

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 443347 A1

(12)

Opis zgłoszeniowy wynalazku (z daty zgłoszenia)

(21) Numer zgłoszenia: **443347**(22) Data zgłoszenia: **2022.12.30**(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2024.07.01 BUP 27/2024**

(51) MKP:

B01J 19/12 (2006.01)**H05H 1/24** (2006.01)

(71) Zgłaszający:

UNIwersytet Jagielloński, Kraków, PL
MEASLINE SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Kraków, PL

(72) Twórca(-y):

KINGA GÓRA-MAREK, Kraków, PL
KAROLINA TARACH, Kraków, PL
PAWEŁ BUDZIOCH, Więprz, PL

(74) Pełnomocnik:

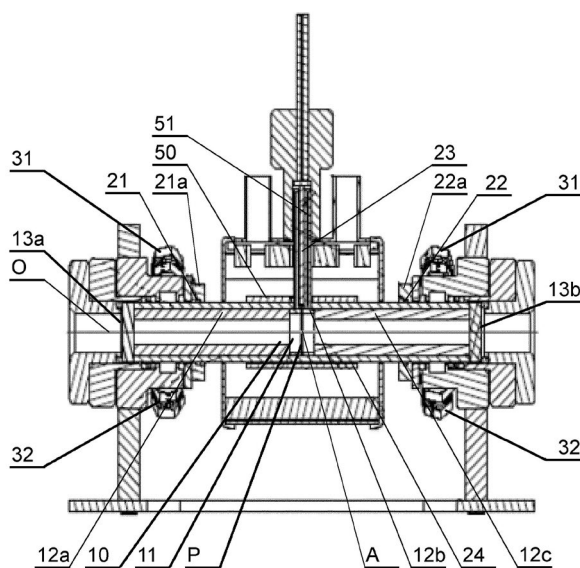
rzecz. pat. Adam Pawłowski, Łódź, PL

(54) Tytuł:

Reaktor do badań spektroskopowych

(57) Skrót opisu:

Przedmiotem zgłoszenia jest reaktor do badań spektroskopowych, zawierający: komorę (10) przystosowaną do umieszczenia w niej próbki (P) na czas badania, przy czym komora (10) zawiera: wewnątrz (11) otoczone ściankami, w których znajdują się okna transmisyjne (13a, 13b) do transmisji promieniowania elektromagnetycznego przez komorę (10), port wlotowy do wprowadzania do wnętrza (11) komory (10) gazu plazmotwórczego, port wylotowy do usuwania substancji z wnętrza (11) komory (10) oraz wytwarzania próżni we wnętrzu (11) komory (10); porty (31, 32) do doprowadzania wody chłodzącej do uszczelniaczy komory; elektrody (21 – 24) do generowania we wnętrzu (11) komory (10) plazmy niskotemperaturowej z gazu plazmotwórczego, znamienny tym, że elektrody (21 – 24) podłączone są do zasilacza zmiennoprądowego do generowania pomiędzy elektrodami napięcia zmiennego, przy czym każda z elektrod (21 - 24) jest odseparowana od wnętrza (11) komory (10) ścianką komory (10) wykonaną z kwarcu (SiO_2).



REAKTOR DO BADAŃ SPEKTROSKOPOWYCH

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest reaktor do badań spektroskopowych. Reaktor służy do badania materii, w szczególności materii poddawanej reakcjom chemicznym, za pomocą technik spektroskopowych, w tym spektroskopii w podczerwieni.

Spektroskopia w podczerwieni jest uniwersalną, nieniszczącą techniką stosowaną do identyfikacji struktury molekularnej badanego materiału. Badania spektroskopowe IR zjawisk zachodzących na powierzchni materiału w warunkach reakcji chemicznej dostarczają zarówno jakościowych, jak i ilościowych informacji o naturze centrów powierzchniowych, które wiążąc cząsteczkę reagenta ukierunkowują jej dalszą transformację do pożądanych produktów. Badania ilościowe IR umożliwiają określenie stężenia centrów odpowiedzialnych za przebieg reakcji określonego typu. Takie badania są możliwe tylko dzięki prowadzeniu badań w trybie transmisyjnym, w którym analizowane jest promieniowanie przechodzące przez próbkę. Dostępna obecnie aparatura do badań spektroskopowych ma kilka ograniczeń, w tym zbyt wąskie zakresy temperatur pracy reaktora, często niemożność przeprowadzenia eksperymentów zarówno w warunkach próżni i przepływu odczynników, jak i fakt, że materiał, z którego wykonany jest reaktor (metal, polimer) uwalnia substancje wchodzące w interakcje z badaną próbką.

Znane są reaktory (tzw. mikroreaktory) do badań spektroskopowych reakcji chemicznych m.in. celem zbadania przebiegu reakcji w kontrolowanych warunkach, np. określonej temperatury i ciśnienia, atmosfery gazu obojętnego, czy gazu reaktywnego, m.in. celem optymalizacji parametrów reakcji, np. poprzez badanie czasu, w którym reakcja osiąga poziom równowagi, czy uzyskania informacji o przemianach zachodzących podczas takich reakcji, np. powstawaniu metastabilnych produktów pośrednich. W reaktorach tego typu, wykorzystuje się promieniowanie, np. promieniowanie podczerwone (IR), bądź widzialne (VIS), którym naświetla się komorę reakcyjną w trakcie reakcji celem uzyskania widm, zwykle rejestrowanych w trybie transmisyjnym, zawierających pasma absorpcji odpowiadające powstawaniu produktów danej reakcji. Reaktory tego typu wykorzystuje się do monitorowania różnych reakcji, w tym reakcji katalizy homogenicznej, katalizy heterogenicznej, w monitorowaniu reakcji biochemicznych, a także w elektrochemii.

Także z literatury patentowej znane są reaktory do badań spektroskopowych różniące się konstrukcją i zasadą działania.

Z polskiej publikacji patentowej PL232633 znany jest reaktor do badań spektroskopowych materii, m.in. produktów reakcji chemicznych, za pomocą promieniowania podczerwonego w trybie transmisyjnym. Reaktor składa się z komory reakcyjnej w kształcie rury wyposażonej w porty wlotowe i wylotowe do doprowadzania do wnętrza komory różnych reagentów i/lub inertów i usuwania produktów reakcji z wnętrza komory. Reaktor zawiera układ grzewczy i chłodzący oraz termoparę do sterowania temperaturą w komorze w trakcie reakcji i badania spektroskopowego. Taka konstrukcja reaktora umożliwia badanie spektroskopowe próbek ciał stałych w trybie transmisyjnym w warunkach reakcji w kontrolowanych warunkach temperatury i atmosfery.

Z amerykańskiego zgłoszenia patentowego US3840750 znany jest natomiast reaktor do syntezy i modyfikacji materiałów. Reaktor ma zainstalowany generator plazmy z elektrodami. Konstrukcja reaktora umożliwia wprowadzanie materiałów, które mają ulec modyfikacji pod wpływem plazmy, do komory reakcyjnej, a zatem prowadzenie obróbki materiału w warunkach plazmy. Niemniej jednak generator plazmy zainstalowany w reaktorze umożliwia jedynie wytwarzanie plazmy napięciem stałym, a elektrody do generowania plazmy zainstalowane są bezpośrednio w obszarze, w którym plazma jest generowana. Z tego powodu wytworzona plazma może być częściowo zanieczyszczona materiałem elektrod, który wraz ze strumieniem plazmy może przedostawać się do komory reakcyjnej w konsekwencji zanieczyszczając reagenty. W dokumencie tym nie wskazano też na możliwość prowadzenia badań spektroskopowych w trakcie reakcji chemicznych prowadzonych w tym reaktorze.

Jak wynika z przytoczonych powyżej publikacji patentowych, techniki w których stosuje się spektroskopię transmisyjną do analizy materii podczas poddawania jej reakcjom chemicznym, podlegają ciągłym modyfikacjom mającym na celu dostarczenie urządzeń do tych badań (reaktorów), których konstrukcja umożliwiałaby prowadzenie reakcji w zróżnicowanych warunkach procesowych, w szczególności prowadzenie badań spektroskopowych reakcji zachodzących w obecności, bądź inicjowanych plazmą, w różnych warunkach ciśnienia i temperatury.

Celowym byłoby zatem opracowanie reaktora do badań spektroskopowych IR pozbawionego co najmniej jednej z powyższych niedogodności, w szczególności

umożliwiającego badania spektroskopowe materii, m.in. podczas zachodzenia reakcji chemicznych prowadzonych z udziałem plazmy niskotemperaturowej całkowicie wolnej od zanieczyszczeń materiałem elektrodowym.

Przedmiotem wynalazku jest reaktor do badań spektroskopowych, zawierający: komorę przystosowaną do umieszczania w niej próbki na czas badania, przy czym komora zawiera: wewnątrz otoczone ściankami, w których znajdują się okna transmisyjne do transmisji promieniowania elektromagnetycznego przez komorę, port wlotowy do wprowadzania do wnętrza komory gazu plazmotwórczego, port wylotowy do usuwania substancji z wnętrza komory oraz wytwarzania próżni we wnętrzu komory; porty do doprowadzania wody chłodzącej do uszczelniaczy komory; elektrody do generowania we wnętrzu komory plazmy niskotemperaturowej z gazu plazmotwórczego, charakteryzujący się tym, że elektrody podłączone są do zasilacza zmiennoprądowego do generowania pomiędzy elektrodami napięcia zmiennego, przy czym każda z elektrod jest odseparowana od wnętrza komory ścianką komory wykonaną z kwarcu.

Taka konstrukcja reaktora umożliwia generowanie plazmy niskotemperaturowej bezpośrednio w komorze reaktora, pod ciśnieniem obniżonym z zakresu $1 - 1 \cdot 10^{-2}$ mbar, bezpośrednio we wnętrzu komory reaktora, w zasadniczo dowolnej temperaturze, a korzystnie w temperaturze z zakresu od 100 do 1000K. Oznacza to brak konieczności przerywania ogrzewania komory reaktora, a także przerywania procedury kontaktowania materiału próbki z innymi substancjami, przykładowo strumieniem reagentów gazowych doprowadzanych lub przepuszczanych przez komorę reaktora, na etapie obróbki plazmą niskotemperaturową, jedynie pod warunkiem utrzymania we wnętrzu komory odpowiedniego ciśnienia. Dzięki temu można kontrolować atmosferę we wnętrzu komory, w trakcie prowadzonych reakcji chemicznych, i kontrolować powstające produkty reakcji, przez cały okres badania spektroskopowego - bez zapowietrzania aparatury (zapowietrzenie mogłoby skutkować dezaktywacją a nawet zniszczeniem badanej próbki materiału).

Reaktor ma kompaktową konstrukcję, a generowanie plazmy odbywa się w obszarze (we wnętrzu komory reaktora), który nie ma bezpośredniego kontaktu z materiałem elektrod. Dzięki temu wyeliminowano ryzyko zanieczyszczenia materii przebywającej we wnętrzu komory materiałem elektrodowym niesionym przez plazmę, przy jednoczesnym zachowaniu stosunkowo niewielkich wymiarów całego urządzenia.

W konsekwencji badany materiał: próbka, typowo o niewielkiej masie - od kilkunastu do kilkudziesięciu miligramów, zwykle maksymalnie do 40 mg, nie ulega zanieczyszczeniu wspomnianym materiałem elektrodowym (należy zauważyć, że przy tak niewielkiej masie próbki nawet śladowe ilości zanieczyszczeń materiałem elektrodowym mogłoby mieć znaczący wpływ na wynik badania - zniekształcając go).

Korzystnie, elektrody zawierają parę elektrod lateralnych do generowania plazmy niskotemperaturowej, z których każda zainstalowana jest w osłonie i podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjścia izolowane galwanicznie. Plazma generowana za pomocą elektrod lateralnych jest wytwarzana w obszarze otaczającym próbkę oraz również w otworach wypełniaczy. Otwory wypełniaczy bocznych 12a powinny mieć średnicę nie mniejszą niż 5 mm, a otwór wypełniacza środkowego 12b powinien być jak największy.

Korzystnie, elektrody zawierają parę elektrod aksjalnych do generowania plazmy niskotemperaturowej, przy czym pierwsza elektroda aksjalna ma postać pręta i jest podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjście wysokonapięciowe, a druga elektroda aksjalna ma postać płytki i jest podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjście uziemione. Plazma generowana za pomocą elektrod aksjalnych jest generowana głównie w najbliższym otoczeniu próbki. Otwory wypełniaczy bocznych 12a, 12c mogą mieć dowolną średnicę, a otwór wypełniacza środkowego 12b powinien być możliwie jak największy.

Korzystnie, reaktor zawiera dwie elektrody lateralne oraz jedną elektrodę aksjalną do generowania plazmy niskotemperaturowej. Plazma generowana za pomocą takich trzech elektrod zapewnia symetrię wytwarzanej plazmy, przy czym otwory wypełniaczy bocznych 12a, 12c powinny mieć średnicę nie mniejszą niż 5 mm, a otwór wypełniacza środkowego 12b może być jak największy.

Korzystnie, komora ma postać rury zakończonej z dwóch stron oknami transmisyjnymi. Postać rury daje możliwość transmisji promieniowania elektromagnetycznego podczas badania spektroskopowego zasadniczo przez całą objętość komory, dzięki czemu można uzyskiwać bardziej kompleksowe widma materii przebywającej we wnętrzu komory.

Korzystnie, komora w postaci rury ma wypełniacz środkowy i wypełniacze boczne w postaci rurek kwarcowych zainstalowanych na wcisk współosiowo we wspomnianej rurze. Wypełniacze zamocowane w komorze umożliwiają zmianę (zmniejszenie) objętości komory, zależnie od potrzeb procesowych.

Korzystnie, reaktor zawiera ponadto układ grzewczy do ogrzewania wnętrza komory z grzałką rozmieszczoną zasadniczo wokół komory i układ chłodzący do chłodzenia wnętrza komory w postaci płaszcza na czynnik chłodzący, który jest rozmieszczony zasadniczo wokół komory reaktora, przy czym reaktor zawiera ponadto termoparę do pomiaru temperatury we wnętrzu komory podczas jej ogrzewania i/lub chłodzenia. Dzięki temu w trakcie badania można utrzymywać założony reżim temperaturowy podczas badania.

Przedmiot wynalazku przedstawiono w przykładach wykonania na rysunku, na którym:

Fig. 1 przedstawia przekrój podłużny przez reaktor do badań spektroskopowych w przykładzie wykonania według wynalazku;

Fig. 2 przedstawia przekrój poprzeczny przez reaktor do badań spektroskopowych w przykładzie wykonania według wynalazku.

Reaktor do badań spektroskopowych według wynalazku nadaje się w szczególności do badań spektroskopowych w podczerwieni (IR) prowadzonych w trybie transmisyjnym, oraz do integracji ze spektroskopią masową, w tym także w skojarzeniu z chromatografią.

Wygenerowaną w reaktorze plazmę niskotemperaturową można wykorzystywać na przykład do aktywacji materiału próbki, efektywnego oczyszczania (regeneracji) próbki - w warunkach dostosowanych do badania, bądź badania wpływu jonizacji gazów reaktywnych na proces reakcji próbki z różnymi reagentami, według potrzeb realizowanego badania.

Jak przedstawiono na Fig 1 i Fig 2, reaktor wykonany w postaci walca zawiera komorę 10, która ma kwarcowe (SiO_2) ścianki 11a separujące wnętrze 11 komory 10 od otoczenia. Komora 10 zamknięta jest po obu stronach optycznymi oknami transmisyjnymi 13a, 13b dostosowanymi do transmisji promieniowania elektromagnetycznego poprzez wnętrze 11 komory 10 (np. transmisja promieniowania podczerwonego (IR) - dla rejestracji widm IR), celem wykonania badania spektroskopowego materiału próbki P - umieszczonej w komorze 10 na czas badania. Korzystnie komora 10 ma postać rury kwarcowej o osi O, która jest zakończona z dwóch stron oknami transmisyjnymi - jedno okno transmisyjne 13a wlotowe, a drugie okno transmisyjne 13b wylotowe, co umożliwia realizację badania spektroskopowego

w trybie transmisyjnym, w którym wiązkę promieniowania przepuszcza się przez komorę korzystnie wzdłuż osi O.

We wnętrzu 11 komory 10 korzystnie, w jej geometrycznym środku A, lub w jego pobliżu, na czas badania umieszcza się materiał próbki P, tak aby wiązką promieniowania elektromagnetycznego docierała do materiału próbki P. Korzystnie próbka P ma niewielką masę, typowo od kilkunastu do 40 miligramów.

Komorę 10 może mieć zamocowane wypełniacze 12a, 12b, 12c w postaci rurek wykonanych z kwarcu (SiO_2) o odpowiednio dobranej grubości ścianki, które mocuje się w komorze 10 (o kształcie rury) współosiowo, wsuwając do środka. Wokół geometrycznego środka A komory 10, czyli w miejscu na próbkę P, umieszcza się wypełniacz środkowy 12b, natomiast po jego obydwu stronach umieszcza się wypełniacze boczne 12a, 12c o grubości ścianki większej niż grubość ścianki wypełniacza środkowego 12b. Wypełniacz 12b o niewielkiej grubości ścianki w małym stopniu ogranicza martwą objętość komory 10, dlatego umieszczony jest bezpośrednio przy próbce, dzięki czemu wygenerowana plazma lub inne reagenty bądź inerty wprowadzane do wnętrza 11 komory 10 mogą kontaktować się z możliwie dużą powierzchnią próbki P. Natomiast wypełniacze boczne 12a, 12c o grubszych ściankach stosuje się w sekcjach komory oddalonych od geometrycznego środka A komory. Dzięki temu można minimalizować objętość martwą wnętrza 11 komory 10. Zastosowanie wypełniaczy 12a, 12b, 12c jest opcjonalne - w zależności o danych potrzeb badawczych.

Komorę 10 zawiera co najmniej jeden port wlotowy 41 do wprowadzania do jej wnętrza 11 gazu plazmotwórczego – do generowania plazmy niskotemperaturowej we wnętrzu 11 komory 10, pomiędzy elektrodami, przykładowo gazów plazmotwórczych takich jak: gazy szlachetne, reaktywne itp. W zależności od potrzeb procesowych portem wlotowym 41 można wprowadzać do wnętrza komory inne reagenty i/lub inerty gazowe, na przykład Ne, Ar, Kr itp.

Przykładowo, indywidualne reagenty bądź inerty można wprowadzać do wnętrza 11 komory 10 portem wlotowym 41, celem utrzymania odpowiednich udziałów danych substancji w komorze 10, w danej chwili badania. Opcjonalnie, jednym portem wlotowym 41 można wprowadzać do komory 10, w zadanej sekwencji różne gazy: gaz plazmotwórczy, reagenty gazowe i/lub inerty gazowe – w zależności od potrzeb procesowych.

Komora 10 zawiera ponadto port wylotowy 42 do usuwania z wnętrza 11 substancji, w tym gazów wprowadzanych do komory portem wlotowym 41. Port wylotowy 42 jest ponadto przeznaczony do podłączania do komory 10 pompy próżniowej, przykładowo za pomocą wężyka teflonowego. Przykładowo, pompa próżniowa może być pompą bezolejową. Pompa próżniowa jest wykorzystywana do wytwarzania i utrzymywania we wnętrzu 11 obniżonego ciśnienia wynoszącego korzystnie od $1 \cdot 10^{-1}$ do $1 \cdot 10^{-2}$ mbar, w szczególności na czas generowania we wnętrzu 11 komory 10 plazmy niskotemperaturowej. Dzięki temu we wnętrzu 11 komory 10 podczas badania można utrzymywać odpowiednie podciśnienie.

Komora 10 zawiera ponadto porty 31, 32 do doprowadzania wody chłodzącej w miejsca usytuowania uszczelniaaczy elastomerowych.

Każdy z portów 31, 32, 41, 42 komory 10 może być zakończony szybko-złączką np. szybko-złączką umożliwiającą wielokrotne przyłączenie, odłączenie oraz wymianę danych elementów układu, np. pompy próżniowej, butli gazowych, czy zbiornika na substancje opuszczające wnętrze 11 komory 10, lub wody schładzającej komorę w pobliżu uszczelnień.

Reaktor może być ponadto wyposażony w przepływomierze i/lub zawory naciekowe, do kontroli ilości substancji transportowanych portem wlotowym 41 i/lub wylotowym 42.

Reaktor korzystnie zawiera układ grzewczy i układ chłodzący do utrzymywania we wnętrzu 11 komory 10 odpowiedniej temperatury podczas badania. Układ grzewczy może obejmować grzałkę 50, przykładowo grzałkę elektryczną ze zwojami rozmieszczonymi równomiernie wokół ścianek 11a komory 10 oraz płaszcz chłodzący do chłodzenia komory 10 za pomocą ciekłego azotu lub jego par - w zależności od docelowego reżimu temperaturowego we wnętrzu komory podczas badania.

Reaktor korzystnie zawiera ponadto termoparę 51 do pomiaru temperatury, z elementem pomiarowym zainstalowanym we wnętrzu 11 komory 10, korzystnie w okolicy geometrycznego środka A komory 10 (tj. miejsca na próbkę P). Ewentualnie reaktor może być wyposażony w zespół termopar do mierzenia temperatury wnętrza 11 komory 10 w wybranych punktach oraz posiada termoparę zintegrowaną z grzejnikiem.

Reaktor wyposażony jest w co najmniej dwie elektrody 21 i 22 lub 23 i 24 do generowania plazmy niskotemperaturowej we wnętrzu 11 komory 10. Każda elektroda zainstalowana jest poza wnętrzem 11 komory 10, a zatem każda elektroda 21 – 24

jest fizycznie odseparowana od wnętrza 11 komory 10 ścianką 11a wykonaną z kwarcu (SiO_2). Elektrody 21 – 24 mogą być przykładowo zainstalowane bezpośrednio przy ściankach 11a komory 10, po stronie zewnętrznej. Dzięki temu elektrody 21 – 24 nie mają bezpośrednio kontaktu z generowaną przez nie plazmą niskotemperaturową ani z substancjami (próbką, reagentami/inertami) przebywającymi we wnętrzu 11 komory 10.

W eksperymencie wykorzystuje się zawsze co najmniej dwie elektrody np. 21 i 22 lub 23 i 24 lub ewentualnie 21, 22 i 23 które są podłączone do zasilacza zmiennoprądowego o częstotliwości z zakresu od kilkudziesięciu do kilkuset kHz, a korzystnie o częstotliwości z zakresu od 60 do 100 kHz. Zastosowanie zasilacza zmiennoprądowego umożliwia wytworzenie plazmy niskotemperaturowej pomiędzy elektrodami 21 i 22 lub 23 i 24, bezpośrednio w komorze 10, gdy we wnętrzu 11 komory 10 zachowane jest obniżone ciśnienie na poziomie $1 \cdot 10^{-1}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ mbar. Opracowana konstrukcja reaktora nie tylko umożliwia wytwarzanie plazmy niskotemperaturowej in situ - w komorze 10, bez konieczności transportu tej plazmy, lecz zapewnia też całkowitą eliminację kontaktu materiału elektrodowego z generowaną plazmą oraz z wszystkimi substancjami przebywającymi w komorze (materiał próbki P, reagenty, inerty itp.). To z kolei zapewnia całkowitą eliminację zanieczyszczania substancji przebywających w reaktorze materiałem elektrodowym niesionym przez plazmę, zapewniając tym samym całkowity brak wpływu materiału elektrodowego na zachodzące procesy we wnętrzu 11 komory 10. Dzięki opracowanej konstrukcji reaktora, materiał elektrod 21 – 24 można dobrać wyłącznie w oparciu o oczekiwaną charakterystykę elektrod, bez konieczności weryfikacji reaktywności materiału elektrodowego z materiałem wsadowym reaktora.

Parametry oddziaływania plazmy niskotemperaturowej z materiałem obecnym w komorze 10, można natomiast regulować poprzez odpowiedni skład gazu dostarczanego do wnętrza 11 komory 10, ciśnienia w komorze 10 oraz zmianę amplitudy i częstotliwości napięcia zasilania.

Przykładowo, reaktor może zawierać elektrody lateralne 21 i 22 w osłonach 21a, 22a, pierwsza elektroda lateralna 21 zainstalowana w okolicy pierwszego okna transmisyjnego 13a, a druga elektroda lateralna 22 zainstalowana w okolicy drugiego okna transmisyjnego 13b, korzystnie w jednakowej odległości od geometrycznego środka A komory 10 (a także miejsca na próbkę P). Pierwsza i druga elektroda lateralna 21, 22 korzystnie podłączone są do zasilacza zmiennoprądowego, który ma

wyjścia izolowane galwanicznie od masy układu. Taka konstrukcja umożliwia generowanie plazmy niskotemperaturowej w obszarze próbki oraz w otworach wypełniaczy.

Alternatywnie reaktor może zawierać parę elektrod aksjalnych 23, 24, zainstalowanych po przeciwnych stronach komory 10, w pobliżu środka geometrycznego A komory 10 (w pobliżu miejsca na próbkę P) - pierwsza elektroda aksjalna 23 korzystnie w postaci pręta, a druga elektroda aksjalna 24 korzystnie w postaci płytki obejmującej część dolną komory kwarcowej. Pierwsza elektroda aksjalna 23 korzystnie podłączona jest do wyjścia wysokonapięciowego zasilacza zmiennoprądowego, a druga elektroda aksjalna 24 podłączona jest do wyjścia uziemionego zasilacza zmiennoprądowego. Taka konstrukcja umożliwia generowanie plazmy niskotemperaturowej głównie w objętości wokół próbki.

Przykład wykonania

Próbkę 20 mg zeolitu z depozytem węglowym w postaci pastylki o średnicy 1.5 cm - jako materiał próbki umieszczono w komorze reaktora o konstrukcji przedstawionej na rysunku i omówionej powyżej. Następnie w temperaturze pokojowej z wnętrza komory usunięto powietrze uzyskując ciśnienie $5 \cdot 10^{-1}$ mbar. Na etapie generowania plazmy niskotemperaturowej, za pomocą dwóch elektrod, w komorze utrzymywano ciśnienie wynoszące $5 \cdot 10^{-2}$ mbar utrzymując parametry: napięcie p-p 5kV, częstotliwość 100kHz.

W trakcie etapu generowania plazmy i tym samym procesu usuwania frakcji węglowych z powierzchni katalizatora prowadzono rejestrację widm w modzie transmisyjnym celem zobrazowania postępu procesu utleniania związków węglowych poprzez monitorowanie zakresu drgań rozciągających C-H i deformacyjnych CH₂ i CH₃. Efektywność procesu zweryfikowano również rejestrując widma IR w modzie transmisyjnym próbek zwęglonych i po traktowaniu plazmą w formie pastylek rozcieńczonych KBr.

ZASTRZEŻENIA

1. Reaktor do badań spektroskopowych, zawierający:
 - komorę (10) przystosowaną do umieszczania w niej próbki (P) na czas badania, przy czym komora (10) zawiera:
 - wnętrze (11) otoczone ściankami (11a), w których znajdują się okna transmisyjne (13a, 13b) do transmisji promieniowania elektromagnetycznego przez komorę (10),
 - port wlotowy (41) do wprowadzania do wnętrza (11) komory (10) gazu plazmotwórczego,
 - port wylotowy (42) do usuwania substancji z wnętrza (11) komory (10) oraz wytwarzania próżni we wnętrzu (11) komory (10);
 - porty (31, 32) do doprowadzania wody chłodzącej do uszczelniaczy komory;
 - elektrody (21 - 24) do generowania we wnętrzu (11) komory (10) plazmy niskotemperaturowej z gazu plazmotwórczego,znamienny tym, że elektrody (21 - 24) podłączone są do zasilacza zmiennoprądowego do generowania pomiędzy elektrodami napięcia zmiennego, przy czym każda z elektrod (21 - 24) jest odseparowana od wnętrza (11) komory (10) ścianką (11a) komory (10) wykonaną z kwarcu (SiO_2).
2. Reaktor według zastrzeżenia 1 zamienny tym, że elektrody (21 – 24) zawierają parę elektrod lateralnych (21, 22) do generowania plazmy niskotemperaturowej, z których każda zainstalowana jest w osłonie (21a, 22a) i podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjścia izolowane galwanicznie.
3. Reaktor według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń znamienny tym, że elektrody (21 – 24) zawierają parę elektrod aksjalnych (23, 24) do generowania plazmy niskotemperaturowej, przy czym pierwsza elektroda aksjalna (23) ma postać pręta i jest podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjście wysokonapięciowe, a druga elektroda aksjalna (24) ma postać płytki i jest podłączona do zasilacza zmiennoprądowego przez jego wyjście uziemione.

4. Reaktor według zastrzeżenia 1 znamienny tym, że zawiera dwie elektrody lateralne (21 - 22) oraz jedną elektrodę aksjalną (23) do generowania plazmy niskotemperaturowej.
5. Reaktor według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń znamienny tym, że komora (10) ma postać rury zakończonej z dwóch stron oknami transmisyjnymi (13a, 13b).
6. Reaktor według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń znamienny tym, że komora (10) w postaci rury ma wypełniacz środkowy (12b) i wypełniacze boczne (12a, 12c) w postaci rurek kwarcowych zainstalowanych na wcisk współosiowo we wspomnianej rurze.
7. Reaktor według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń znamienny tym, że zawiera ponadto układ grzewczy do ogrzewania wnętrza (11) komory (10) z grzałką (50) rozmieszczoną zasadniczo wokół komory (10) i układ chłodzący do chłodzenia wnętrza (11) komory (10) w postaci płaszcza na czynnik chłodzący, który jest rozmieszczony zasadniczo wokół komory (10) reaktora, przy czym reaktor zawiera ponadto termoparę (51) do pomiaru temperatury we wnętrzu (11) komory (10) podczas jej ogrzewania i/lub chłodzenia.

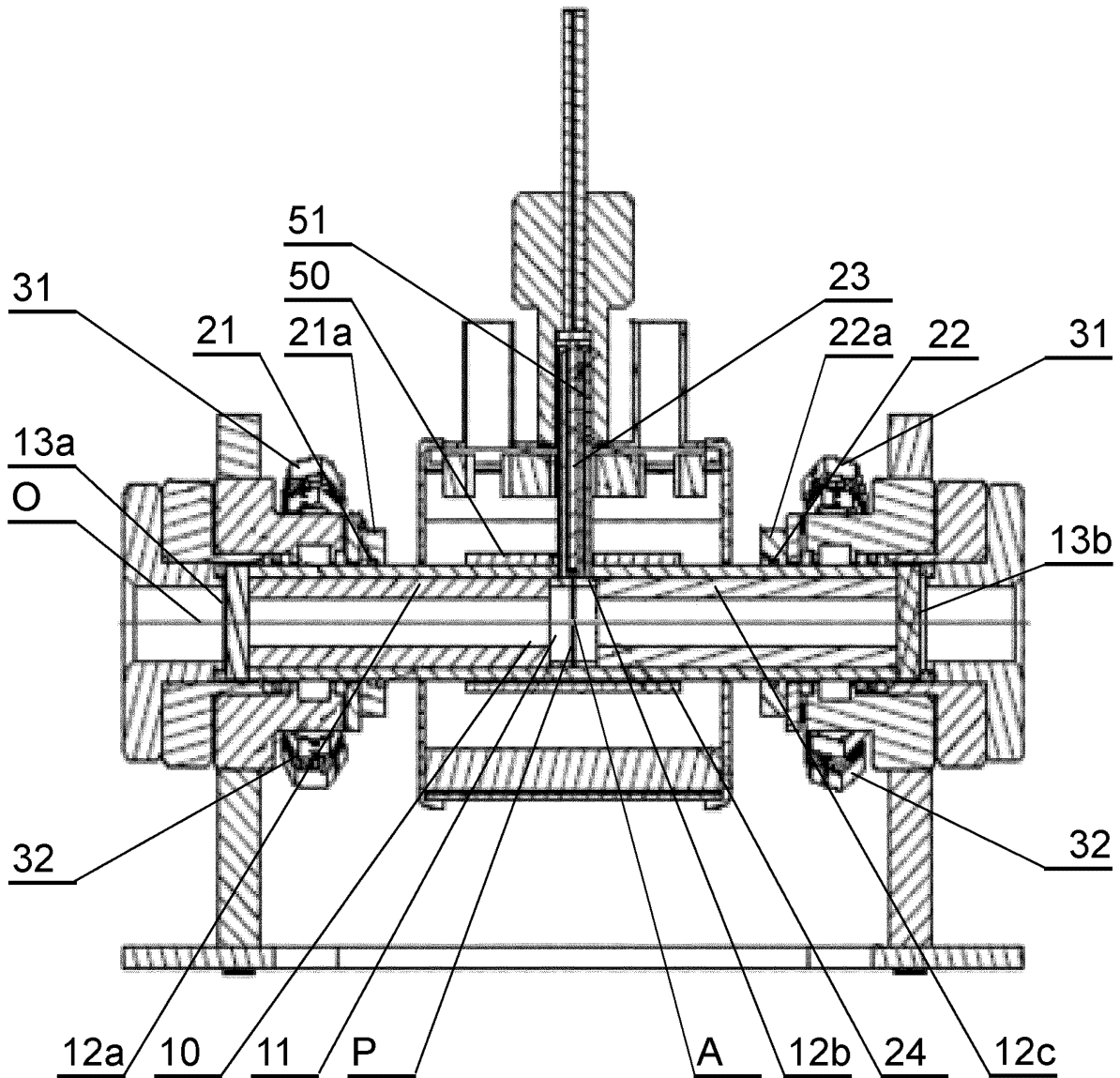


Fig. 1

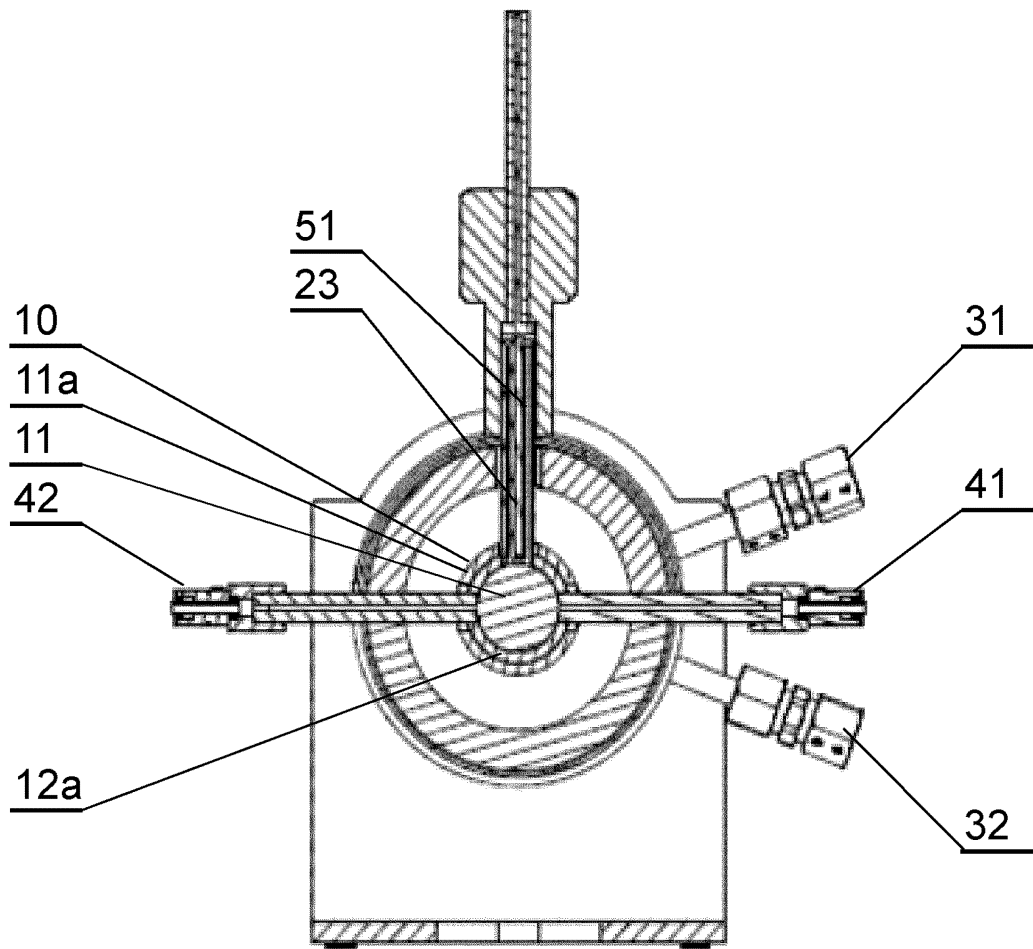


Fig. 2



SPRAWOZDANIE O STANIE TECHNIKI DO ZGŁOSZENIA NR P.443347

Klasyfikacja zgłoszenia: B01J 19/12, H05H 1/24		
Podklasy w których prowadzono poszukiwania: B01J H05H		
Bazy komputerowe w których prowadzono poszukiwania: EPODOC WPI bazy UPRP		
Kategoria dokumentu	Dokumenty - z podaną identyfikacją	Odniesienie do zastrz.
A	US 3 840 750 A (PLASMACHEM INC,US) 08-10-1974	1-7
A	PL 420 392 A1 (UNIWERSYTET JAGIELLOŃSKI) 13-08-2018	1-7
<input type="checkbox"/> Dalszy ciąg wykazu dokumentów na następnej stronie		
<p>A – dokument określający ogólny stan techniki, który nie jest uważany za posiadający szczególne znaczenie, E – dokument stanowiący wcześniejsze zgłoszenie lub patent, ale opublikowany w lub po dacie zgłoszenia, L – dokument, który może poddawać w wątpliwość zastrzegane pierwszeństwo(-wa), lub przytoczony w celu ustalenia daty publikacji innego cytowanego dokumentu lub z innego szczególnego powodu, O – dokument odnoszący się do ujawnienia ustnego przez zastosowanie, wystawienie lub ujawnienie w inny sposób, P – dokument opublikowany przed datą zgłoszenia, ale później niż zastrzegana data pierwszeństwa, T – dokument późniejszy, opublikowany po dacie zgłoszenia lub w dacie pierwszeństwa i niebędący w konflikcie ze zgłoszeniem, ale cytowany w celu zrozumienia zasad lub teorii leżących u podstaw wynalazku, X – dokument o szczególnym znaczeniu; zastrzegany wynalazek nie może być uważany za nowy lub nie może być uważany za posiadający poziom wynalazczy, jeżeli ten dokument brany jest pod uwagę samodzielnie, Y – dokument o szczególnym znaczeniu; zastrzegany wynalazek nie może być uważany za posiadający poziom wynalazczy, jeżeli ten dokument zostanie połączony z jednym lub kilkoma tego typu dokumentami, a takie połączenie będzie oczywiste dla znawcy, & – dokument należący do tej samej rodziny patentowej.</p>		

Sprawozdanie wykonał/-a:

Andrzej Jurkiewicz
Ekspert

Data:

20.06.2023

Podpis:

/podpisano kwalifikowanym podpisem elektronicznym/
Pismo wydane w formie dokumentu elektronicznego

Uwagi do zgłoszenia

Sprawozdanie zostało wykonane w oparciu o zastrz. z dnia 29.12.2022 r.