

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **238801**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **420749**

(22) Data zgłoszenia: **06.03.2017**

(51) Int.Cl.

**G01N 30/12 (2006.01)**

**G01N 1/40 (2006.01)**

**G01N 30/60 (2006.01)**

**G01N 30/62 (2006.01)**

(54)

**Urządzenie do zatężania koncentracji lotnych związków organicznych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**10.09.2018 BUP 19/18**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**04.10.2021 WUP 27/21**

(73) Uprawniony z patentu:

**AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA  
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE,  
Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**ARTUR RYDOSZ, Olszanica, PL  
GRZEGORZ ZALOT, Katowice, PL**

(74) Pełnomocnik:

**recz. pat. Maciej Magoński**

**PL 238801 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do zateżniania koncentracji lotnych związków organicznych, wyposażone w mikroprekoncentrator na bazie węgla aktywnych, znajdujące zastosowanie w systemach monitorowania miejsc użyteczności publicznej, jakości wody pitnej, w diagnozowaniu różnych chorób, w przemyśle spożywczym i innych.

Pomiary stężeń gazów są bardzo istotnym problemem w monitoringu skażenia środowiska, procesach przemysłowych, w analizie składu wydychanego powietrza. Do tego celu wykorzystuje się różne techniki pomiarowe, takie jak: chromatografia gazowa czy spektrometria mas, które pozwalają oznaczyć związki występujące w stężeniach mikro-, ultramikro- i submikrośladowych, a także półprzewodnikowe, rezystancyjne czujniki gazów, przy czym czujniki te charakteryzują się stosunkowo wysoką granicą wykrywalności na poziomie dziesiątek cząsteczek na milion (ppm). Ogranicza to stosowanie tych czujników w aplikacjach medycznych czy przemysłowych, gdzie stężenia gazów najczęściej występują na poziomie pojedynczych cząsteczek na miliard (ppb). Poprawę czułości można uzyskać poprzez metodę prekoncentracji, która polega na gromadzeniu pobranej próbki na adsorbencie, jej zateżnieniu, szybkiej termicznej desorpcji i podaniu wzbogaconej próbki do systemu analizującego. Do tego celu znalazły zastosowanie układy wzbogacania składników próbki gazowej, takie jak prekoncentratory.

Znany jest z polskiego zgłoszenia patentowego nr P.404902 prekoncentrator na bazie nanostrukturalnych tlenków szerokoprzerwowych zwłaszcza do zateżniania koncentracji gazów utleniających w warunkach atmosferycznych charakteryzuje się tym, że złożo (absorber) usytuowany jest w środkowej części rurki odpornej na działanie substancji chemicznych i wysokiej temperatury, korzystnie ze spektralnie czystego kwarcu lub wysokogatunkowej stali nierdzewnej i ma po obu stronach umieszczone filtry korzystnie z ultraczystej i inertnej chemicznie waty kwarcowej, dobranej w zależności od granulacji i wielkości złoża, przy czym złożo z filtrami jest pozycjonowane w środkowej części rurki tulejkami dystansowymi korzystnie wykonanymi ze stali nierdzewnej, a bezpośrednio w złożu usytuowany jest czujnik temperatury. Rurka ze złożem umieszczona jest wewnątrz grzałki korzystnie spiralnej nagrzewnicy oporowej przylegającej ściśle do zewnętrznej ścianki rurki i wyposażona jest w pneumatyczne złącza odseparowane od grzałki przekładką dielektryczną. Natomiast czujnik temperatury podłączony jest do bloku regulacji i pomiaru temperatury złoża układu pomiarowego prekoncentratora, który wyposażony jest w zawór 3-drożny, przed którym znajduje się przepływomierz, a pomiędzy zaworem trójdrożnym i przepływomierzem znajduje się trójnik dzielący strugę gazu na dwa tory pneumatyczne: by-pass z zaworem dławiąco zwrotnym i tor pomiarowy z 6-cio portowym zaworem i czujnikiem gazu oraz tor referencyjny czujnika gazu z zaworem dławiącym, przy czym za czujnikiem gazu znajduje się przepływomierz. Kierunek adsorpcji i desorpcji badanego gazu odbywa się w jednym i tym samym kierunku.

Celem wynalazku jest opracowanie konstrukcji mikroprekoncentratora na bazie węgla aktywnych do zagęszczania lotnych związków organicznych wraz z układem kontroli i stabilizacji temperatury jego pracy oraz układem pomiarowym, który umożliwi przed właściwym pomiarem, zateżnienie składników próbki gazowej, zawierającej od kilkudziesięciu do kilkuset cząstek na miliard (ppb) do poziomu od kilku do kilkudziesięciu cząstek na milion (ppm), co zapewni detekcję i pomiar przez podstawowe czujniki gazów.

Istotą urządzenia do zateżniania koncentracji lotnych związków organicznych składającego się z mikroprekoncentratora na bazie węgla aktywnych, który połączony jest z mikrozaworem, podłączonym do czujnika badanego gazu, zaś grzałka mikroprekoncentratora połączona jest z układem kontroli i stabilizacji temperatury jest to, że mikrozawór wyposażony jest w dziesięć portów, które skonfigurowane są w sposób umożliwiający przebieg zateżniania badanego gazu w jednym kierunku, a jego desorpcję – w drugim. Podczas procesu desorpcji porty pierwszy z drugim, trzeci z czwartym, piąty z szóstym, siódmy z ósmym, dziewiąty z dziesiątym oraz dziesiąty z pierwszym połączone są ze sobą i dodatkowo port trzeci połączony jest z butlą z gazem nośnym, którym jest azot, port czwarty – z jedną z tulejek, port ósmy – z butlą z gazem badanym, którym jest aceton, port dziewiąty – z drugą tulejką, a port drugi – z czujnikiem badanego gazu. Natomiast w trakcie adsorpcji porty pierwszy z dziesiątym, drugi z trzecim, czwarty z piątym, szósty z siódmym oraz ósmy z dziewiątym połączone są ze sobą i dodatkowo port trzeci połączony jest z butlą z azotem, port czwarty – z jedną z tulejek, port ósmy – z butlą z gazem badanym, port dziewiąty – z drugą tulejką, a port drugi – z czujnikiem badanego gazu.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony schematycznie w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie w pozycji A, realizujące proces desorpcji, a fig. 2 – urządzenie w pozycji B – realizujące proces adsorpcji.

Urządzenie składa się z mikroprekoncentratora 11, który ma budowę cylindryczną o symetrii osiowej, którego elementem konstrukcyjnym jest grzałka 12 o mocy około 30 W ze złączami, umożliwiającymi na jego podłączenie do układu kontroli i stabilizacji temperatury 13. Mikroprekoncentrator 11 stanowi rurka kwarcowa 11a o długości 89 mm oraz o średnicy wewnętrznej wynoszącej 5 mm i zewnętrznej – 6,35 mm, wewnątrz której znajduje się złożo 11b (adsorbent) w postaci nanocząsteczek węgla aktywnego o nazwie handlowej Carboxen – 1018 firmy Sigma-Aldrich i średnicy około 200  $\mu\text{m}$ . Pozycja złożo 11b ustabilizowana jest watą kwarcową i tulejkami 10c z wysokogatunkowej stali nierdzewnej. Na rurkę kwarcową 11a na długości 60 mm w obrębie złożo 11b nawinięta jest grzałka 12 w postaci 30 zwojów przewodu w izolacji z włókna szklanego, który zawiera dwa druty wykonane z materiału stosowanego do wyrobu termopar typu „J”, przy czym jeden drut wykonany jest z konstantanu wykazujący rezystancję 2– 2,5  $\Omega$ , a drugi z czystego żelaza wykazujący rezystancję około 0,5  $\Omega$ . Drut konstantanowy charakteryzuje się niemal zerowym współczynnikiem temperaturowym rezystancji i wykorzystywany jest do grzania, natomiast drut żelazny do pomiaru temperatury. Bifilarne nawinięcie drutów pozwala na bardzo szybki i dokładny pomiar temperatury z uwagi na to, że takie ułożenie drutu grzewczego oraz pomiarowego pozwala na uzyskanie najlepszego kontaktu termicznego. Mikroprekoncentrator 11 połączony jest z 10-cio portowym mikrozaworem 14, co umożliwia desorpcję (fig. 1) oraz zatężanie (adsorpcję) (fig. 2) badanego gazu, przy czym zatężanie przebiega w jednym kierunku, a desorpcja – w drugim. W pozycji A porty 1–2, 3–4, 5–6, 7–8, 9–10 oraz 10–1 połączone są ze sobą i dodatkowo port 3 połączony jest z butlą z gazem nośnym 17, którym jest azot, port 4 – z jedną z tulejek 11c, port 8 – z butlą z gazem badanym 16, którym jest aceton, port 9 – z drugą tulejką 11c, a port 2 – z czujnikiem badanego gazu 15. Natomiast w pozycji B porty 1–10, 2–3, 4–5, 6–7 oraz 8–9 połączone są ze sobą i dodatkowo port 3 połączony jest z butlą z azotem, port 4 – z jedną z tulejek 11c, port 8 – z butlą z gazem badanym 16, port 9 – z drugą tulejką 11c, a port 2 – z czujnikiem badanego gazu 15. Układ kontroli i stabilizacji temperatury 13 pozwala przeprowadzać procesy nagrzewania i studzenia złożo 11b w sposób ściśle kontrolowany i monitorowany.

Zatężanie koncentracji acetonu przebiega etapami w następujący sposób:

- I. Etap płukania złożo i kondycjonowania. W tej fazie następuje usunięcie ze złożo 11b zanieczyszczeń, przez które w temperaturze pokojowej przepuszcza się azot przez okres 30 minut przy konfiguracji portów 3–4 mikrozaworu 14. Następnie przy konfiguracji portów 1–2, 3–4, 5–6, 7–8, 9–10 przeprowadza się desorpcję (pozycja A) polegającą na przepuszczaniu przez złożo 11b azotu i cyklicznym podgrzewaniu do temperatury 350° przez okres 3 godzin, a następnie schłodzeniu mikroprekoncentratora 11 do temperatury otoczenia. W wyniku takiego działania mikroprekoncentrator 11 jest gotowy do działania.
- II. Etap adsorpcji w złożu. Mikrozwór 14 przestawia się do pozycji B – konfiguracja portów 10–1, 2–3, 4–5, 6–7, 8–9. Przez złożo 11b przepuszcza się przez 120 minut zatężany gaz w postaci acetonu, natomiast poprzez porty 3 i 2 wpływa do czujnika badanego gazu 15.
- III. Płukanie. Mikrozwór 14 przestawia się na pozycję A i przepłukuje się złożo 11b azotem w celu usunięcia acetonu przy konfiguracji portów jak w etapie I.
- IV. Desorpcja gazu ze złożo. Przez okres 5 minut przez złożo 11b podgrzane do temperatury 250°C przepuszcza azot.

Wykaz oznaczeń na rysunku

- 1,2,3,4,5,6,7,8,9, 10 – porty
- 11 – mikroprekoncentrator
- 11a – rurka kwarcowa
- 11b – złożo
- 11c – tulejka
- 12 – grzałka
- 13 – układ kontroli i stabilizacji temperatury
- 14 – mikrozwór
- 15 – czujnik badanego gazu
- 16 – butla z gazem badanym
- 17 – butla z gazem nośnym

## Zastrzeżenie patentowe

1. Urządzenie do zatężania koncentracji lotnych związków organicznych składające się z mikro-prekondensatora na bazie węgla aktywnych, który połączony jest z mikrozwaworem, podłączonym do czujnika badanego gazu, zaś grzałka mikroprekondensatora połączona jest z układem kontroli i stabilizacji temperatury, **znamiennie tym**, że mikrozwór (14) wyposażony jest w dziesięć portów (1), (2), (3), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10), które skonfigurowane są w sposób umożliwiający przebieg zatężania badanego gazu w jednym kierunku, a jego desorpcję – w drugim, przy czym podczas procesu desorpcji porty (1)–(2), (3) –(4), (5)–(6), (7)–(8), (9)–(10) oraz (10)–(1) połączone są ze sobą i dodatkowo port (3) połączony jest z butlą z gazem nośnym (17, którym jest azot, port (4) – z jedną z tulejek (11c), port (8) – z butlą z gazem badanym (16), którym jest aceton, port (9) – z drugą tulejką (11c), a port (2) – z czujnikiem badanego gazu (15), natomiast w trakcie adsorpcji porty (1)–(10), (2)–(3), (4)–(5), (6)–(7) oraz (8)–(9) połączone są ze sobą i dodatkowo port (3) połączony jest z butlą z azotem, port (4) – z jedną z tulejek (11c), port (8) – z butlą z gazem badanym (16), port (9) – z drugą tulejką (11c), a port (2) – z czujnikiem badanego gazu (15).

## Rysunki

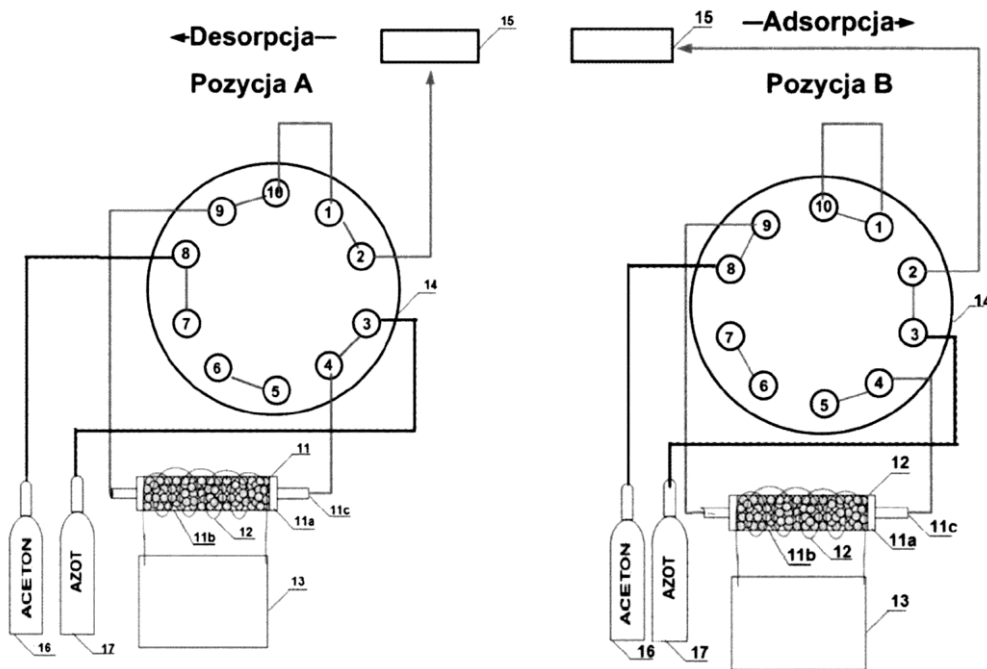


Fig.1

Fig.2