

## Układ przesyłu gazu o kontrolowanej wilgotności

Przedmiotem wynalazku jest układ przesyłu gazu o kontrolowanej wilgotności. Przedstawiony układ jest alternatywą dla układów, w których element umieszczony w danym środowisku wymaga zmiany środowiska o zadanej wilgotności (np. rezonatory kwarcowe z naniesioną warstwą czułą na zmianę wilgotności powietrza) i jest przenoszony między zbiornikami o określonej wilgotności. Przez co jest wystawiony na działanie środowiska zewnętrznego o różnej, niekontrolowanej wilgotności i zanieczyszczeniach powietrza.

Regulacja wilgotności jest zagadnieniem realizowanym w technice na wiele sposobów i wykorzystywanym w utrzymywaniu komfortowych warunków w pomieszczeniach użytku codziennego, w halach produkcyjnych w celu zmniejszenia zagrożeń elektrostatycznych, komorach klimatycznych czy w szklarniach w celu zapewnienia optymalnych warunków wzrostu roślin itp.

Rolę nawilzaczy najczęściej stanowią elementy ewaporacyjne oraz ultradźwiękowe. Natomiast osuszanie najczęściej jest realizowane poprzez skroplenie nadmiaru wilgoci na elementach chłodniczych klimatyzacji. W przypadku konieczności regulacji wilgotności w warunkach laboratoryjnych (ze znacznie wyższą dokładnością i powtarzalnością) stosowane są dwa sposoby uzyskiwania powietrza o określonej wilgotności:

- mieszanie gazu suchego z gazem o wilgotności względnej 100% w odpowiednich proporcjach, realizowane za pomocą przepływomierzy i zaworów, np. w ofercie firmy Aalborg ([www.aalborg.com](http://www.aalborg.com)),
- stosowanie zamkniętych zbiorników z nasyconymi roztworami soli, bez przepływu powietrza [Tang L., Chen W., Chen B., Lv R., Zheng X., Rong Ch., Lu B., Huang B., *Sensitive and renewable quartz crystal microbalance humidity sensor based on nitrocellulose nanocrystals*, Sensors&Actuators: B 2021, 327, 128944-128956; Zhang D., Wang D., Li P., Zhou X., Zong X., Dong G., *Facile fabrication of high-performance*

*QCM humidity sensor based on layer-by-layer self-assembled polyaniline/graphene oxide nanocomposite film*, Sensors and Actuators B 2018, 255, 1869-1877 czy Okur S., Kus S., Özel F., Yılmaz M., *Humidity adsorption kinetics of watersoluble calix[4]arene derivatives measured using QCM technique*, Sensors and Actuators B 2010, 145, 93-97.]

35 W pierwszym sposobie regulator na podstawie danych z czujnika wilgotności steruje elektrozaworami tak by dobrać odpowiednie proporcje suchego i wilgotnego gazu. Bez dodatkowego przepływomierza na wyjściu z komory mieszania w układzie będą występowały zmiany ciśnienia, co jest  
40 niepożądane w wielu pomiarach (np. w mikrowagach kwarcowych może to powodować przypadkowe zmiany częstotliwości rezonansowej). Dodatkowo układ taki wymaga zastosowania zaawansowanych sterowników ze sprzężeniem zwrotnym w celu „wysterowania” żądanej wilgotności powietrza.

Drugi sposób, z roztworami dobieranymi np. według publikacji O'Brien F.  
45 E. M., *The control of humidity by saturated salt solutions*, Journal of Scientific Instruments 1948, 25, 73-76. jest tani i łatwy w realizacji. Jednak w przypadku konieczności zmiany wilgotności, element przenoszony między zbiornikami może być wystawiony na powietrze atmosferyczne o różnej, niekontrolowanej wilgotności zawierającej zanieczyszczenia. Błędy wynikające z przebywania  
50 próbki w niekontrolowanych warunkach są szczególnie widoczne w przypadku badań w ekstremalnych warunkach wilgotności, czyli dla pomiarów przy niskiej lub bardzo dużej wilgotności. Ponadto przenoszenie próbki pomiędzy zbiornikami nie zapewnia powtarzalności czasu przenoszenia, przełączania. Ten czas jest zależny od osoby, która przenosi dany element między zbiornikami. Pomimo  
55 swoich wad rozwiązanie z zamkniętymi zbiornikami jest stosowane w badaniach naukowych sensorów wilgotności. Jednakże utrudnione jest badanie dynamiki odpowiedzi sensora z dokładnością zbliżoną do układów z mieszaczem gazu - Su P-G., Kuo X-R., *Low-humidity sensing properties of carboxylic acid functionalized carbon nano materials measured by a quartz crystal microbalance*,  
60 Sensors and Actuators A 2014, 205, 126-132 - wynika to z nieznanego i

niepowtarzalnego czas „przełączania” wilgotności środowiska, w którym znajduje się próbka.

W stanie techniki znane są rozwiązania, które wykorzystują zjawisko fizyczne utrzymywania określonej wilgotności przez wybrane nasycone roztwory soli umieszczone w szczelnie zamkniętym pojemniku.

Publikacja KR101374178B1 opisuje szczelny pojemnik o określonej wilgotności, otrzymanej z wykorzystaniem nasyconego roztworu soli, który może być otwierany i zamykany zachowując określoną wilgotność.

Natomiast z opisu CN107328000A znany jest sposób wytworzenia pojemnika o stałej wilgotności, wykorzystując ciągły przepływ powietrza z kontenera zawierającego nasycony roztwór soli w zamkniętym układzie.

Inna publikacja tj. CN105159344A ujawnia sposób wytworzenia komory wilgotności, której wilgotność jest sterowana regulatorem PID. Nie jest tam rozważana opcja wykorzystania wielu pojemników z nasyconym roztworem soli.

Z amerykańskiego opis US4406843A znana jest metoda precyzyjnej kontroli wilgotności w przepływie poprzez sekwencyjne przepuszczanie powietrza przez kilka roztworów soli, stopniowo zwiększając względną wilgotność powietrza. W ten sposób można uzyskać dokładną wilgotność, lecz tylko o określonej wartości, bez możliwości sterowania.

Chińskie publikacje CN104345123A oraz CN203551539U opisują pneumatyczne urządzenie do dostarczania powietrza o określonej wilgotności poprzez przedmuch powietrza przez nasycony roztwór soli, przed którym znajduje się komora wyrównawcza. Rozwiązanie to nie ujawnia możliwości płynnego przełączania pomiędzy różnymi wilgotnościami.

Z opisu CN102323299A natomiast znane jest urządzenie do szybkiego przełączania wilgotnego otoczenia, wytworzonego z wykorzystaniem nasyconego roztworu soli, używanego do dokładnego pomiaru czasu reakcji i powrotu czujnika wilgotności. Urządzenie działa poprzez poddanie miernika ruchowi obrotowemu naprzemiennie pomiędzy dwiema komorami o różnych wilgotnościach.

Japoński opis patentowy JP2005127799A opisuje sposób wytwarzania kartridży, pozwalających na utrzymanie określonej wilgotności, składających się z włókniny, wytworzonej z żelu higroskopijnego lub substancji hydrofilowej, nasączonej nasyconym roztworem soli.

95 Jeszcze inny opis CN103396761A ujawnia możliwość wykorzystania roztworów wodnych cieczy jonowych, zamiast nasyconych roztworów soli do kontrolowania wilgotności.

Najbardziej zbliżonym do wynalazku rozwiązaniem, jest urządzenie opisane w CN209311934U, w którym zastosowano rozwiązanie z przedmuchem gazu  
100 przez roztwór nasycony soli. Układ jednak posiada zawory jedynie na wejściu do zbiorników. To rozwiązanie jest niekorzystne z tego powodu, że stwarza możliwości mieszania się gazów na wyjściu z danego zbiornika z gazem z pozostałych zbiorników, czyli zmieniać się może wilgotność względna w komorze pomiarowej. Nadto ciśnienie nadmuchiwanego gazu jest tu zależne od poziomu  
105 cieczy (musi przeważać ciśnienie słupa cieczy), co zmienia ciśnienie nad cieczą i nie zapewnia powtarzalnych wyników w komorze pomiarowej. Dodatkowo układ ten stwarza możliwości dojścia do zapchania zaworów z powodu krystalizacji, wytrącenia soli.

Układ według wynalazku pozwala uzyskać stabilną wartość ciśnienia  
110 niezależnie od poziomu cieczy w zbiorniku. Nadto nie występuje w jego przypadku niepożądane mieszanie się gazów między zbiornikami, a w zbiorniku można użyć dowolną ilość przesyconego roztworu soli (bez konieczności uzyskiwania identycznej wysokości słupa cieczy we wszystkich zbiornikach i uzupełniania tej cieczy w trakcie eksploatacji układu).

115 Istotą wynalazku jest układ przesyłu gazu o kontrolowanej wilgotności zawierający źródło gazu połączone z zbiornikami z roztworami soli oraz układ pomiarowy sterujący z elektrozaworami. W układzie źródło gazu połączone jest poprzez zawór i reduktor ciśnienia z pierwszym zbiornikiem, którego rolą jest zapobieganie gwałtownym zmianom ciśnienia w układzie. Pierwszy zbiornik  
120 poprzez rozdzielacze jest połączony z co najmniej dwoma zbiornikami roboczymi

wypełnionymi nasyconymi wodnymi roztworami soli. Przy czym na wejściu i wyjściu każdego zbiornika roboczego znajdują się elektrozawory połączone z układem sterującym. Na wyjściu elektrozawory łączą się z rozdzielaczami wyjścia, które w dalszej kolejności połączone są z przepływomierzem, 125 doprowadzającym gaz do komory pomiarowej z urządzeniem pomiarowym współpracującym z układem sterującym.

Korzystnie układ posiada sześć zbiorników roboczych, przy czym pięć zbiorników roboczych wypełnionych jest nasyconymi wodnymi roztworami soli, które stanowią roztwory octanu potasu, chlorku wapnia, bromku sodu, chlorku 130 sodu lub chlorku potasu. W jednym ze zbiorników roboczych zamiast roztworu soli umieszczono sita molekularne. Nadto przewiduje się, że pierwszy zbiornik gazu może mieć większą pojemności od pozostałych zbiorników.

Urządzenie pomiarowe może stanowić rezonator kwarcowy QCM.

Przewiduje się, że złącza i przewody doprowadzające gaz mogą być 135 standardowymi elementami układów pneumatycznych stosowanych w automatyce o średnicy zewnętrznej np. 6 mm, a wszystkie przewody pneumatyczne powinny być wykonane z materiału o małej higroskopijności i nieprzepuszczalny dla pary wodnej, korzystnie z PTFE. Natomiast złącza za zaworami powinny być wykonane z materiału o małej higroskopijności i nieprzepuszczalnego dla pary 140 wodnej, korzystnie ze stali nierdzewnej.

Rozwiązanie według wynalazku pozwala na to, że gaz jest przedmuchiwany przez atmosferę nad cieczą w zbiorniku. Zastosowano zawory domyślnie odcinające dopływ i wypływ gazu na wejściu i wyjściu zbiorników, co sprawia że włączany jest tylko wybrany zbiornik (lub wybrane zbiorniki).

145 Podczas przełączania między zbiornikami z gazem o różnej wilgotności układ pozwala uzyskać większą powtarzalność wilgotności względnej przepływającego gazu niż w przypadku innych układów przepływowych i układ wykonuje to dużo szybciej. Wynika to z tego, że wybieramy zbiornik o danej wilgotności i z niego wydmuchujemy gaz. Dodatkowo przed pomiarem poprzez 150 kolejne przełączanie między zbiornikami można wyrównać ciśnienie w układzie.

Występują znacznie mniejsze zmiany (pulsacje) ciśnienia w porównaniu do standardowych układów przepływowych. W trakcie przełączania między zbiornikami nie następuje zmiana prędkości przepływu, co eliminuje histerezę regulatorów przepływu zachodzącą w układach przepływowych z mieszaniem gazów.

Gdy wymagana jest zmiana wilgotności środowiska, element znajdujący się w komorze, nie jest przenoszony między zbiornikami i nie jest wystawiony na powietrze atmosferyczne o różnej, niekontrolowanej wilgotności i zawierające zanieczyszczenia, co zachodzi w przypadku standardowych rozwiązań ze zbiornikami. Ta sama długość przewodów pneumatycznych od każdego ze zbiorników do komory pomiarowej zapewnia ten sam czas od momentu przełączenia do momentu dotarcia do układu powietrza o zmienionej wilgotności. Podczas przełączania między zbiornikami występuje nieznaczne opóźnienie (np. dla przewodów o średnicy 4 mm i długości 0,5 m przy prędkości przedmuch 0,2 l/min wynosi 1,89 s). Opóźnienie wynika z czasu przepływu gazu przez przewody pneumatyczne co zachodzi także w układach przepływowych z mieszaniem gazów, w których dodatkowo dochodzi czas ustabilizowania zadanych parametrów gazu.

Opóźnienie wynikające z przełączania zaworów gdzie opóźnienie jest różnicą w czasie zamknięcia jednego i otwarcia drugiego zaworu, jest pomijalnie małe.

W przykładzie realizacji przedstawiono rysunki prezentujące budowę wynalazku. Fig. 1 przedstawia schemat układu do przesyłu gazu o precyzyjnej kontroli wilgotności; fig.2-4 pokazują odpowiedzi układu przy przełączaniu pomiędzy zbiornikami w różnych warunkach:

- fig. 2 pokazuje odpowiedź miernika QCM na zmianę wilgotności po przełączaniu elektrozaworu pomiędzy zbiornikiem roboczym 7.1, a zbiornikami roboczymi 7.2-7.6.
- fig. 3 odpowiedź miernika QCM na zmianę wilgotności po przełączaniu elektrozaworów tak, aby gaz płynął kolejno przez zbiorniki robocze 7.1-

7.2-7.3-7.4-7.5-7.6-7.5-7.4-7.3-7.2-7.1;

- natomiast fig. 4 przedstawia szybkość reakcji układu zależna od prędkości przepływu gazu.

W przykładzie realizacji jako źródło gazu 1 zastosowano azot. Za butlą z  
185 azotem znajduje się zawór 2 i reduktor ciśnienia 3, który w sposób powtarzalny  
pozwala ustalić prędkość przepływu gazu na założonej wartości (zastosowano tu  
precyzyjny regulator o małej histerezie). Pierwszy zbiornik 4 zapobiega  
gwałtownym zmianom ciśnienia w układzie. Zastosowano taki sam zbiornik jak  
pozostałe w układzie (można zastosować zbiornik o większej pojemności).  
190 Następnie azot poprzez rozdzielacze 5 jest dostarczany do zbiorników roboczych  
z nasyconymi wodnymi roztworami soli 7. Roztwory soli dobrano na podstawie  
publikacji O'Brien F. E. M., *The control of humidity by saturated salt solutions*,  
*Journal of Scientific Instruments* 1948, 25, 73-76. W korzystnym wariancie, do  
uzyskania gazu o niskiej wilgotności, do zbiornika 7.1. zamiast roztworu soli  
195 umieszczono sita molekularne. Pozostałe zbiorniki robocze 7.2-7.6 wypełniono  
zgodni z tabelą 1.

Na wejściu i wyjściu każdego zbiornika roboczego 7 zamontowano  
elektrozawory 6, które przy braku zasilania są domyślnie zamknięte. Zapobiega to  
mieszaniu się powietrza między zbiornikami. Suche powietrze po przedmuchu  
200 przez zbiornik z danym roztworem soli nabiera określonej wilgotności (nadmuch  
powyżej poziomu cieczy). Następnie poprzez rozdzielacze wyjścia 5A i  
przepływomierz 8, gdzie obserwowano prędkość przepływu, doprowadzono gaz  
do komory pomiarowej 9 z rezonatorem kwarcowym QCM. W przykładzie  
realizacji wszystkie złącza i przewody doprowadzające powietrze są  
205 standardowymi elementami układów pneumatycznych stosowanych w automatyce  
o średnicy zewnętrznej 6 mm. Wszystkie przewody pneumatyczne są wykonane z  
PTFE (tj. materiału o małej higroskopijności i nieprzepuszczalny dla pary  
wodnej). Zastosowanie innych węży niż z materiału o małej higroskopijności i  
nieprzepuszczalnego dla pary wodnej może powoduje niestabilność w  
210 uzyskiwanej wilgotności powietrza. Dodatkowo zastosowano złącza z

nieprzepuszczalnego dla pary wodnej materiału - stali nierdzewnej.

W przykładowym rozwiązaniu wykorzystano następujące komory wilgotności w zbiornikach:

Tabela 1

Nr zbiornika	Nasycony roztwór soli	Wilgotność względna na wyjściu w temp. 20°C według O'Brien(%)
7.1		-
7.2	Octan potasu	20
7.3	Chlorek wapnia	32
7.4	Bromek sodu	58
7.5	Chlorek sodu	75,8-78,3
7.6	Chlorek potasu	86,3-86,5

215

Rozwiązanie według wynalazku pozwoliło na połączenie rozwiązań z dwóch powszechnie stosowanych układów uzyskiwania atmosfery o stabilnej i sterowanej wilgotności (mieszacza gazów i metody z zamkniętymi zbiornikami roztworów soli).

220

Uzyskiwanie gazu o określonej wilgotności jest realizowane przez nadmuchiwanie gazu do zbiornika w którym znajduje się nasycony roztwór soli w wodzie. Rozwiązanie umożliwia także zastosowanie roztworów przesyconych.

225

Układ hybrydowy według wynalazku pozwala na uniknięcie wad, którymi cechują się układy dotychczas stosowane (zmiany ciśnienia i prędkości przepływu gazu w mieszaczu gazów oraz konieczności transportu próbki w niekontrolowanej atmosferze i niepowtarzalnym czasie pomiędzy pojemnikami). Jednocześnie łączy zalety obu wcześniejszych rozwiązań tzn. w prezentowanym układzie nie ma konieczności transportu próbki w celu zmiany wilgotności atmosfery, co wpływa na poprawę powtarzalności wyników badań. Ponadto ze względu na brak konieczności mieszania gazów nie występuje zjawisko oscylacji wilgotności gazu wokół wartości zadanej – jedyne nieznaczne opóźnienie reakcji układu wynika z konieczności przepływu gazu o zadanej wilgotności przez przewód pneumatyczny o znanej długości (opóźnienie jest łatwo wyznaczalne i wynika z cech fizycznych układu). Zmiany wilgotności względnej mogą wynikać jedynie ze zmiany

230

235 temperatury i odpowiadającej jej wilgotności względnej (co też zachodzi w  
każdym inny układzie).

Zadana wilgotność w układzie nie jest uzyskiwany przez sterowanie (np.  
sterownikiem PID) jednak jest wymuszona zjawiskiem fizycznym, w którym nad  
przesyconym roztworem wybranej soli ustala się określona wilgotność względna.

240 Zjawisko to wynika z charakterystycznej dla roztworu danej soli wartości  
parametrów prężności pary i sorpcji pary wodnej z otoczenia. Uzyskiwanie  
określonej wilgotności w taki sposób wymaga czasu w momencie przygotowania  
lub wymiany roztworu w zbiorniku (należy odczekać, aby w pojemniku  
wytworzyła się równowaga termodynamiczna – zazwyczaj kilka godzin).

245 Następnie, po dobraniu odpowiedniej prędkości przepływu, podczas pracy układu  
wartość wilgotności jest: stabilna w czasie, poprzez przełączanie zbiorników  
umożliwia szybką zmianę wartości wilgotności względnej dostarczanego gazu,  
wykazuje dużą powtarzalność podczas przełączania,.

Nie występują tutaj niekorzystne zjawiska typowe dla układów sterowanych  
250 PID takie jak przesterowanie układu czy też pulsacja wielkości fizycznej wokół  
wartości zadanej.

Zaproponowany układ jest w pełni zautomatyzowany, umożliwia  
rozszerzenie o dodatkowe czujniki i sterowniki przepływu oraz pozwala na  
dostarczenie gazu o zadanej wilgotności do dowolnego układu pomiarowego.