RZECZPOSPOLITA POLSKA

Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **216614**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **391740**

(22) Data zgłoszenia: **05.07.2010**

(51) Int.Cl.
G01N 21/03 (2006.01)

(54) **Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
10.10.2011 BUP 21/11

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.04.2014 WUP 04/14

(73) Uprawniony z patentu:
POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
MAREK LANGNER, Wrocław, PL
WOJCIECH JOPEK, Zgorzelec, PL

(74) Pełnomocnik:
rzecz. pat. Regina Kozłowska

PL 216614 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu (Laser Induced Breakdown Spectroscopy - LIBS), pozwalająca na ilościowy pomiar atomowego składu ciekłej próbki w atmosferze pary nasyconej.

Pomiarowa kuweta próżniowej do pomiarów spektroskopowych, widm emisyjnych materii wzbudzanej wiązką elektronów znana jest z brytyjskiego opisu patentowego nr GB1403946. Rozwiązanie to stanowi integralną część urządzenia, a w próżniową komorę pomiarową, w którą wbudowane jest działo elektronowe, układ optyczny i detektory promieniowania elektromagnetycznego przekazujące sygnał elektryczny na dalszy tor pomiarowy. Metoda ta pozwala na pomiar składu powierzchni ciał stałych.

Sposób i urządzenie do pomiarów składu gazów znane są z międzynarodowego zgłoszenie patentowego W02005088294. Urządzenie ma komorę pomiarową, która pozwała na wykonywanie pomiarów widm emisyjnych poprzez ultradźwiękowy wielofotonową jonizację. Dodatkowo możliwe jest pobudzanie próbki impulsowym laserem w próżni. Komora ta ma stosunkowo duże gabaryty i zabudowane są w niej. wszelkie elementy toru pomiarowego wraz z elementami wzbudzającymi.

Próżniowa komora pomiarowa znana jest również z opisu patentowego nr US7590498, w której stosuje się metodę pomiaru wycieku gazu z materii przy pomocy komory próżniowej z wykorzystaniem spektroskopii emisyjnej, jednakże również w tym przypadku, komora ma stosunkowo duże rozmiary i stanowi integralną część urządzenia.

Zestawienie sprzętu pomiarowego do pomiarów spektroskopowych znane jest również z opisu patentowego nr US 5306918. Zestawienie to pozwala na pomiary optyczne w atmosferze próżni lub kontrolowanego gazu wyposażone w sondę pomiarową i układ pomiarowy umożliwiający pomiar powierzchni badanej próbki. Całość jednak stanowi integralne urządzenie wraz z elementami manipulacyjnymi, komorami kontrolowanych warunków otoczenia i sondą pomiarową spektroskopową lub mikroskopową. Podobnie w japońskich zgłoszeniach patentowych JP2008002862 i JP2008002862 przedstawiono komory próżniowe, w których pomiarów spektroskopowych dokonuje się przy pomocy zamontowanych w obudowie komory urządzeniach peryferyjnych.

Próżniowa komora pomiarowa przedstawiona w patencie GB 2237109 stanowi integralną całość, która może być użyta niezależnie od urządzenia pomiarowego, ale posiada ona zintegrowanych system manipulacji mierzoną próbką, co zwiększa jej gabaryty, jak również powoduje, że komora cechuje się skomplikowaną konstrukcją. Komora ta. musi być również podłączona nieustannie do elementów zapewniających próżnię, jak również do elementów zewnętrznych sterujących położeniem próbki.

Konstrukcja pokrywy do kuwet próżniowych przedstawiona w niemieckim opisie patentowym nr DE10339823, z uwagi na konstrukcję ramy podtrzymującej szkło, przez które powinien się wydostawać sygnał pomiarowy nie daje możliwości montażu prostej i małej komory pomiarowej, a okno pomiarowe stanowi jedynie część całości powierzchni pokrywy, co dodatkowo zmniejsza rejestrowany na zewnątrz komory sygnał pomiarowy. Pokrywa, która jest częściowo nieprzezroczysta może powodować wewnętrzne odbicia promieniowania wewnątrz kuwety, co będzie skutkowało obniżoną wartością mierzonego sygnału, a wiec również niższym progiem detekcji i oznaczalności danych składników badanej próbki.

Z niemieckiego zgłoszenia patentowego nr DE19729936A1 znana jest kuweta do badania gazów lub płynów, która ma co najmniej dwa okna optyczne, oddzielone od siebie co jednym dystansownikiem, przy czym pomiędzy dystansownikiem i oknami optycznymi umieszczone są uszczelnienia. Ponadto w dystansowniku osadzona jest co najmniej jedna złączka do napełniania oraz opróżniania kuwety, wyposażona w zawór.

Z niemieckiego opisu nr DE29718894U1 znana jest kuweta do pomiarów transmisyjnych dedykowana do higroskopijnych cieczy o wysokiej czystości i pomiarów techniką spektroskopii podczerwieni. Kuweta składa się z rury stalowej o prostym przejściu, której oba końce zaopatrzone są w kołnierze z uszczelnieniami. W kołnierzach prostopadle do osi korpusu, zamocowane są szyby ograniczające, wykonane ze szkła wapniowo-fluorowego. Do rury stalowej podłączone są przewody do wprowadzania i odprowadzania próbki wyposażone w zawory trójdrożne.

Istota próżniowej kuwety pomiarowej, według wynalazku, polega na tym, że ma korpus wyposażony w zawór odcinający, osadzony na podstawie i zamknięty pokrywą, przy czym pomiędzy podstawą i korpusem umieszczona jest uszczelka podstawy, a pomiędzy korpusem i pokrywą umieszczo-

na jest uszczelka pokrywy, które połączone są ze sobą siłą odpowiadającą różnicy ciśnień pomiędzy ciśnieniem panującym w kuwecie i ciśnieniem zewnętrznym. Korpus, korzystnie ma kształt cylindra, którego wewnętrzna ściana jest wypolerowana, przy czym średnia arytmetyczna wartość odchylenia nierówności profilu wewnętrznej ściany korpusu od wartości średniej profilu jest mniejsza od 1,25 μm, ponadto w przekroju, przechodzącym przez oś symetrii kuwety, ściana korpusu jest nachylona do podstawy pod kątem pochylenia, który wynosi od 90° do 135°.

Korzystnie, wysokość kuwety wynosi od 5 cm do 60 cm, a szerokość kuwety wynosi od 2 cm do 20 cm.

Korzystnie, pokrywa wykonana jest z materiału przezroczystego i równomiernie mało absorbującego promieniowanie w zakresie pomiarowym spektrometru. Pokrywa najczęściej wykonana jest ze szkła kwarcowego, korzystnie domieszkowanego.

Korzystnym jest, gdy zawór odcinający jest dwupozycyjnym zaworem iglicowym albo kulowym.

Korzystnie, grubość pokrywy dobrana jest tak, aby zapewniona była dostateczna wytrzymałość mechaniczna i minimalna absorbancja.

Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu (Laser Induced Breakdown Spectroscopy - LIBS), według wynalazku, pozwala na pomiar składu atomowego cieczy w warunkach atmosfery jej pary nasyconej. Kuweta stanowi osobną, integralną całość i może być używana do pomiarów bez konieczności modyfikowana, ani ingerowania w urządzenie, a badane próbki przechowywane są w warunkach wysokiej próżni lub pary nasyconej, co umożliwia wielokrotne ich badanie w różnych punktach czasowych. Wykonanie pomiaru składu atomowego cieczy w powietrzu, skutkuje wysokim poziomem tła generowanym przez gazy atmosferyczne, natomiast wykonanie pomiaru w atmosferze pary nasyconej badanej cieczy pozwala znacząco poprawić dokładność wykonywanego pomiaru oraz zabezpieczyć krytyczne elementy urządzenia przed zanieczyszczeniem rozpryskiwaną cieczą. Atmosferę pary nasyconej nad powierzchnią cieczy uzyskuje się przez odprowadzenie powietrza za pomocą wysokowydajnej pompy próżniowej, która jest w stanie zredukować ciśnienie gazu do ciśnienia 0,5 Pa w zależności od prężności pary nasyconej. Kuweta jest tak skonstruowana, że można ją wykorzystać do pomiarów przy użyciu każdego urządzenia umożliwiającego pomiary techniką LIBS, bez konieczności dodatkowych modyfikacji. Jednocześnie niewielkie jej rozmiary, pozwalają na umieszczenie większej ilości kuwet w uprzędzeniu z pomiarem automatycznym.

Przedmiot wynalazku w przykładzie realizacji uwidoczniony jest na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia elementy składowe próżniowej kuwety pomiarowej do analiz spektroskopowych, fig. 2 - przekrój osiowy próżniowej kuwety pomiarowej do analiz spektroskopowych, a fig. 3 - próżniową kuwetę pomiarową do analiz spektroskopowych w widoku od strony zaworu odcinającego.

P r z y k ł a d 1

Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu ma na podstawie 1 umieszczoną uszczelkę podstawy 2, na której umieszczony jest korpus 5 wyposażony w·zawór odcinający 3. Korpus 5 zamknięty jest pokrywą 6, przy czym pomiędzy korpusem 5 i pokrywą 6 umieszczona jest uszczelka pokrywy 4, zaś podstawa 1, uszczelka podstawy 2, korpus 5, uszczelka pokrywy 4 i pokrywa 6 połączone są ze sobą siłą odpowiadającą różnicy ciśnień pomiędzy ciśnieniem panującym w kuwecie i ciśnieniem zewnętrznym. Korpus 5 ma kształt cylindra, którego wewnętrzna ściana jest wypolerowana, przy czym średnia arytmetyczna wartość odchylenia nierówności profilu wewnętrznej ściany korpusu 5 od wartości średniej profilu jest mniejsza od 1,25 μm co odpowiada klasie chropowatości powyżej 7. W przekroju, przechodzącym przez oś symetrii kuwety, ściana korpusu 5 jest nachylona do podstawy 1 pod kątem pochylenia K. który wynosi 90°. Wysokość kuwety B wynosi 5 cm, a szerokość kuwety wynosi 2 cm. Pokrywa 6 górna wykonana jest z czystego kwarcu.

P r z y k ł a d 2

Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu wykonana jak w przykładzie pierwszym z tą różnicą, że kuweta ma wysokość 91 mm, szerokość kuwety wynosi 35 mm, a kąt nachylenia K jest równy 90°. Pokrywa górna wykonana jest z czystego kwarcu, a jej grubości wynosi 3 mm. Grubość pokrywy 6 dobrana jest na drodze obliczeń wytrzymałościowych metodą elementów skończonych, a granicznym kryterium było odkształcenie poniżej 0,001 [-], powyżej którego może nastąpić kruche pęknięcie pokrywy 6. Jako zawór odcinający 3 zastosowany jest zawór kulowy nr 79100600 firmy Legris Connectic. Podstawa 1 wykonana jest z teflonu, a uszczelki 2, 4 stanowią silikonowe uszczelki typu o-ring.

P r z y k ł a d 3

Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu wykonana jak w przykładzie pierwszym z tą różnicą, że wysokość kuwety B wynosi 60 cm, a szerokość kuwety wynosi 20 cm, przy czym w przekroju, przechodzącym przez oś symetrii kuwety, ściana korpusu 5 jest nachylona do podstawy 1 pod kątem pochylenia K, który wynosi 135°.

Zastrzeżenia patentowe

1. Próżniowa kuweta pomiarowa do analiz spektroskopowych, zwłaszcza spektroskopii laserowo indukowanego rozpadu zawierająca korpus zamknięty po obu stronach z uszczelnieniem, oraz zawierająca zawory, **znamienna tym**, że ma korpus (5) wyposażony w zawór odcinający (3), osadzony na podstawie (1) i zamknięty pokrywą (6), przy czym pomiędzy podstawą (1) i korpusem (5) umieszczona jest uszczelka podstawy (2), a pomiędzy korpusem (5) i pokrywą (6) umieszczona jest uszczelka pokrywy (4), które połączone są ze sobą siłą odpowiadającą różnicy ciśnień pomiędzy ciśnieniem panującym w kuwecie i ciśnieniem zewnętrznym.

2. Kuweta, według zastrz. 1, **znamienna tym**, że korpus (5) ma kształt cylindra, którego wewnętrzna ściana jest wypolerowana, przy czym średnia arytmetyczna wartość odchylenia nierówności profilu wewnętrznej ściany korpusu (5) od wartości średniej profilu jest mniejsza od 1,25 μm, ponadto w przekroju, przechodzącym przez oś symetrii kuwety, ściana korpusu (5) jest nachylona do podstawy (1) pod kątem pochylenia (K), który wynosi od 90° do 135°.

3. Kuweta, według zastrz. 2, **znamienna tym**, że wysokość kuwety (B) wynosi od 5 cm do 60 cm, a szerokość kuwety wynosi od 2 cm do 20 cm.

4. Kuweta, według zastrz. 1, **znamienna tym**, że pokrywa (6) wykonana jest z materiału przezroczystego i równomiernie mało absorbującego promieniowanie w zakresie pomiarowym spektrometru.

5. Kuweta, według zastrz. 4, **znamienna tym**, że pokrywa (6) wykonana jest ze szkła kwarcowego, korzystnie domieszkowanego.

6. Kuweta, według zastrz. 1, **znamienna tym**, że zawór odcinający (3) jest dwupozycyjnym zaworem iglicowym.

7. Kuweta, według zastrz. 1, **znamienna tym**, że zawór odcinający (3) jest dwupozycyjnym zaworem kulowym.

8. Kuweta, według zastrz. 1, **znamienna tym**, że grubość pokrywy (6) dobrana jest tak, aby zapewniona była dostateczna wytrzymałość mechaniczna i minimalna absorbancja.

Rysunki

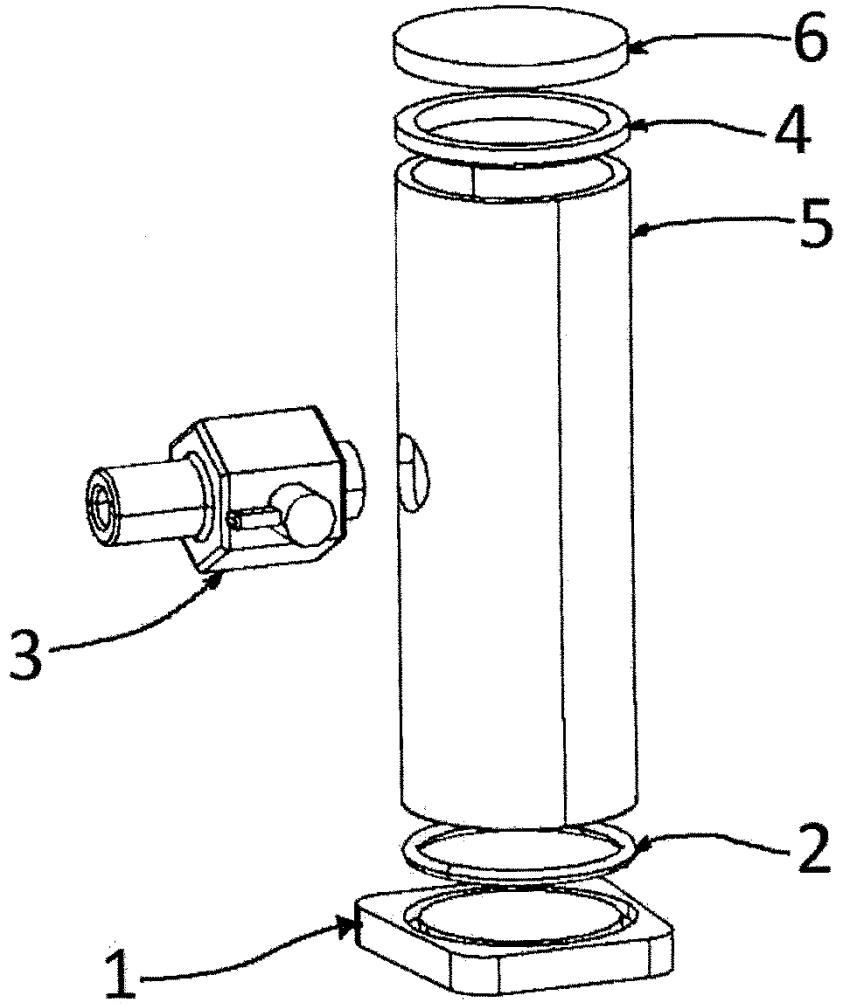


Fig. 1

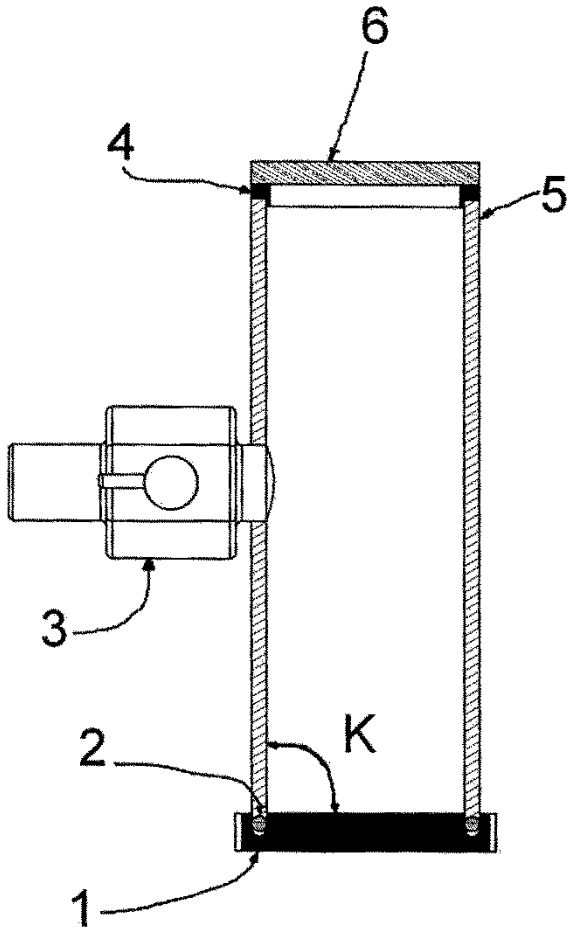


Fig. 2

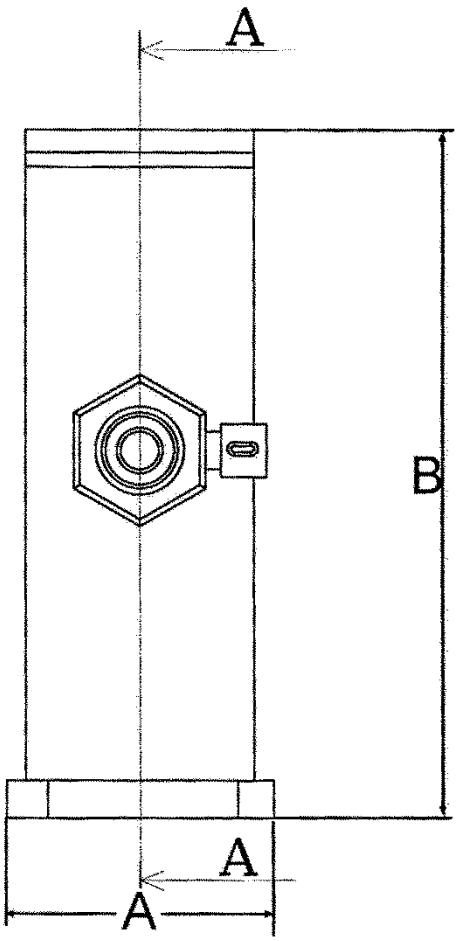


Fig. 3

Departament Wydawnictw UPRP
Cena 2,46 zł (w tym 23% VAT)