

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **223874**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **413547**

(22) Data zgłoszenia: **10.05.2013**

(62) Numer zgłoszenia, z którego nastąpiło wydzielenie:
403843

(51) Int.Cl.
G01N 27/12 (2006.01)
G01N 27/26 (2006.01)

(54) **Układ pomiarowy dla struktur sensorowych na bazie rezonatora kwarcowego QCM,
zwłaszcza do detekcji i pomiaru analitów gazowych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
24.11.2014 BUP 24/14

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.11.2016 WUP 11/16

(73) Uprawniony z patentu:
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
TADEUSZ PUSTELNY, Gliwice, PL
MARCIN PROCEK, Łuków Śląski, PL
AGNIESZKA STOLARCZYK,
Piekary Śląskie, PL
ERWIN MACIAK, Piekary Śląskie, PL

(74) Pełnomocnik:
rzecz. pat. Urszula Ziółkowska

PL 223874 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest układ pomiarowy dla struktur sensorowych, na bazie rezonatorów kwarcowych typu QCM, służących zwłaszcza do detekcji i pomiaru stężeń gazów.

Grawimetryczne sensory gazów, a wśród nich sensory akustoelektroniczne np. oparte na QCM (mikrowagach kwarcowych) czy struktury typu SAW (na akustycznej fali powierzchniowej) są alternatywą do najszerszej stosowanych czujników konduktometrycznych (rezystancjach, półprzewodnikowych itp.), w których warstwa sensorowa często oparta jest na tlenkach metali. Czujniki QCM posiadają szereg zalet takich, jak: niska temperatura pracy (w tym praca w temperaturze pokojowej), małe zapotrzebowanie na energię, relatywna stabilność temperaturowa oraz wysoka czułość. Czujniki te często charakteryzują się również relatywnie niską ceną i prostotą konstrukcji.

Z amerykańskiego opisu patentowego nr US 20030121780 A1 znany jest czujnik NOx na bazie tlenku cyrkonu.

Z amerykańskiego opisu patentowego nr US 20090071229 znany jest sensor oraz metoda detekcji NOx, którym mikrowaga kwarcowa QCM pokryta jest warstwami zeolitu.

Układ pomiarowy według wynalazku charakteryzuje się tym, że zawiera złącze sygnałowe korzystnie BNC, z którego sygnał doprowadzany jest do przewodzącej głowicy korzystnie wyposażonej w styki sprężynujące, które doprowadzają sygnał do tylnej elektrody struktury sensorowej na przetworniku QCM, przy czym pod strukturą sensorową umieszczone są elementy zapewniające kontakt do masy oraz dobre przewodnictwo cieplne, w postaci metalowych przekładek spoczywających na elemencie grzejnym korzystnie ceramicznym, z otworem zapewniającym dopływ analitów gazowych, przy tym do sensora przytknięty jest czujnik temperatury korzystnie cienka termopara, a wewnątrz komory, to jest poniżej elementu grzejnego z otworem, korzystnie w niewielkiej odległości, umieszczony jest drugi element grzejny wraz z czujnikiem temperatury, przy czym komora wyposażona jest w odpływ oraz dopływ analitów gazowych, korzystnie w postaci szybkich złączy wtykowych, przy czym wyprowadzenie masy zapewnia blaszka w formie podkładki z wyprowadzeniem, które przewodem połączone jest z masą złącza sygnałowego, natomiast podkładka i wyprowadzenie masy znajdują się na elemencie grzejnym.

Wszystkie materiały układu pomiarowego, z których wykonane są elementy komory powinny być odporne (inertne) chemicznie, niewydzielające gazów po podgrzaniu do temperatury ok. 150°C i odporne na działanie agresywnych środowisk gazowych.

Wykonano prototyp układu pomiarowego według wynalazku, w którym dokonano testów otrzymanych struktur sensorowych z nanocząstkami TiO₂. Wykonane testy wykazały, że będący przedmiotem wynalazku układ pomiarowy pozwala na stabilną pracę komercyjnych rezonatorów kwarcowych typu QCM w warunkach przepływu gazu oraz podczas podgrzewania. Bardzo ważną cechą rozwiązania według wynalazku jest fakt, że pomiarów można dokonywać w temperaturze pokojowej oraz podwyższonej.

Przedmiot wynalazku objaśniono w przykładach wykonania na rysunkach, na których fig. 1 przedstawia schemat układu pomiarowego dla struktury sensorowej, gdzie strzałkami oznaczono wlot i wylot gazu oraz pominięto elementy montażowe i uszczelniające, szarym kolorem wypełniono elementy obudowy, fig. 2 przedstawia element grzejny do wygrzewania i stabilizacji temperatury struktury sensorowej, wykonany jako rezystor grubowarstwowy na płytce alundowej (Al₂O₃), fig. 3 przedstawia schemat blokowy przykładowego stanowiska pomiarowego w jakim może pracować układ pomiarowy według wynalazku.

Na fig. 1 przedstawiono schemat układu pomiarowego, w którym może pracować dowolny sensor wykorzystujący przetwornik QCM (8). W celu doprowadzenia sygnału z oscylatora przygotowano złącze sygnałowe (1) – złącze BNC, którego gorący pin podłączono do głowicy wyposażonej w styki sprężynujące (2) doprowadzające sygnał do tylnej elektrody przetwornika QCM. Czujnik spoczywa na wypolerowanej podkładce przewodzącej (3) zapewniającej odpowiedni dystans, immobilizację struktury, przepływ temperatury i jednocześnie kontakt do masy. Wyprowadzenie masy zapewnia blaszka w formie podkładki z wyprowadzeniem (7), które przewodem łączy się z masą złącza sygnałowego. Podkładka (3) i wyprowadzenie masy (7) znajdują się na elemencie grzejnym (4) wykonanym w formie rezystora grubowarstwowego na podłożu ceramicznym wyposażonym w odpowiedni otwór pozwalający na dopływ analitów gazowych do struktury pomiarowej.

Pomiar temperatury jest przeprowadzany za pomocą termopary (9). Komora wyposażona jest także w drugi element grzejny (5), który umożliwia podgrzewanie próbek materiałów stałych i ciekłych

w celu analizy ich par. Pomiar temperatury tego elementu zapewnia czujnik temperatury (6) - Pt 100. Wlot i wylot gazu zaznaczono strzałkami na fig. 2.

W celu przeprowadzenia pomiaru potrzebne są dodatkowe elementy i urządzenia (dostępne na rynku) takie jak: odpowiedni oscylator/generator drgań, częstotściomierz oraz elektroniczny regulator temperatury. Należy również zapewnić odpowiednie dozowanie badanej mieszaniny gazowej, która powinna być dostarczana do komory ze stałym przepływem bądź kwazistatycznie. Dowolny jest również sposób sterowania pomiarem i akwizycji danych.

Wykaz oznaczeń:

- 1 – złącze sygnałowe;
- 2 – głowica pomiarowa ze stykami sprężynującymi;
- 3 – podkładka przewodząca,
- 4 – element grzejny z otworem;
- 5 – drugi element grzejny;
- 6 – czujnik temperatury - Pt 100;
- 7 – blacha przewodząca - wyprowadzenie masy;
- 8 – struktura sensorowa QCM z naniesionym absorberem;
- 9 – czujnik temperatury - termopara;

Zastrzeżenie patentowe

Układ pomiarowy dla struktury sensorowej na bazie rezonatora kwarcowego QCM, zwłaszcza do detekcji i pomiaru analitów gazowych, **znamienny tym**, że zawiera złącze sygnałowe (1), korzystnie BNC, z którego sygnał doprowadzany jest do przewodzącej głowicy korzystnie wyposażonej w styki sprężynujące (2), które doprowadzają sygnał do tylnej elektrody struktury sensorowej na przetworniku QCM, przy czym pod strukturą sensorową (8) umieszczone są elementy zapewniające kontakt do masy oraz dobre przewodnictwo cieplne, w postaci metalowych podkładek (3) spoczywających na elemencie grzejnym (4) korzystnie ceramicznym, z otworem zapewniającym dopływ analitów gazowych, przy tym do sensora przytknięty jest czujnik temperatury (9), korzystnie cienka termopara, a wewnątrz komory, to jest poniżej elementu grzejnego (4) z otworem, korzystnie w niewielkiej odległości, umieszczony jest drugi element grzejny (5) wraz z czujnikiem temperatury (6), przy czym komora wyposażona jest w odpływ oraz dopływ analitów gazowych, korzystnie w postaci szybkich złączy wtykowych, przy czym wyprowadzenie masy zapewnia blaszka w formie podkładki z wyprowadzeniem (7), które przewodem połączone jest z masą złącza sygnałowego, natomiast podkładki (3) i wyprowadzenie masy (7) znajdują się na elemencie grzejnym (4).

Rysunki

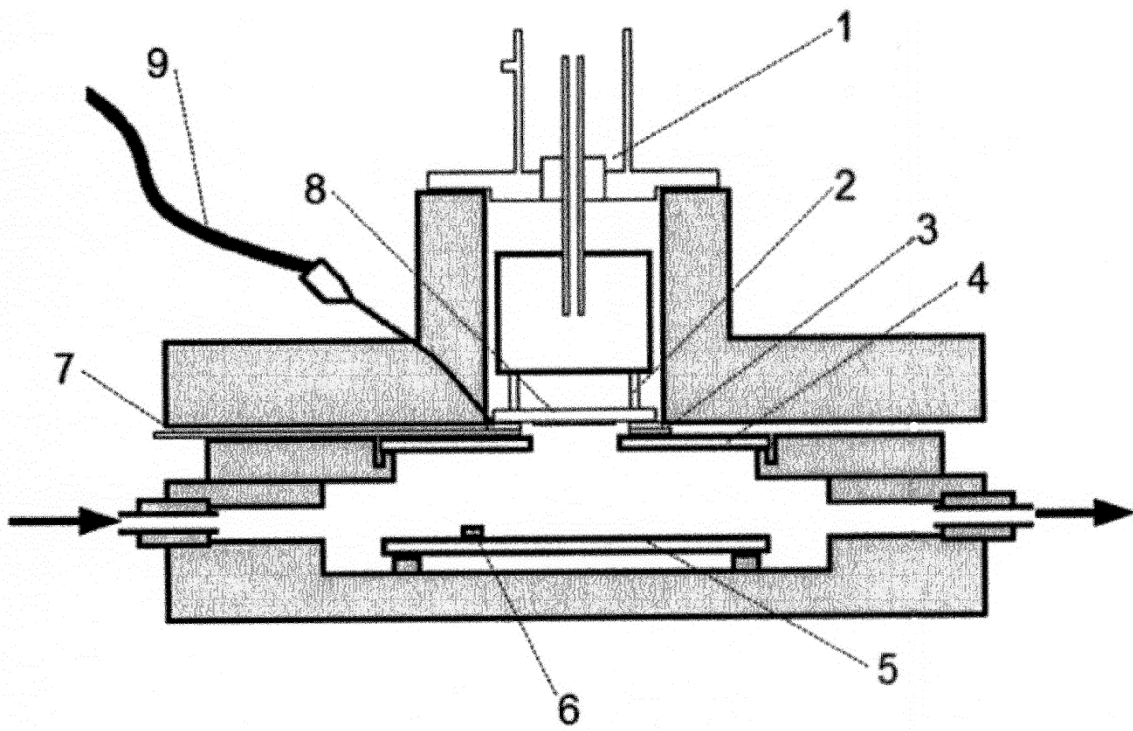


Fig.1

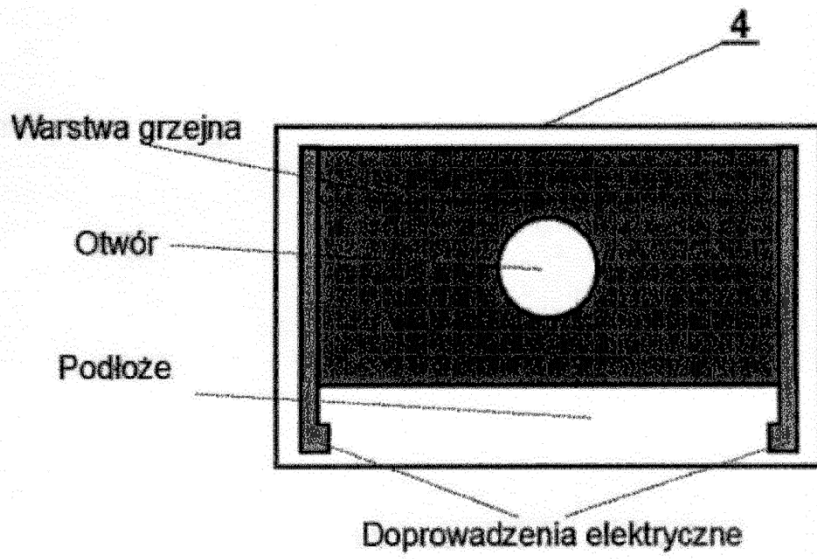


Fig. 2

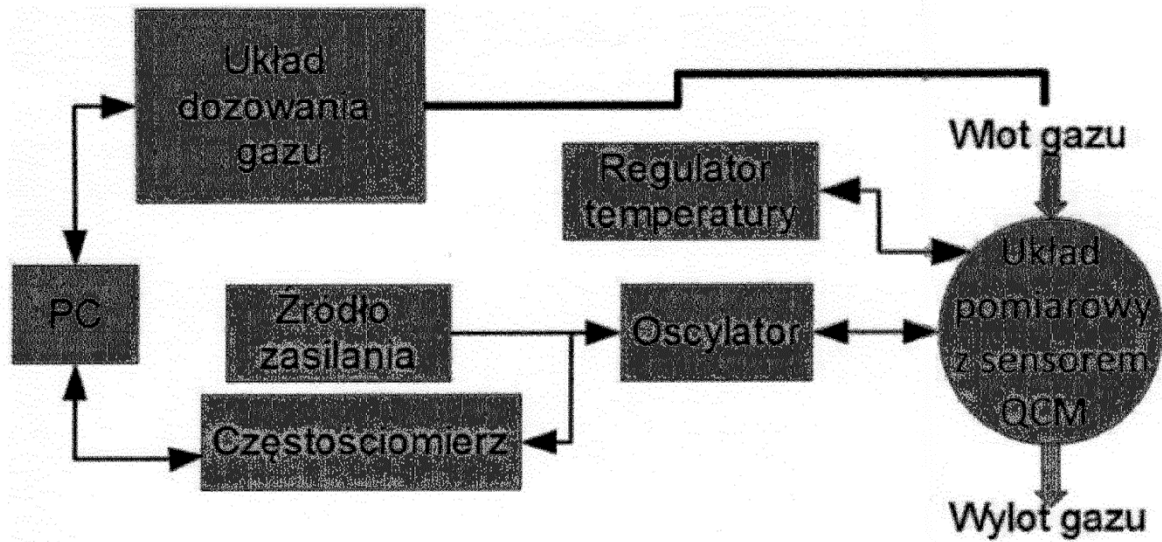


Fig.3

