CO ₂ . Input value is scaled by CO ₂ value multiplier, see '.' command.
Syntax	ASCII character 'X', SPACE, then the gas concentration, terminated by 0x0D (CR & LF)
Example	X 1000\r\n
Response	X 33000\r\n (the number is variable).

Sx7100 Time to service 14:22

Scenario

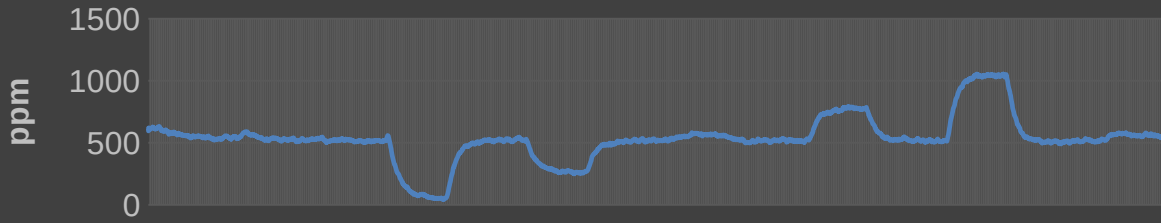
VS-calib

VS-calib 1 Loops

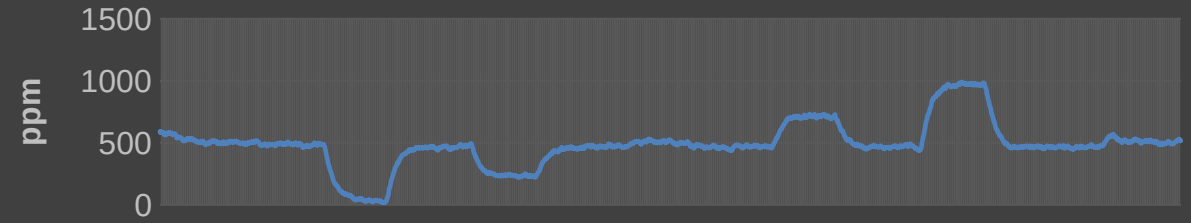
#	Mixture name	Prepare	Time
1	STOP		00:04:00
2	Eluente		00:03:00
3	STOP		00:04:00
4	VS-CO2_200		00:03:00
5	STOP		00:04:00
6	VS-CO2_500		00:03:00
7	STOP		00:04:00
8	VS-CO2/SO2_700-30		00:03:00
9	STOP		00:04:00
10	VS-CO2_1000		00:03:00
11	STOP		00:04:00

Calibrazione VulcanoSonda: CO2 news calib

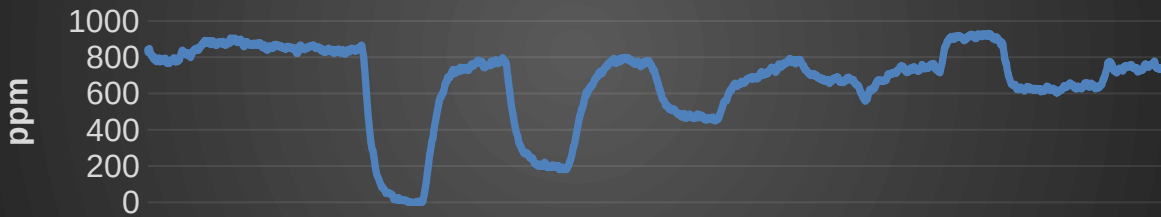
A



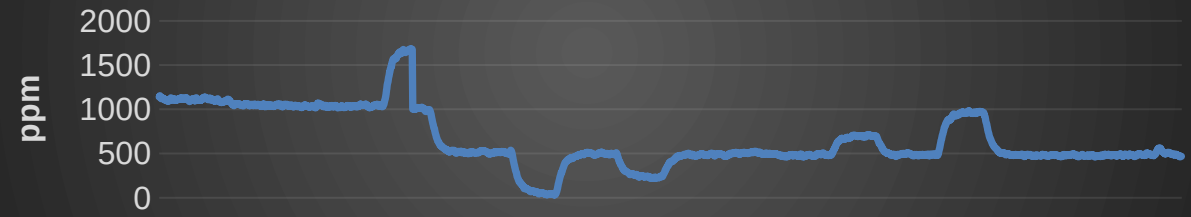
C



B



D + calib



Test sul campo VulcanoSonda

Vulcano Aprile 2026



Etna giugno 2026



Etna ottobre 2026



Conclusions

- Satisfactory results with SO₂ and H₂S semeatech sensors of volcanosonda, sufficient agreement with reference MG sensors
- Bad results with HCl sensor, known excessively high cross interference with H₂S
- Not satisfactory results with CO₂ sensor, difficult to calibrate and not stable for long periods in the field

Suggestions

- Consider the adoption of different CO₂ sensors, like K30
- Prepare easy to use calibration caps for all the sensors
- Prepare a specific fw to obtain easy calibration for the vulcanosonda

Many Thanks!