

Streszczenie rozprawy doktorskiej pt.:

Miniaturowy detektor skażeń chemicznych z zastosowaniem spektrometrii ruchliwości jonów IMS-DMS

Promotor: prof. dr hab. inż. Małgorzata Jakubowska

Promotor pomocniczy: dr inż. Mirosław Maziejuk

W chwili obecnej do wykrywania wysokotoksycznych substancji chemicznych (bojowe środki trujące - BST, toksyczne substancje przemysłowe - TSP) najczęściej stosuje się detektory oparte na technice spektrometrii ruchliwości jonów (ang. *ion mobility spectrometry* – IMS). IMS wykorzystuje różnice w ruchliwości zjonizowanych cząsteczek w gazie nośnym pod wpływem pola elektrycznego. Urządzenia te charakteryzują się wysoką czułością i krótkim czasem odpowiedzi na obecność par bojowych środków trujących i toksycznych środków przemysłowych. Zasadniczą ich wadą jest niedostateczna rozdzielczość, która prowadzi do powstawania fałszywych alarmów.

Rozwinięciem techniki IMS jest różnicowa spektrometria ruchliwości jonów (ang. *differential ion mobility spectrometry* – DMS). Technika DMS wykorzystuje zjawisko nieliniowej zależności ruchliwości jonów od natężenia pola elektrycznego, w którym te jony przyspieszają. Jej zaletą jest krótki czas odpowiedzi i obniżony limit detekcji badanych związków, a wadą konieczność stosowania skomplikowanych układów zasilania wymagających dość dużej mocy – kilkadziesiąt W.

Celem pracy było opracowanie oryginalnego zminiaturyzowanego układu detekcji bojowych środków trujących i wybranych toksycznych środków przemysłowych charakteryzującego się zwiększoną czułością i selektywnością.

Cel ten osiągnięto dzięki zastosowaniu w jednym urządzeniu połączonych technik: spektrometrii ruchliwości jonów i różnicowej spektrometrii ruchliwości jonów IMS-DMS. Koncepcja konstrukcji hybrydowego układu IMS-DMS polega na zastosowaniu detektora IMS jako „filtru” wstępnego rozdziału co pozwoli na rozdział strumienia jonów przepływających przez objętość detektora czyli eliminację jonów, których ruchliwość nie jest w zakresie wykrywanych substancji. Detektor IMS działa również jak soczewka powodując grupowanie związków w środku strumienia przepływającego gazu. Następnie jony dostają się do detektora DMS, gdzie parametrem wyróżniającym jest wartość zależności ruchliwości (współczynnik α) od natężenia pola elektrycznego. Detektor DMS jest zatem detektorem grupy jonów, które przeszły przez objętość komory IMS. Zastosowanie takiego układu istotnie podnosi limit detekcji tj. obniża próg czułości względem danej substancji eliminując efekt „gubienia” na ściankach i krawędziach jonów poddawanych analizie.

Aby osiągnąć efekt miniaturyzacji komory - najważniejszej części detektora, zastosowano do jej wykonania technologię grubowarstwową (ang. *thick film technology*). Warstwy grube charakteryzują się wysoką odpornością na działanie substancji chemicznych i z tego względu są bardzo chętnie stosowane w sensoryce. Technologia ta umożliwia również szybkie wdrażanie do produkcji, która może być z łatwością zautomatyzowana. Poza tym, produkowane wyroby są bardzo atrakcyjne ekonomicznie.

Realizacja postawionego celu wymagała:

- Zaprojektowania oryginalnej konstrukcji komory IMS-DMS do wykrywania ww. związków, obejmującej zbadanie własności układów ceramicznych pod kątem wykonania

detektora IMS-DMS, zaprojektowanie odpowiedniego układu grzewczego, który umożliwi stabilizację temperatury analizowanego gazu, przeprowadzenia badań symulacyjnych opisujących proces przepływu jonów przez spektrometr IMS-DMS stanowiących narzędzie pomocnicze do projektowania komory, określenia wpływu konstrukcji układów generatora wysokiego napięcia na budowę i funkcjonowanie komory, weryfikacji konstrukcji i określenia parametrów układu IMS-DMS.

- Wykonania oprogramowania symulującego działanie komory w środowisku MATLAB,
- Opracowania technologii jej wytwarzania opierając się na technologii grubowarstwowej,
- Dokonania wyboru materiałów do wytworzenia komory na podstawie przeprowadzonych badań,
- Wykonania demonstratora komory IMS-DMS i zbadania jego własności detekcyjnych wobec BST i TSP,
- Opracowania i wykonania generatora wysokiego napięcia HSV o parametrach umożliwiających wytworzenie pola elektrycznego w objętości czynnej detektora DMS o wartości do 48 kV/cm (tj. którego napięcie szczytowe dochodziłoby do wartości 1200V). W ww. warunkach obserwuje się silną zależność ruchliwości jonów BST od natężenia pola elektrycznego, co pozwala na dokonywanie identyfikacji ww. związków. Opracowana konstrukcja generatora umożliwia redukcję zapotrzebowania na moc w odniesieniu do komercyjnie dostępnych detektorów DMS,
- Przebadania układu IMS-DMS na różne narażenia mechaniczno-środowiskowe (min. udary, wibracje, narażenia temperaturowe i szoki termiczne, zmiany ciśnień, narażenia na deszcz, zapylenie i zabłocenie).

W celu osiągnięcia stabilnych termicznie warunków pracy i uzyskania wysokiej czułości detektora oraz obniżenia ilości fałszywych alarmów zostało stworzone stanowisko do badania temperatury komory IMS-DMS. Stabilność termiczna niezbędna jest do poprawnej identyfikacji położenia pików, a tym samym identyfikacji badanej substancji. Stanowisko składało się z: kamery rejestrującej promieniowanie podczerwone, programu do wizualizacji i archiwizacji danych i obrazów, komputera do sterowania oprogramowaniem oraz zasilacza i elementów mocujących mierzone podzespoły.

Przeprowadzono badania właściwości wytworzonego układu IMS-DMS. Wykonano pomiary symulantów bojowych środków trujących na przykładzie salicylanu metylu (MS), a następnie na wybranych bojowych środkach trujących i toksycznych środkach przemysłowych. Zdolności detekcyjne układu IMS-DMS badano dla różnych stężeń BST. Badania potwierdziły przydatność opracowanego spektrometru IMS-DMS umożliwiającego zastosowanie go w analizatorach gazowych, tj. w urządzeniach umożliwiających monitoring zawartości wybranych związków chemicznych w otaczającej atmosferze.

W oparciu o ww. badania została sporządzona biblioteka spektrogramów pozwalających na identyfikację badanych związków na przykładzie somanu.

Opracowany układ IMS-DMS charakteryzuje się lepszą rozdzielczością, a tym samym odpornością na generowanie fałszywych alarmów w porównaniu do urządzeń wykorzystujących techniki DMS lub IMS. Układ IMS-DMS umożliwia wykrycie skażeń chemicznych na bardzo niskim poziomie stężeń przy zachowaniu bardzo krótkiego czasu detekcji:

- czułość: poniżej 20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ dla paralityczno-drgawkowych BST,
- poniżej 200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ dla parzących BST,
- poniżej wartości NDS dla TSP,
- czas odpowiedzi do ok. 20s.

Zastosowana technologia grubowarstwowa umożliwiła wytworzenie zminiaturyzowanego detektora IMS-DMS o właściwościach pozwalających potwierdzić przydatność w przenośnych aplikacjach militarnych.

Rezultaty badań związane z tematem rozprawy opublikowano w czasopiśmie polskich i zagranicznych oraz przedstawiono na międzynarodowych konferencjach. Opracowana konstrukcja jest przedmiotem 9 zgłoszeń patentowych polskich i międzynarodowych.

Zbudowany w oparciu o opracowany w ramach pracy układ detekcyjny IMS-DMS - Przyrząd Rozpoznania Skażeń PRS-1 otrzymał Nagrodę Prezydenta RP w trakcie Międzynarodowego Salonu Przemysłu Obronnego MSPO 2012 w Kielcach.