

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 439377 A1

(12)

Opis zgłoszeniowy wynalazku

(z daty zgłoszenia)

(21) Numer zgłoszenia: **439377**(22) Data zgłoszenia: **2021.10.29**(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.05.02 BUP 18/2023**

(51) MKP:

B01L 7/00 (2006.01)**B02C 19/18** (2006.01)**B02C 23/00** (2006.01)

(71) Zgłaszający:

**UNIwersytet Warszawski,
Warszawa, PL**

(72) Twórca(-y):

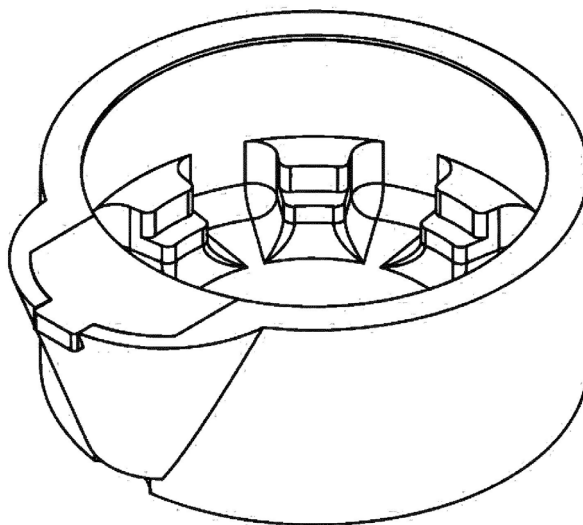
**MARTYNA RZEPECKA, Wałbrzych, PL
RAFAŁ OWARZANY, Sanok, PL
ŁUKASZ TYMECKI, Warszawa, PL
KAROL FIJAŁKOWSKI, Warszawa, PL**

(54) Tytuł:

Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego

(57) Skróć opis:

Naczynie przedstawione na rysunku kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego, otwarte od góry, posiadające ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą na czas chłodzenia i mielenia, tworzące wraz z misą półotwarty płaszcz chodzący w postaci przestrzeni pomiędzy zewnętrznymi ściankami i podstawą misy mielącej oraz wewnętrznymi ściankami i dnem naczynia kriostatycznego, otaczający misę mielącą z boków oraz od spodu, dostępny od góry dla ciekłego medium chłodzącego, charakteryzuje się tym, że składa się z korpusu zawierającego ściany boczne i ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą, modułu izolacyjnego umieszczonego pod korpusem, mającego wewnątrz pustą przestrzeń efektywnie izolującą termicznie młyn laboratoryjny od korpusu naczynia kriostatycznego wypełnionego medium chłodzącym, a ponadto, ma moduł napełniania w postaci wypustu na ścianie bocznej, przykładowo o kształcie wycinka lejka, który to moduł jest otwarty od góry i ułatwia wprowadzanie medium chłodzącego do płaszcza chłodzącego, a także zwiększa jego efektywną pojemność przy czym szczelina pomiędzy zewnętrznymi ściankami misy mielącej a wewnętrznymi ściankami naczynia kriostatycznego jest mniejsza niż 4 mm, korzystnie mniejsza niż 2 mm.



Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego

Przedmiotem wynalazku jest zewnętrzne naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego, zapewniające możliwość mielenia, rozdrabniania i homogenizowania próbek w niskiej temperaturze z wykorzystaniem istniejącej, standardowej aparatury laboratoryjnej.

Znane są młyny do rozdrabniania, kruszenia lub homogenizowania próbek, zawierające misę mielącą z kulami, pierścieniami lub dyskiem jako elementami rozdrabniającymi. Klasycznie, mielenie i rozdrabnianie prowadzi się w powietrzu atmosferycznym w temperaturze pokojowej, przez co mielone próbki są narażone na kontakt w tlenem i wilgocią atmosferyczną. Co więcej, mielenie w temperaturze pokojowej charakteryzuje się stosunkowo niską efektywnością z uwagi na małą kruchość większości materiałów, a ponadto duża grupa materiałów nie nadaje się do mielenia w tych warunkach ze względu na swoją lepkość i sprężystość (np. polimery, tkanki, itp.).

Już w XIX wieku znane były młyny kulowe [np. GB189626501A, US647336A], z misą mielącą w kształcie obustronnie zamkniętego długiego walca, zorientowanego poziomo, wypełnionego kulami i rozdrabnianym materiałem. Później opracowano młyny kulowe planetarne [US1912762A], elektromagnetyczne [US1894106A] oraz wibracyjne. Znane są laboratoryjne młyny wibracyjne z dyskowymi lub pierścieniowymi elementami rozdrabniającymi umieszczonymi w misach mielących o kształcie cylindrycznym [DE4343742A1]. Znany jest pulweryzator tarczowy, oddzielany od stacji mielenia wibracyjnego [US4640468A].

Znane są młyny pozwalające na prowadzenie mielenia, rozdrabniania lub homogenizacji w niskiej temperaturze. Prowadzenie mielenia w obniżonej temperaturze jest korzystne ze względu na obserwowany wzrost kruchości materiałów towarzyszący spadkowi jego temperatury. Ponadto, znaczne obniżenie temperatury umożliwia mielenie materiałów polimerowych, biologicznych oraz materiałów wrażliwych na wzrost temperatury, co jest znacząco utrudnione lub niemożliwe w temperaturze pokojowej.

Znane jest urządzenie pozwalające na wstępne chłodzenie materiału przed jego mieleniem [WO2008/110517A1]. Znane jest również urządzenie, w którym mielony materiał oraz elementy rozdrabniające zalewa się medium chłodzącym, korzystnie ciekłym azotem, bezpośrednio wewnątrz misy mielącej, a poziom medium chłodzącego wewnątrz misy może być uzupełniany podczas mielenia [US3734412A]. Z uwagi jednak na konieczność uzupełniania medium chłodzącego, urządzenia te pozostają otwarte, a mielenie odbywa się w powietrzu atmosferycznym co uniemożliwia mielenie próbek reaktywnych. Znane jest również urządzenie do krirozdrabniania materiałów wrażliwych na ciepło, zawierające komorę mielenia, przez którą przepuszcza się gazowe chłodziwo, przykładowo odparowany ciekły azot [EP0584712A1]. W rozwiązaniach tych mielone próbki mają bezpośredni kontakt z medium chłodzącym, co może prowadzić do ich zanieczyszczenia.

Znana jest metoda chłodzenia zamkniętej misy mielącej poprzez zanurzenie jej w ciekłym azocie przed mieleniem i/lub w przerwach w trakcie mielenia. Pozwala to ochłodzić próbkę bez jej narażania na kontakt z powietrzem atmosferycznym. Sposób ten jest jednak

uciążliwy, ponieważ wymaga stosowania dużego pomocniczego naczynia wypełnionego ciekłym azotem, a także szczypiec i rękawic ochronnych dla zapewnienia bezpieczeństwa operatorowi. Ponadto, konieczność demontażu misy w przerwach podczas mielenia stanowi dodatkową uciążliwość i może prowadzić do szybszego zużycia elementów mocujących.

Znane są urządzenia do mielenia w obniżonej temperaturze, posiadające szczelnie zamykane misy mielące, mające w swojej obudowie specjalne kanały chłodzące [US5513809A, DE19832304A1] lub płaszcz chłodzący [RETSCH CryoMill, brochure 99.745.0001/E-03-2013], przez które przepuszczane jest medium chłodzące. Znany jest również młyn posiadający dodatkowy pierścieniowy pojemnik kriogeniczny wypełniony ciekłym azotem, otaczający komorę mielenia [US2009/194616A1]. Urządzenia te zapewniają chłodzenie w trybie ciągłym przy braku bezpośredniego kontaktu medium chłodzącego z mieloną próbką. Szczelnie zamknięta miska mieląca umożliwia wydajne mielenie próbek reaktywnych. Niestety, urządzenia tego typu są drogie i wymagają dodatkowego sprzętu zapewniającego stały przepływ medium chłodzącego.

Znana jest kriogeniczna miska dyskowa do młyna laboratoryjnego do mielenia próbek reaktywnych posiadająca półotwarty płaszcz chłodzący, wypełniany medium chłodzącym, korzystnie ciekłym azotem (Rafał Owarzany, praca licencjacka „Synteza i charakterystyka amidoboranu cynku”, Uniwersytet Warszawski, Wydział Fizyki, 2013). Płaszcz chłodzący stanowi integralną część misy mielącej, która jest szczelnie zamykana i pozwala na mielenie próbek wrażliwych na kontakt z powietrzem atmosferycznym.

Znana jest również kriogeniczna miska do młyna laboratoryjnego do mielenia próbek reaktywnych, zbudowana z metalowej misy mielącej, rozłącznej względem metalowego naczynia kriostatycznego, z którym łączy się ją na czas chłodzenia i mielenia, uzyskując wówczas płaszcz chłodzący pomiędzy ściankami misy i naczynia kriostatycznego (P.411790, EP3310486). Naczynie kriostatyczne ma ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą, które zapewnia jej stabilność podczas mielenia oraz swobodę przepływu medium chłodzącego wokół jej ścianek i pod jej dnem, umożliwiając skuteczne chłodzenie misy od spodu i z boków. Płaszcz chłodzący stanowi przestrzeń pomiędzy zewnętrznymi ściankami misy mielącej a wewnętrznymi ściankami naczynia kriostatycznego. Chłodzenie realizowane jest poprzez wlanie medium chłodzącego, przykładowo ciekłego azotu, do naczynia kriostatycznego, gdy miska mieląca znajduje się w jego wnętrzu. Pomiedzy kołnierzem naczynia kriostatycznego a ściankami misy mielącej znajduje się szczelina umożliwiająca bezpośrednie wlanie ciekłego azotu do środka, a także ucieczkę gazowego azotu powstałego w wyniku odparowania zastosowanego czynnika chłodzącego. Naczynie kriostatyczne jest otwarte od góry, co oznacza, że płaszcz chłodzący ma charakter półotwarty i podczas parowania ciekłego azotu, które powoduje dalsze obniżenie temperatury, wewnątrz płaszcza chłodzącego nie narasta ciśnienie. Co jest niezwykle istotne, rozwiązanie to umożliwia adaptację standardowego młyna laboratoryjnego tak, aby możliwe było prowadzenie mielenia niskotemperaturowego z jego wykorzystaniem, po odpowiednim dobraniu kształtu i wielkości naczynia kriostatycznego oraz misy mielącej. Niestety, znane naczynie kriostatyczne jest drogie w produkcji ze względu na konieczność długotrwałej obróbki materiału

konstrukcyjnego (stal kwasoodporna, stal hartowana) metodami stratnymi. Co więcej, szczelina pomiędzy misą mielącą a kołnierzem naczynia kriostatycznego jest na tyle wąska, że dozowanie ciekłego azotu jest utrudnione, ale również na tyle szeroka, że medium chłodzące ma tendencję do rozlewania się na boki podczas mielenia. Ponadto, metalowe naczynie kriostatyczne ma znaczną pojemność cieplną, co oznacza, że istotna część medium chłodzącego jest tracona na chłodzenie tego naczynia. Co więcej, metalowe naczynie kriostatyczne ma tendencję do wymiany ciepła z korpusem młyna laboratoryjnego, co powoduje dalsze straty medium chłodzącego, a także grozi przechłodzeniem elementów konstrukcyjnych młyna, w tym jego silnika, co jest niekorzystne dla trwałości urządzenia i może stanowić utrudnienie podczas normalnej eksploatacji.

Celem wynalazku jest opracowanie naczynia kriostatycznego do misy mielącej młyna laboratoryjnego, wygodnego w użytkowaniu, taniego w produkcji, a także zapewniającego efektywne wykorzystanie stosowanego medium chłodzącego. Dodatkowym celem wynalazku jest opracowanie naczynia kriostatycznego, dającego możliwość łatwego i szybkiego dostosowania do istniejących mis mielących oraz młynów laboratoryjnych, dzięki czemu możliwe będzie korzystanie z istniejących urządzeń, co obniży koszty prowadzonych badań a także przyczyni się do zwiększenia równości szans pomiędzy ośrodkami naukowymi o różnym potencjale finansowym. Powyższe cele zrealizowano dzięki rozwiązaniu według wynalazku.

Istota wynalazku

Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego, otwarte od góry, posiadające ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą na czas chłodzenia i mielenia, tworzące wraz z misą półotwarty płaszcz chodzący w postaci przestrzeni pomiędzy zewnętrznymi ściankami i podstawą misy mielącej oraz wewnętrznymi ściankami i dnem naczynia kriostatycznego, otaczający misę mielącą z boków oraz od spodu, dostępny od góry dla ciekłego medium chłodzącego, według wynalazku charakteryzuje się tym, że składa się z korpusu zawierającego ściany boczne i ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą, modułu izolacyjnego umieszczonego pod korpusem, mającego wewnątrz pustą przestrzeń efektywnie izolującą termicznie młyn laboratoryjny od korpusu naczynia kriostatycznego wypełnionego medium chłodzącym, a ponadto, ma moduł napełniania w postaci wypustu na ścianie bocznej, przykładowo o kształcie wycinka lejka, który to moduł jest otwarty od góry i ułatwia wprowadzanie medium chłodzącego do płaszcza chłodzącego, a także zwiększa jego efektywną pojemność, przy czym szczelina pomiędzy zewnętrznymi ściankami misy mielącej a wewnętrznymi ściankami naczynia kriostatycznego jest mniejsza niż 4 mm, korzystnie mniejsza niż 2 mm.

Korzystnie, moduł napełniania jest od góry zamknięty rozłączną uchylną klapką.

Zgodnie z wynalazkiem, moduł izolacyjny jest wykonany z tworzywa sztucznego. Korpus naczynia kriostatycznego jest wykonany ze stali lub tworzywa sztucznego, korzystnie z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK). W korzystnym wariantcie, korpus naczynia kriostatycznego jest zintegrowany z modulem izolacyjnym, a całość jest wykonana z jednego

tworzywa sztucznego, korzystnie z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK). Zgodnie z wynalazkiem, naczynie kriostatyczne jest wykonane techniką druku 3D. Alternatywnie, naczynie kriostatyczne jest wykonane technikami stratnymi.

Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego jest wygodne w użytkowaniu dzięki zapewnieniu modułu napełniania ciekłym medium chłodzącym. Zastosowanie modułu izolacyjnego, oddzielającego młyn laboratoryjny od korpusu naczynia kriostatycznego wypełnionego medium chłodzącym, skutecznie zabezpiecza młyn laboratoryjny przed nadmiernych schłodzeniem. Przy zastosowaniu tworzywa sztucznego jako materiału konstrukcyjnego, naczynie kriostatyczne pozwala na efektywne chłodzenie mielonych próbek. Możliwość wytwarzania naczynia kriostatycznego metodą druku 3D, znacząco obniża koszty produkcji. Ponadto, pozwala to na łatwe i tanie wytworzenie naczynia kriostatycznego o geometrii dostosowanej do konkretnego istniejącego młyna laboratoryjnego. Wynalazek pozwala na łatwe i tanie zwiększenie funkcjonalności istniejącej aparatury laboratoryjnej co pozwala na obniżenie kosztów prowadzonych badań, a także może przyczynić się do zwiększenia równości szans pomiędzy ośrodkami naukowymi o różnym potencjale finansowym.

Naczynie kriostatyczne według wynalazku, zostało opisane w przykładach wykonania poniżej i zobrazowane na rysunku, na którym:

- Fig. 1. przedstawia ogólny perspektywiczny schematyczny widok naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania techniką druku 3D;
- Fig. 2. przedstawia rysunki wykonawcze korpusu naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania technikami obróbki stratnej w widoku z góry, w przekroju poprzecznym wzdłuż linii A-A oraz w widoku bocznym od strony wybrania przyjmującego moduł napełniania przedstawiony na Fig. 4;
- Fig. 3. przedstawia rysunki wykonawcze modułu izolacyjnego naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania technikami obróbki stratnej w widoku z góry, w przekroju poprzecznym wzdłuż linii A-A;
- Fig. 4. przedstawia rysunki wykonawcze modułu napełniania naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania technikami obróbki stratnej w widoku z góry, w przekroju poprzecznym wzdłuż linii A-A oraz w widoku bocznym od strony łączenia z korpusem przedstawionym na Fig. 2;
- Fig. 5. przedstawia rysunki naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania techniką druku 3D z wykorzystaniem jednego filamentu: w widoku bocznym z modułem napełniania widocznym z profilu, w widoku bocznym z modułem napełniania widocznym od przodu, w widoku z góry, w widoku przestrzennym, przekroju poprzecznym wzdłuż linii A-A gdzie pusta przestrzeń modułu izolacyjnego jest wypełniona strukturą heksagonalną, a także Fig. 5 przedstawia uchylną klapkę zamykającą od góry moduł napełniania w widokach bocznych, górnym i perspektywicznym;

- Fig. 6. przedstawia rysunki naczynia kriostatycznego w wersji do wytwarzania techniką druku 3D z wykorzystaniem jednego filamentu: w widoku bocznym z modulem napełniania widocznym z profilu, w widoku bocznym z modulem napełniania widocznym od przodu, w widoku z góry, w widoku przestrzennym, przekroju poprzecznym wzdłuż linii A-A gdzie pusta przestrzeń modułu izolacyjnego ma postać poduszki powietrznej, a także Fig. 6 przedstawia uchylną klapkę zamykającą od góry moduł napełniania w widokach bocznych, górnym i perspektywicznym;
- Fig. 7. przedstawia wizualizacje naczynia kriostatycznego w wersji wytworzonej technikami obróbki stratnej (Przykład 1) ze stali (korpus, moduł napełniania) i tworzywa sztucznego (moduł izolacyjny), gdzie w widoku perspektywicznym przedstawione jest naczynie puste (u góry) oraz naczynie z osadzoną w nim misą mielącą (u dołu);
- Fig. 8. przedstawia fotografie naczynia kriostatycznego wytworzonego z poliwęglanu (PC) techniką druku 3D (Przykład 3), przy czym bryła naczynia została zaprojektowana do wytwarzania technikami stratnymi, a fotografie przedstawiają naczynie puste (u góry) oraz naczynie z osadzoną w nim misą mielącą (u dołu) w widoku perspektywicznym;
- Fig. 9. przedstawia wizualizacje naczynia kriostatycznego wytworzonego z poliwęglanu (PC) techniką druku 3D (Przykład 3), z bryły zaprojektowanej do jednodyszowego druku 3D, a wizualizacje przedstawiają naczynie puste (u góry) oraz naczynie z osadzoną w nim misą mielącą (u dołu) w widoku perspektywicznym;
- Fig. 10. przedstawia wizualizację pustych naczyń kriostatycznych w widoku z góry i widoku z dołu, opisanych w Przykładach 1–5:
- A: naczynie ze stali 4H13 i ERTACETALU wytworzone technikami klasycznej obróbki stratnej,
 - B: naczynie z polieteroeteroketonu (PEEK) wytworzone techniką cyfrowej obróbki stratnej,
 - C: naczynie z poliwęglanu (PC) wytworzone techniką druku 3D z bryły zaprojektowanej do klasycznej obróbki stratnej,
 - D: naczynie z poliwęglanu (PC) wytworzone techniką druku 3D z bryły zaprojektowanej do cyfrowej obróbki stratnej,
 - E: naczynie z poliwęglanu (PC) wytworzone techniką druku 3D z bryły zaprojektowanej do jednodyszowego druku 3D,

Szczegółowy opis wynalazku

Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego jest bezpośrednim rozwinięciem wcześniejszego wynalazku obejmującego kriogeniczną misę do młyna laboratoryjnego, posiadającą metalową misę mielącą rozłączną względem metalowego naczynia kriostatycznego, które po połączeniu na czas chłodzenia i mielenia tworzą płaszcz chłodzący pomiędzy swoimi ściankami (P.411790, EP3310486). Obecny wynalazek dotyczy nowatorskiej modyfikacji konstrukcji naczynia kriostatycznego.

Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, jest otwarte od góry, ma kształt cylindryczny, ścianę boczną i podstawę. We wnętrzu, na dnie ma ażurowe gniazdo, przyjmujące misę mielącą, o konstrukcji podobnej jak we wcześniejszym wynalazku (P.411790, EP3310486), tj. składające się z podpórek podtrzymujących i unieruchamiających misę mielącą wewnątrz naczynia kriostatycznego, przy czym te podpórki mają kształt i rozmiar dopasowany do kształtu i rozmiaru dostępnej misy mielącej. Po umieszczeniu misy mielącej w naczyniu kriostatycznym, powstaje pusta przestrzeń pomiędzy zewnętrznymi ściankami misy mielącej i jej podstawą, a ściankami wewnętrznymi i dnem naczynia kriostatycznego. Ta pusta przestrzeń stanowi płaszcz chłodzący i może być wypełniona odpowiednim medium chłodzącym, przykładowo ciekłym azotem. Objętość płaszcza chłodzącego może się wahać od kilkudziesięciu do kilkuset mililitrów, w zależności od rozmiarów misy mielącej i naczynia kriostatycznego. Kołnierz naczynia kriostatycznego (jego górna krawędź), nie styka się z zewnętrznymi ściankami misy mielącej, tworząc szczelinę, tym samym płaszcz chłodzący jest otwarty od góry. Mielenie odbywa się po umieszczeniu naczynia kriostatycznego razem z misą mielącą w uchwycie młyna laboratoryjnego. Chłodzenie ciekłym azotem może być realizowane przed mieleniem, w trakcie mielenia oraz po mieleniu, przy czym ze względów bezpieczeństwa, uzupełnianie ciekłego azotu odbywa się, gdy młyn jest wyłączony.

Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, zasadniczo różni się od naczynia kriostatycznego znanego z wcześniejszego rozwiązania (P.411790, EP3310486) pod względem konstrukcji, funkcjonalności i sposobu wytwarzania.

Aby zapewnić bezpieczeństwo pracy młyna laboratoryjnego, naczynie kriostatyczne podzielono na dwie części składowe: korpus wypełniany medium chłodzącym i zawierający gniazdo przyjmujące misę mielącą (funkcje pełnione przez wcześniejsze naczynie kriostatyczne) oraz moduł izolacyjny znajdujący się pod korpusem. Zadaniem modułu izolacyjnego jest izolacja termiczna młyna laboratoryjnego od korpusu naczynia kriostatycznego wypełnionego ciekłym azotem. Moduł izolacyjny od spodu jest wyprofilowany w sposób kompatybilny z uchwytem młyna laboratoryjnego. Moduł izolacyjny ma w środku pustą przestrzeń wypełnioną powietrzem, które ma dobre właściwości izolacyjne. Ewentualnie, wewnątrz modułu izolacyjnego może być wypełnione ażurową konstrukcją podporową, przykładowo o geometrii heksagonalnej. Siły docisku korpusu naczynia kriostatycznego do gniazda młyna laboratoryjnego przenoszone są po obwodzie modułu izolacyjnego, przez jego ścianki boczne. Aby dodatkowo zwiększyć właściwości izolacyjne modułu izolacyjnego, wytwarza się go z tworzywa sztucznego, które posiada mniejszą przenikalność cieplną niż metal, przy czym nie musi to być tworzywo sztuczne odporne na warunki kriogeniczne, ponieważ moduł izolacyjny nie ma bezpośredniego kontaktu z medium chłodzącym. Możliwe jest zastosowanie materiałów takich jak poliwęglan (PC) i polieteroeteroketon (PEEK), ale również polioksymetylen (POM, nazwa handlowa ERTACETAL) oraz inne materiały o podobnych właściwościach. Brak modułu izolacyjnego we wcześniejszej wersji naczynia kriostatycznego prowadził do znacznego ochładzania młyna laboratoryjnego podczas schładzania próbki oraz mielenia. Przy silnym chłodzeniu próbką, transfer ciepła mógł być na tyle intensywny, że temperatura młyna spadała poniżej wartości

umożliwiającej uruchomienie silnika. Naczynie kriostatyczne, według obecnego wynalazku, wyposażone w moduł izolacyjny, umożliwia sprawne chłodzenie próbki, bez ryzyka nadmiernego ochłodzenia młyna laboratoryjnego.

Aby zwiększyć wygodę użytkowania, naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wyposażono w moduł napełniania, w postaci wypustu na ścianie bocznej korpusu, przykładowo o kształcie wycinka lejka. Moduł napełniania jest dostępny od góry i zapewnia łatwość wprowadzania medium chłodzącego do płaszcza chłodzącego, w odróżnieniu od wcześniejszego rozwiązania (P.411790, EP3310486), gdzie medium chłodzące było wlewane poprzez wąską szczelinę pomiędzy kołnierzem naczynia kriostatycznego a ściankami bocznymi umieszczonej w nim misy mielącej. Obecnie, w obrębie modułu napełniania kołnierz naczynia kriostatycznego jest lokalnie oddalony od ściany bocznej misy mielącej, co ułatwia wlewanie medium chłodzącego do płaszcza chłodzącego. Co więcej, objętość modułu napełniania efektywnie zwiększa całkowitą objętość płaszcza chłodzącego (stanowi rezerwuuar medium chłodzącego), sprawiając, że napełnianie płaszcza może być prowadzone z mniejszą częstotliwością.

Aby zmniejszyć ryzyko przelania się medium chłodzącego poza płaszcz chłodzący podczas mielenia, kołnierz korpusu naczynia kriostatycznego przysunięto do ścianki bocznej misy mielącej na odległość mniejszą niż 4 mm, korzystnie na mniejszą niż 2 mm. Aby dodatkowo zmniejszyć ryzyko przelania się medium chłodzącego podczas mielenia, wprowadzono zamknięcie modułu napełniania, w postaci uchylnej klapki stanowiącej przykrycie tego modułu.

Aby zmniejszyć koszty i czas produkcji naczynia kriostatycznego według wynalazku, a także aby zwiększyć efektywność chłodzenia misy mielącej oraz zwiększyć wygodę użytkowania poprzez redukcję jego masy, naczynie kriostatyczne jest wykonane z tworzywa sztucznego odpornego na działanie niskich temperatur, i wykazującego odpowiednią sztywność. Eksperymentalnie stwierdzono, że spośród znanych materiałów, jedynie poliwęglan (PC) oraz polieteroeteroketon (PEEK) wykazują odpowiednią odporność termiczną i sztywność w warunkach kriogenicznych, a także zachowują trwałość w warunkach mielenia na młynie laboratoryjnym. Inne znane tworzywa odporne na niskie temperatury nie mają odpowiednich parametrów mechanicznych, aby sprostać temu zadaniu (przykładowo PTFE, FEP). Tworzywa sztuczne wykazują mniejszą przenikalność cieplną i mniejszą pojemność cieplną niż metal, dzięki czemu zastąpienie metalu tworzywem sztucznym pozwala na znaczne oszczędności medium chłodzącego, które w większym stopniu może teraz chłodzić misę mielącą, a nie samo naczynie kriostatyczne. Ponadto, obróbka tworzyw sztucznych metodami strątnymi (przykładowo: frezarka, tokarka, obrabiarka CNC) jest znacząco szybsze i tańsze niż obróbka metalu, co prowadzi do oszczędności na etapie produkcji naczyń kriostatycznych według wynalazku. Z kolei oszczędność czasu na etapie obróbki pozwala na tworzenie bardziej skomplikowanych kształtów oraz obrabianie jednobryłowe na obrabiarkie CNC, dzięki czemu produkowane detale charakteryzują się lepszym dopasowaniem do potrzeb użytkownika oraz większą wytrzymałością mechaniczną.

Aby dodatkowo obniżyć koszty produkcji naczynia kriostatycznego według wynalazku, a także zwiększyć elastyczność etapu projektowania i etapu produkcji, wytworzono testowe

naczynia kriostatyczne metodą druku 3D z poliwęglanu (PC). Nieoczekiwanie okazało się, że naczynie kriostatyczne wydrukowane z poliwęglanu (PC) na standardowej drukarce 3D ze standardowymi filamentami i standardowymi parametrami druku, wytrzymuje warunki mielenia na wiracyjnym młynie laboratoryjnym (1400 rpm) przy jednoczesnym chłodzeniu ciekłym azotem. Wydrukowana bryła nie rozwarstwia się, pozostaje zwarta i szczelna. Gniazdo przyjmujące misę mielącą nie wyciera się podczas mielenia, a wszelkie detale pozostają nienaruszone przy starannej obsłudze.

Możliwość wytwarzania naczyń kriostatycznych metodą druku 3D znacząco obniża koszty jego produkcji, oszczędza czas warsztatu mechanicznego zaangażowanego w produkcję i nie angażuje nadmiernie pracy specjalistów. Ponadto, możliwość wytwarzania naczyń kriostatycznych metodą druku 3D pozwala na tworzenie bardziej skomplikowanych kształtów, niedostępnych dla technik stralnych (przykładowo możliwe jest wydrukowanie zamkniętej pustej przestrzeni modułu izolacyjnego), a także łatwiejsze dostosowywanie geometrii naczyń kriostatycznego do budowy konkretnych istniejących młynów laboratoryjnych, co niewielkim kosztem znacząco zwiększa funkcjonalność ich wykorzystania.

Zgodnie z wynalazkiem, elementy składowe naczyń kriostatycznych (korpus, moduł izolacyjny, moduł napełniania) mogą być wytwarzane metodami stralnymi z metalu lub tworzyw sztucznych, lub techniką druku 3D z tworzyw sztucznych (przykładowo z PC lub PEEK). Konstrukcja naczyń kriostatycznych wytwarzanych metodami stralnymi musi spełniać określone wymagania dotyczące możliwości podejścia narzędzi obrabiających, podczas gdy technika druku 3D pozostawia większą dowolność projektowania detali.

Naczynie kriostatyczne wytwarzane klasycznymi metodami stralnymi składa się z trzech konstrukcyjnych części składowych: korpusu, modułu izolacyjnego i modułu napełniania. Istotne jest, aby moduł izolacyjny był wytworzony z tworzywa sztucznego, a korpus i moduł napełniania z wybranego, ale tego samego materiału konstrukcyjnego (metal lub tworzywo sztuczne) aby podczas chłodzenia nie dochodziło do naprężeń na ich styku. Łączenie tych elementów odbywa się metodami klasycznymi (pasowanie precyzyjne, śruby). W przykładowym wariantcie wykonania (Przykład 1), moduł izolacyjny ma postać naczyń z podstawą i ściankami bocznymi, o geometrii dostosowanej do kształtu i wielkości młyna laboratoryjnego (zwykle jest to naczynie cylindryczne). Moduł izolacyjny jest pusty w środku i pozbawiony zamknięcia od góry. Na górnej krawędzi ścian bocznych ma elementy kompatybilne z korpusem, przykładowo korpus ma pierścieniowy wypust na obwodzie a moduł izolacyjny ma pierścieniowe wybranie na obwodzie przyjmujące ten wypust. Moduł izolacyjny może być wytworzony z poliwęglanu (PC), polieteroeteroketonu (PEEK), polioksymetyleny (POM) lub innego materiału o podobnych właściwościach. Z kolei korpus ma kształt cylindryczny, ściany boczne i podstawę, w której ukształtowane jest gniazdo przyjmujące misę mielącą. W ścianie bocznej znajduje się wybranie, w które wpasowany jest moduł napełniania w postaci wycinka lejka z płaską podstawą, a elementy te łączy się za pomocą śrub. Moduł napełniania może mieć dodatkowo uchylne zamknięcie od góry. Korpus i lejek mogą być wytworzone z metalu (np. stali, mosiądzu, itp.) lub

tworzywa sztucznego (np. PC, PEEK). Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania (bez klapki na module napełniania) zostało przedstawione na rysunku Fig. 2–4, Fig. 7, Fig. 10.A.

Naczynie kriostatyczne wytwarzane metodami stratnymi, przy użyciu obrabiarki CNC może być produktem jednobryłowym, co dodatnio wpływa na jego wytrzymałość. Wówczas, trzy części składowe (korpus, moduł izolacyjny, moduł napełniania) są wytworzone z tego samego materiału i są ze sobą zintegrowane. Możliwe jest jednak wytworzenie elementów składowych osobno i ich późniejsze pasowanie, co jednak jest niekorzystne konstrukcyjnie i czasochłonne. W tej metodzie wytwarzania, naczynie kriostatyczne najczęściej wykonuje się z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK), ale możliwe jest jego wykonanie z metalu, co wiąże się jednak z koniecznością osobnego wytworzenia modułu izolacyjnego, a w fazie eksploatacji – ze stratami medium na chłodzenie samego naczynia. W przykładowym wariantcie wykonania (Przykład 2), moduł izolacyjny ma postać obszernego wybrania od spodu, w podstawie naczynia kriostatycznego, a powietrze zawarte w tym wybraniu pełni funkcję izolatora. Obciążenie jest przenoszone poprzez obwodowe ścianki boczne modułu izolacyjnego. Korpus ma kształt cylindryczny, ściany boczne i podstawę, w której ukształtowane jest gniazdo przyjmujące misę mielącą. W ścianie bocznej wbudowany jest moduł napełniania, przykładowo w postaci wycinka lejka z płaską podstawą. Moduł napełniania może mieć dodatkowo uchylne zamknięcie od góry. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania zostało przedstawione na rysunku Fig. 10.B.

Naczynie kriostatyczne wytwarzane metodami druku 3D może być produktem jednobryłowym, co dodatnio wpływa na jego wytrzymałość. Wówczas, trzy części składowe (korpus, moduł izolacyjny, moduł napełniania) są wytwarzane z tego samego materiału i są ze sobą zintegrowane. Wytwarzanie elementów składowych osobno i ich późniejsze pasowanie jest możliwe, lecz niekorzystne konstrukcyjnie i czasochłonne. W tej metodzie wytwarzania, naczynie kriostatyczne wykonuje się z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK), ponieważ są to jedyne znane twórcom materiały konstrukcyjne spełniające wymogi wytrzymałości w warunkach kriogenicznych, które nadają się do druku 3D. Możliwe jest jednak wykonanie metodą druku 3D z innych tworzyw sztucznych o odpowiednich parametrach wytrzymałości w warunkach kriogenicznych. Obecnie, szczególnie korzystne jest wykorzystanie poliwęglanu (PC) jako materiału taniego, możliwego do druku na większości standardowych drukarek 3D, podczas gdy druk polieteroeteroketonu (PEEK) wymaga specjalistycznych drukarek oraz drogich filamentów. Możliwy jest zarówno wydruk projektu dostosowanego do wytwarzania klasycznymi metodami stratnymi (Przykład 3) oraz stratnymi metodami cyfrowymi (Przykład 4), jak również wydruk projektu znacznie bardziej skomplikowanego, niedostępnego dla metod stratnych (Przykład 5–6). W przykładowych wariantach wykonania, gdzie bryła naczynia kriostatycznego została dostosowana do wytwarzania techniką druku 3D, moduł izolacyjny ma postać pustej przestrzeni w podstawie naczynia kriostatycznego, znajdującej się bezpośrednio pod korpusem. Przestrzeń ta może być wypełniona w niewielkim stopniu strukturą o geometrii heksagonalnej (np. wypełnienie 10%), co zwiększa sztywność bryły, a obciążenie jest przenoszone poprzez obwodowe ścianki boczne modułu izolacyjnego. Możliwe jest jednak pozostawienie tej przestrzeni całkowicie pustej (tzw. poduszka powietrzna), o ile zapewnione

zostanie odpowiednie podparcie misy mielącej i przeniesienie obciążenia poprzez wypełnioną część struktury. Korpus ma kształt cylindryczny, ściany boczne i podstawę, w której ukształtowane jest gniazdo przyjmujące misę mielącą. W ścianie bocznej wbudowany jest moduł napełniania, przykładowo w postaci wycinka lejka z płaską podstawą. Moduł napełniania może mieć dodatkowo uchylne zamknięcie od góry. W celu dodatkowej redukcji kosztów produkcji naczynia kriostatycznego techniką druku 3D, należy zaprojektować bryłę naczynia w sposób umożliwiający wydruk jednofilamentowy na jednodyszowej drukarce 3D. Oznacza to, że należy zrezygnować z wszelkich detali o zbyt dużym kącie rozszerzania poza swoją podstawę, co wiązałoby się z koniecznością stosowania podpór z tego samego materiału lub podpór z materiału wodnorozpuszczalnego. Wydruk jednodyszowy jest szybszy i wymaga mniej skomplikowanego sprzętu. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania zostało przedstawione na rysunku Fig. 1, Fig. 5, Fig. 6, Fig. 9, Fig. 10.E, i zostało opisane szczegółowo w Przykładach 5–6.

Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego zostało opisane poniżej w przykładach wykonania i zastosowania. Wymiary zewnętrzne naczynia kriostatycznego zostały dopasowane do posiadanego laboratoryjnego młyna wibracyjnego TESTCHEM LNWS i posiadanych małych mis mielących o zewnętrznej średnicy podstawy 79 mm, wysokości całkowitej 41,5 mm i zewnętrznej średnicy nakrętki 88 mm (nie wyklucza to możliwości wytworzenia naczyń kriostatycznych dostosowanych do wymiarów innych młynów laboratoryjnych). Gniazdo młyna wibracyjnego TESTCHEM-S przyjmuje obiekty o średnicy podstawy 108 mm (z dwoma półkolistymi wybraniami o średnicy 10 mm) i wysokości 55 mm.

Przykład 1. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką klasycznej obróbki strąkowej ze stali 4H13 i ERTACETALU. Osobno wytworzono korpus (stal 4H13), moduł napełniania (stal 4H13) i moduł izolacyjny (ERTACETAL). Moduł izolacyjny wytworzono w taki sposób, aby ściśle spasował się z wypustem na podstawie korpusu. Korpus połączono z modulem napełniania z pomocą trzech śrub M3. Naczynie kriostatyczne ważyło około 750 g i miało następujące wymiary: średnica zewnętrzna przy podstawie 108 mm, średnica zewnętrzna szczytu kołnierza 110 mm, wysokość całkowita 46,5 mm, głębokość wewnętrzna 35 mm; wysokość podstawek 10 mm, prześwit pod dnem misy mielącej 4 mm, wysokość pustej przestrzeni w module izolacyjnym 2 mm, grubość modułu izolacyjnego 10,5 mm, wysokość wypustu korpusu do mocowania modułu izolacyjnego 6 mm, średnica lejka modułu napełniania 60 mm, wysokość lejka modułu napełniania 23 mm, szerokość szczytu kołnierza lejka modułu napełniania 59,8 mm. Objętość płaszcza chłodzącego powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego: ok. 115 ml. Całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego: średnica zewnętrzna 108 mm, wysokość 55 mm, co odpowiada wymiarowi gniazda młyna laboratoryjnego TESTCHEM LNWS. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano rocznym testom laboratoryjnym (mielenie reaktywnych próbek proszkowych w warunkach kriogenicznych), w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było wygodne w użytkowaniu, próbki były efektywnie

chłodzone, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4, Fig. 7 i Fig. 10.A.

Przykład 2. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką cyfrowej obróbki stratnej z polieteroeteroketonu (PEEK). Bryła naczynia kriostatycznego została stworzona w programie komputerowym poprzez połączenie brył wytworzonych w Przykładzie 1, z tym, że nie uwzględniono śrub mocujących moduł napelniania i wykonano zagłębienie o średnicy 88 mm od spodu na środku podstawy modułu izolacyjnego, tworząc w ten sposób pustą przestrzeń o grubości 4 mm. Naczynie kriostatyczne ważyło około 155 g i miało wymiary identyczne jak odpowiednie wymiary naczynia kriostatycznego wytworzonego w Przykładzie 1. Objętość płaszcza chłodzącego i całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego były identyczne jak w Przykładzie 1. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano testom laboratoryjnym, w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było lekkie i wygodne w użytkowaniu, próbki były efektywnie chłodzone, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie zachowało integralność konstrukcji i wszystkie detale. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 10.B.

Przykład 3. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką druku 3D na dwudyskowej drukarce 3D z wykorzystaniem konstrukcyjnego filamentu poliwęglanowego (PC) oraz podporowego filamentu wodnorozpuszczalnego poliwinylowego (PVA). Po wydruku, bryła została wmyta wodą w celu usunięcia podpór wodnorozpuszczalnych. Bryła naczynia kriostatycznego została stworzona w programie komputerowym poprzez połączenie brył wytworzonych w Przykładzie 1, z tym, że nie uwzględniono śrub mocujących moduł napelniania, a pustą przestrzeń modułu izolacyjnego o grubości 2 mm wypełniono pionowo zorientowaną strukturą heksagonalną o stopniu wypełnienia przestrzeni 10%. Naczynie kriostatyczne ważyło około 140 g i miało wymiary identyczne jak odpowiednie wymiary naczynia kriostatycznego wytworzonego w Przykładzie 1. Objętość płaszcza chłodzącego i całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego były identyczne jak w Przykładzie 1. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano dwuletnim testom laboratoryjnym, w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było lekkie i bardzo wygodne w użytkowaniu, próbki były efektywnie chłodzone, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie zachowało integralność konstrukcji oraz wszystkie detale. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 8 i Fig. 10.C.

Przykład 4. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką druku 3D na dwudyskowej drukarce 3D z wykorzystaniem konstrukcyjnego filamentu poliwęglanowego (PC) oraz podporowego filamentu wodnorozpuszczalnego poliwinylowego (PVA). Po wydruku, bryła została wmyta wodą w celu usunięcia podpór wodnorozpuszczalnych. Bryła naczynia kriostatycznego była identyczna jak w Przykładzie 2. Naczynie kriostatyczne ważyło około 140 g i miało wymiary identyczne jak odpowiednie wymiary naczynia kriostatycznego wytworzonego

w Przykładzie 2. Objętość płaszcza chłodzącego i całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego były identyczne jak w Przykładzie 2. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano testom laboratoryjnym, w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było lekkie i bardzo wygodne w użytkowaniu, próbki były efektywnie chłodzone, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie zachowało integralność konstrukcji oraz wszystkie detale. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 10.D.

Przykład 5. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką druku 3D na jednodyszowej drukarce 3D z wykorzystaniem konstrukcyjnego filamentu poliwęglanowego (PC). Bryła naczynia została zaprojektowana specjalnie pod kątem wytwarzania techniką druku 3D z wykorzystaniem jednego filamentu, ale jej ogólne założenia konstrukcyjne bazowały na naczyniu wytworzonym w Przykładzie 1. Wszystkie detale naczynia są możliwe do wydrukowania bez konieczności stosowania podpór, co znacząco skraca czas produkcji i postprodukcji, a także umożliwia wydruk dobrej jakości na standardowych drukarkach jednofilamentowych. Ponadto, naczynie zostało zaprojektowane w sposób maksymalizujący objętość płaszcza chłodzącego, przy jednoczesnej minimalizacji strat ciekłego azotu, co osiągnięto poprzez wprowadzenie uchylnej klapki zamykającej od góry moduł napełniania oraz poprzez zagięcie kołnierza korpusu do wewnątrz (w stronę ścian misy mielącej) minimalizując szerokość szczeliny do 1,5 mm. Pustą przestrzeń modułu izolacyjnego o grubości 2 mm wypełniono pionowo zorientowaną strukturą heksagonalną o stopniu wypełnienia przestrzeni 10%. Naczynie kriostatyczne ważyło około 150 g i miało następujące wymiary: średnica zewnętrzna przy podstawie 108 mm, średnica zewnętrzna szczytu kołnierza 108 mm, średnica wewnętrzna szczytu kołnierza 101 mm, wysokość całkowita 46,5 mm, głębokość wewnętrzna 40 mm; wysokość podstawek 10 mm, prześwit pod dnem misy mielącej 6 mm, wysokość pustej przestrzeni w module izolacyjnym 2 mm, średnica lejka modułu napełniania 60 mm, wysokość lejka modułu napełniania 44 mm, szerokość szczytu kołnierza lejka modułu napełniania 59,8 mm. Objętość płaszcza chłodzącego powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego ok. 140 ml. Całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego: średnica zewnętrzna 108 mm, wysokość 55 mm, co odpowiada wymiarowi gniazda młyna laboratoryjnego TESTCHEM LNW-s. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano testom laboratoryjnym (mielenie reaktywnych próbek proszkowych w warunkach kriogenicznych), w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było bardzo wygodne w użytkowaniu, próbki były bardzo efektywnie chłodzone, ciekły azot długo utrzymywał się wewnątrz płaszcza chłodzącego, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 1, Fig. 5, Fig. 9, Fig. 10.E.

Przykład 6. Naczynie kriostatyczne, według wynalazku, wykonano techniką druku 3D na jednodyszowej drukarce 3D z wykorzystaniem konstrukcyjnego filamentu poliwęglanowego (PC) jak w Przykładzie 5. Projekt bryły był identyczny jak w przykładzie 5, z tym, że pusta przestrzeń

modułu izolacyjnego o grubości 2 mm pozostała nie wypełniona strukturą heksagonalną, pozostawiając wewnątrz bryły tzw. poduszkę powietrzną. Struktura zachowała sztywność, ponieważ poduszka znajdowała się jedynie pod płaską częścią dna naczynia kriostatycznego, a obciążenie było przenoszone przez wypełnioną strukturę znajdującą się pod podporami misy mielącej. Naczynie kriostatyczne ważyło około 150 g i miało wymiary identyczne jak odpowiednie wymiary naczynia kriostatycznego wytworzonego w Przykładzie 5. Objętość płaszcza chłodzącego i całkowite wymiary układu powstałego po umieszczeniu misy mielącej wewnątrz naczynia kriostatycznego były identyczne jak w Przykładzie 5. Wytworzone naczynie kriostatyczne poddano testom laboratoryjnym (mielenie reaktywnych próbek proszkowych w warunkach kriogenicznych), w czasie których poprawnie spełniło ono swoją funkcję: naczynie było bardzo wygodne w użytkowaniu, próbki były bardzo efektywnie chłodzone, ciekły azot długo utrzymywał się wewnątrz płaszcza chłodzącego, a temperatura młyna laboratoryjnego praktycznie nie ulegała zmianie podczas chłodzenia próbek ciekłym azotem. Naczynie kriostatyczne w tym wariantcie wykonania przedstawiono na Fig. 6.

Zastrzeżenia patentowe

1. Naczynie kriostatyczne do misy mielącej młyna laboratoryjnego, otwarte od góry, posiadające ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą na czas chłodzenia i mielenia, tworzące wraz z misą półotwarty płaszcz chodzący w postaci przestrzeni pomiędzy zewnętrznymi ściankami i podstawą misy mielącej oraz wewnętrznymi ściankami i dnem naczynia kriostatycznego, otaczający misę mielącą z boków oraz od spodu, dostępny od góry dla ciekłego medium chłodzącego, **znamienny tym, że** składa się z korpusu zawierającego ściany boczne i ażurowe gniazdo przyjmujące misę mielącą, modułu izolacyjnego umieszczonego pod korpusem, mającego wewnątrz pustą przestrzeń efektywnie izolującą termicznie młyn laboratoryjny od korpusu naczynia kriostatycznego wypełnionego medium chłodzącym, a ponadto, ma moduł napełniania w postaci wypustu na ścianie bocznej, przykładowo o kształcie wycinka lejka, który to moduł jest otwarty od góry i ułatwia wprowadzanie medium chłodzącego do płaszcza chłodzącego, a także zwiększa jego efektywną pojemność, przy czym szczelina pomiędzy zewnętrznymi ściankami misy mielącej a wewnętrznymi ściankami naczynia kriostatycznego jest mniejsza niż 4 mm, korzystnie mniejsza niż 2 mm.
2. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 1, **znamiennie tym, że** moduł napełniania jest od góry zamknięty rozłączną, uchylną klapką.
3. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 1, **znamiennie tym, że** moduł izolacyjny jest wykonany z tworzywa sztucznego.
4. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 1, **znamiennie tym, że** jego korpus jest wykonany ze stali lub tworzywa sztucznego, korzystnie z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK).
5. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 4, **znamiennie tym, że** jego korpus jest zintegrowany z modulem izolacyjnym, a całość jest wykonana z jednego tworzywa sztucznego, korzystnie z poliwęglanu (PC) lub polieteroeteroketonu (PEEK).
6. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 1, **znamiennie tym, że** jest wykonane techniką druku 3D.
7. Naczynie kriostatyczne według zastrz. 1, **znamiennie tym, że** jest wykonane technikami stratnymi.

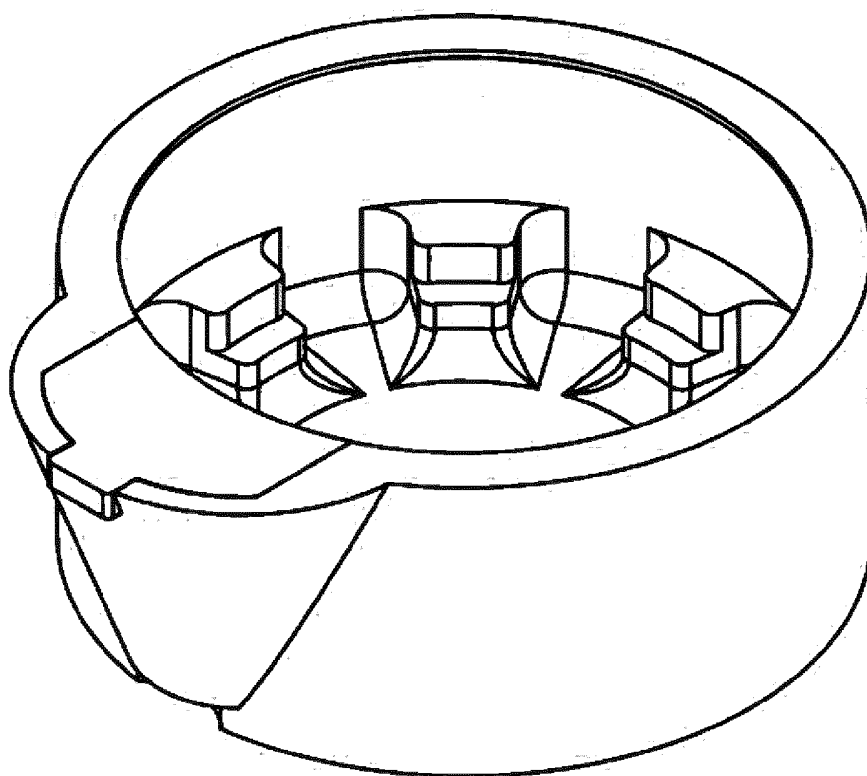


Fig. 1

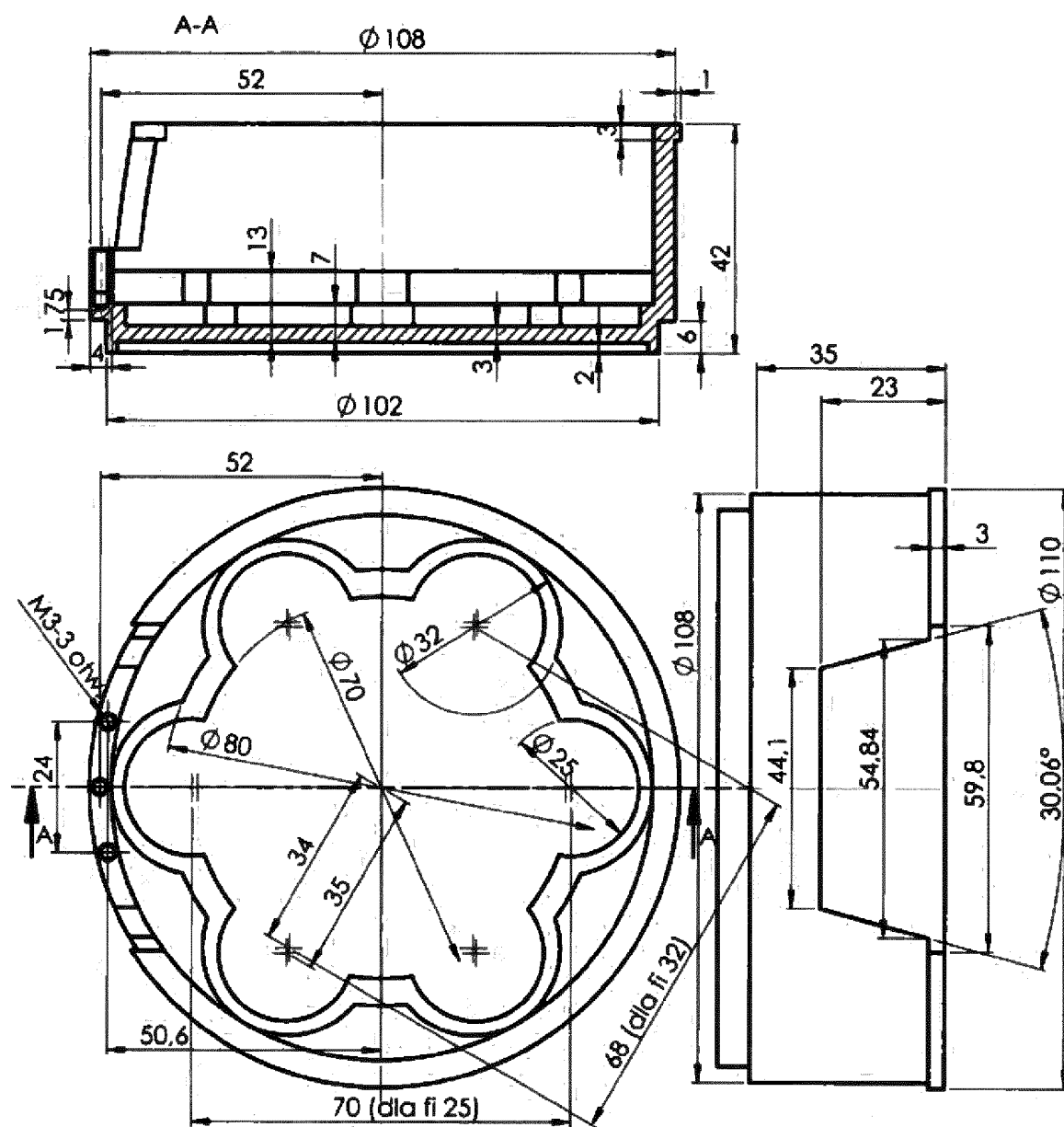


Fig. 2

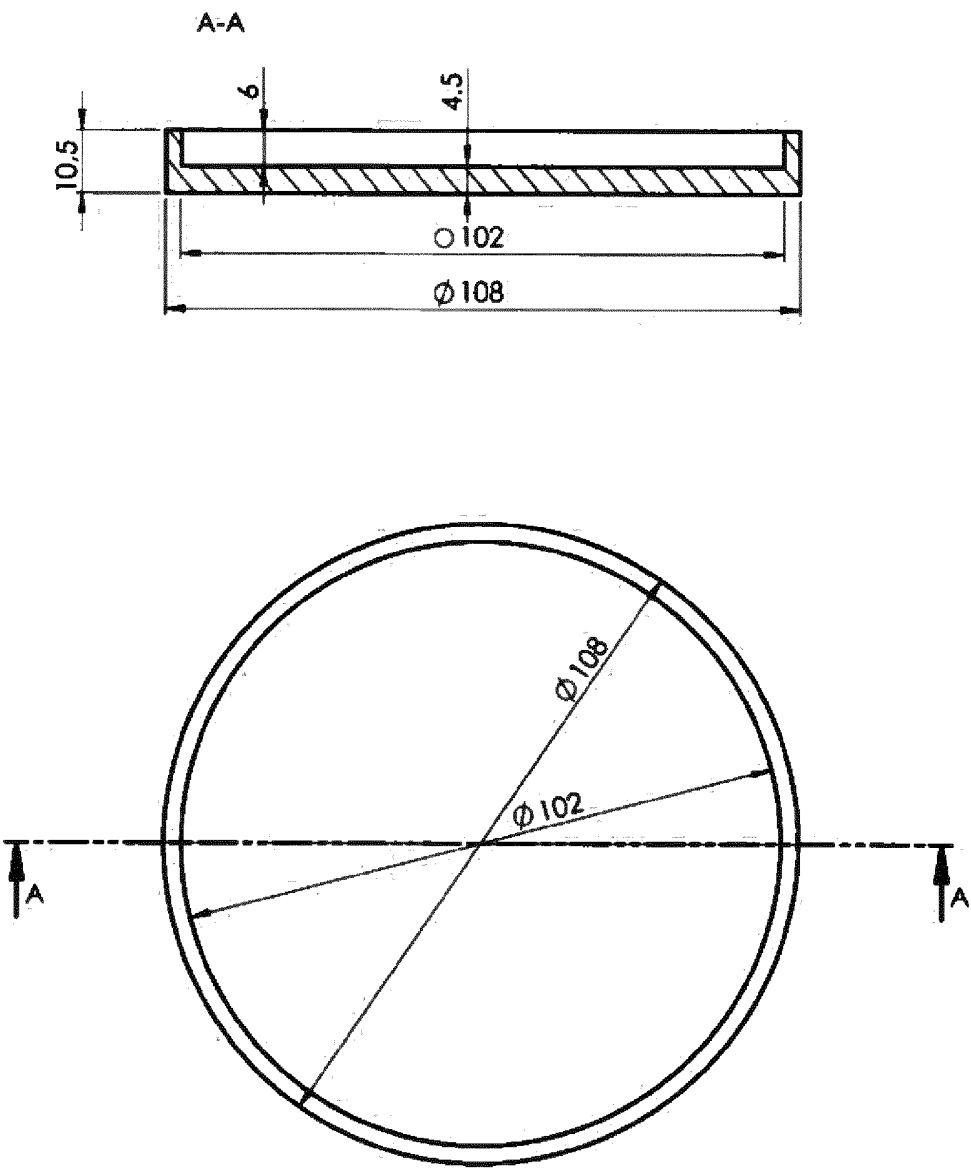


Fig. 3

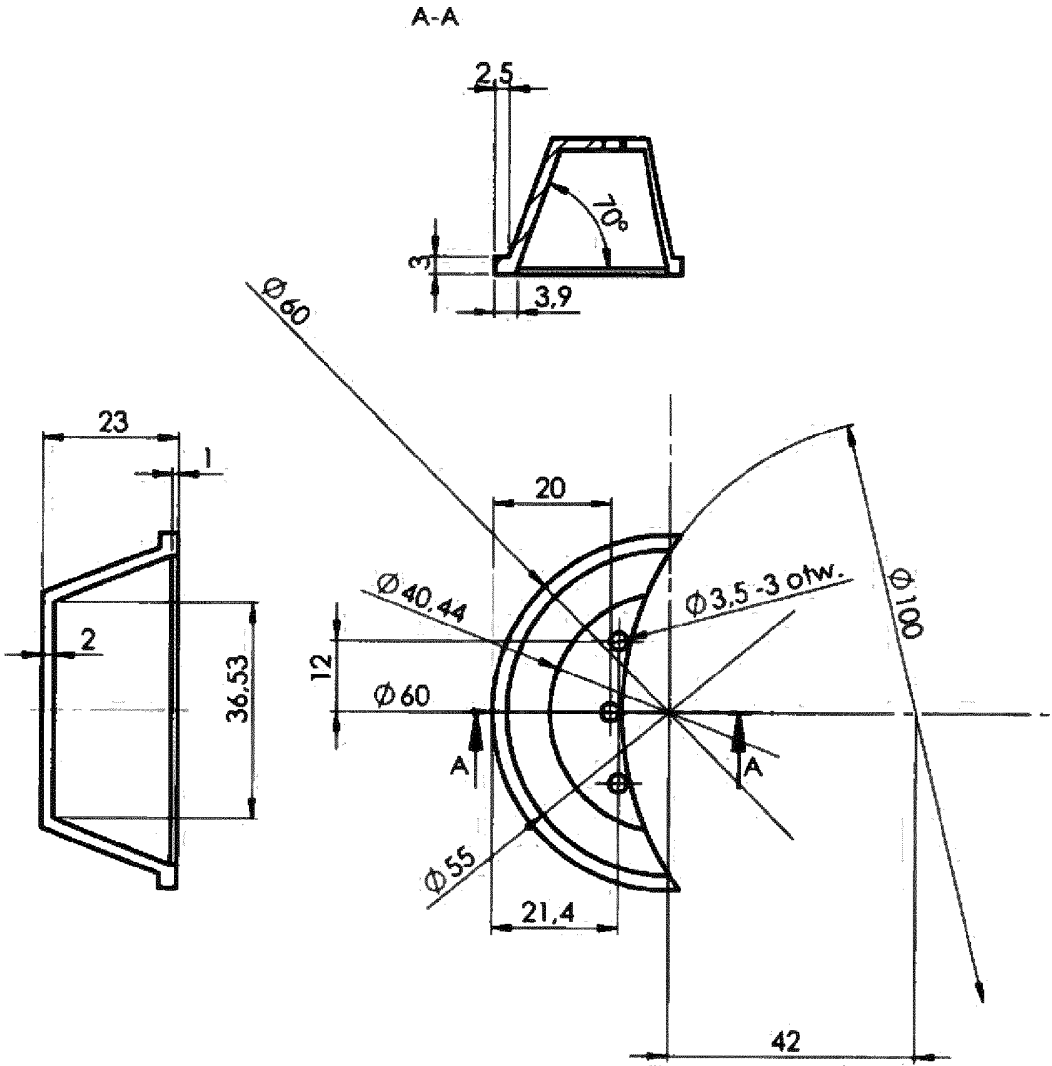


Fig. 4

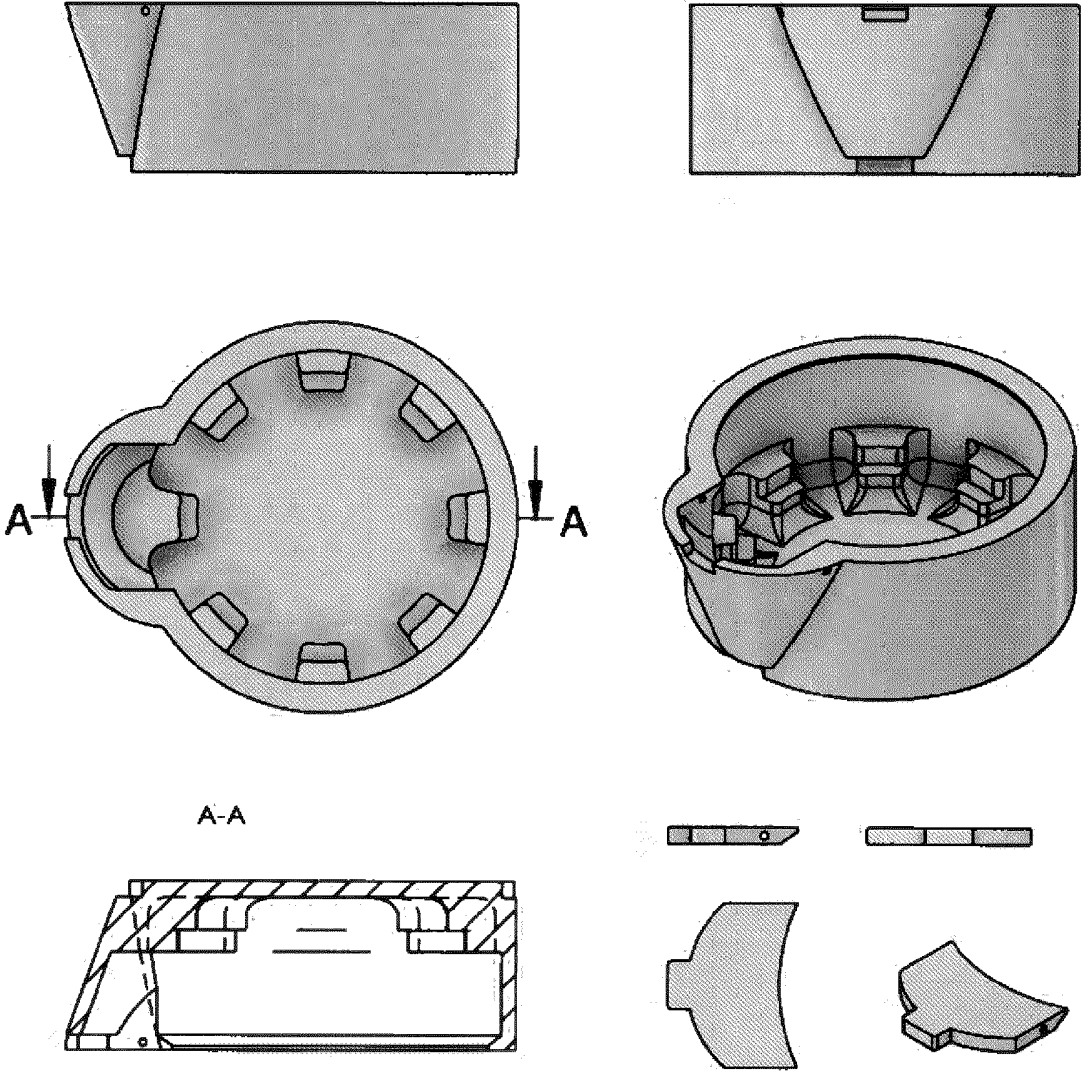


Fig. 5

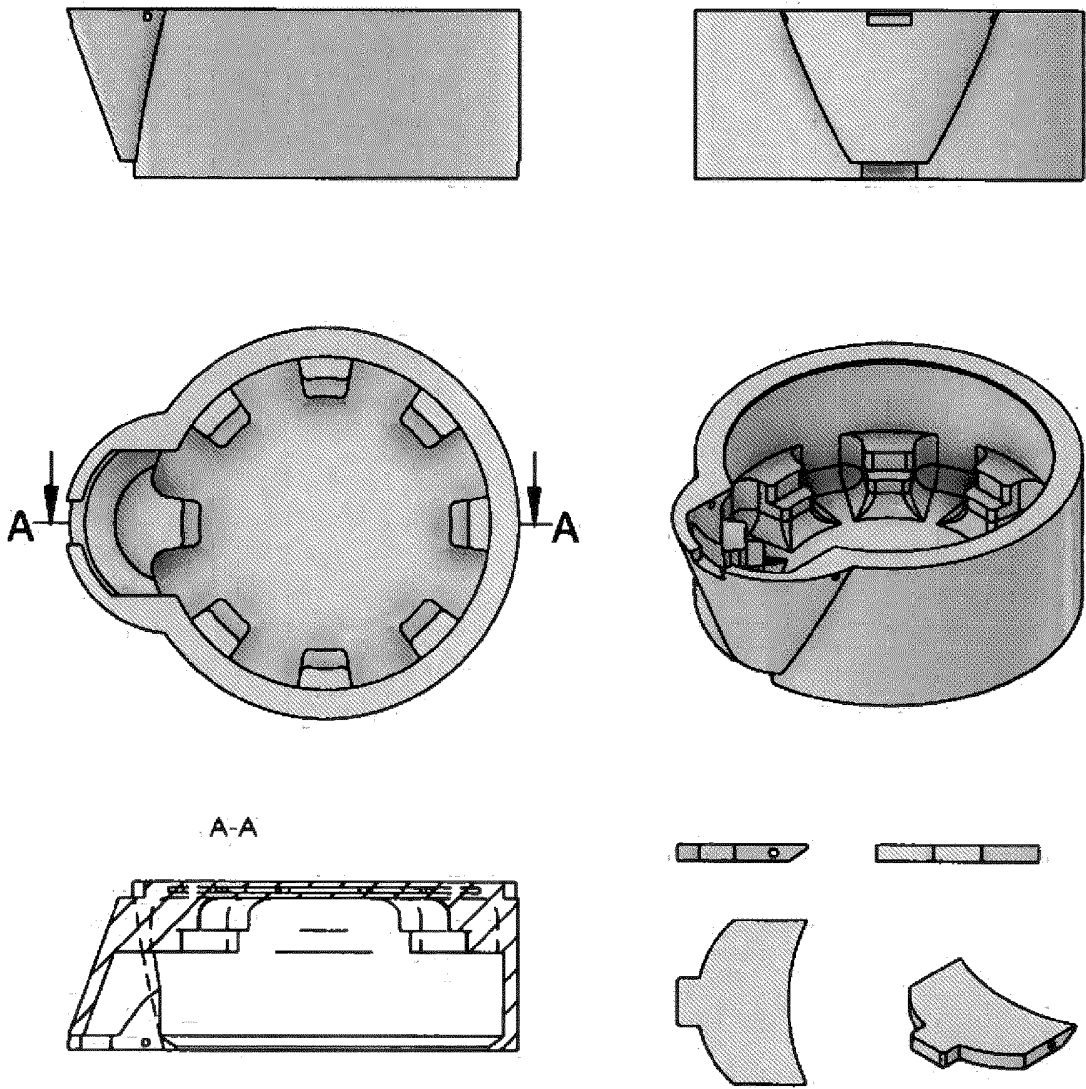


Fig. 6

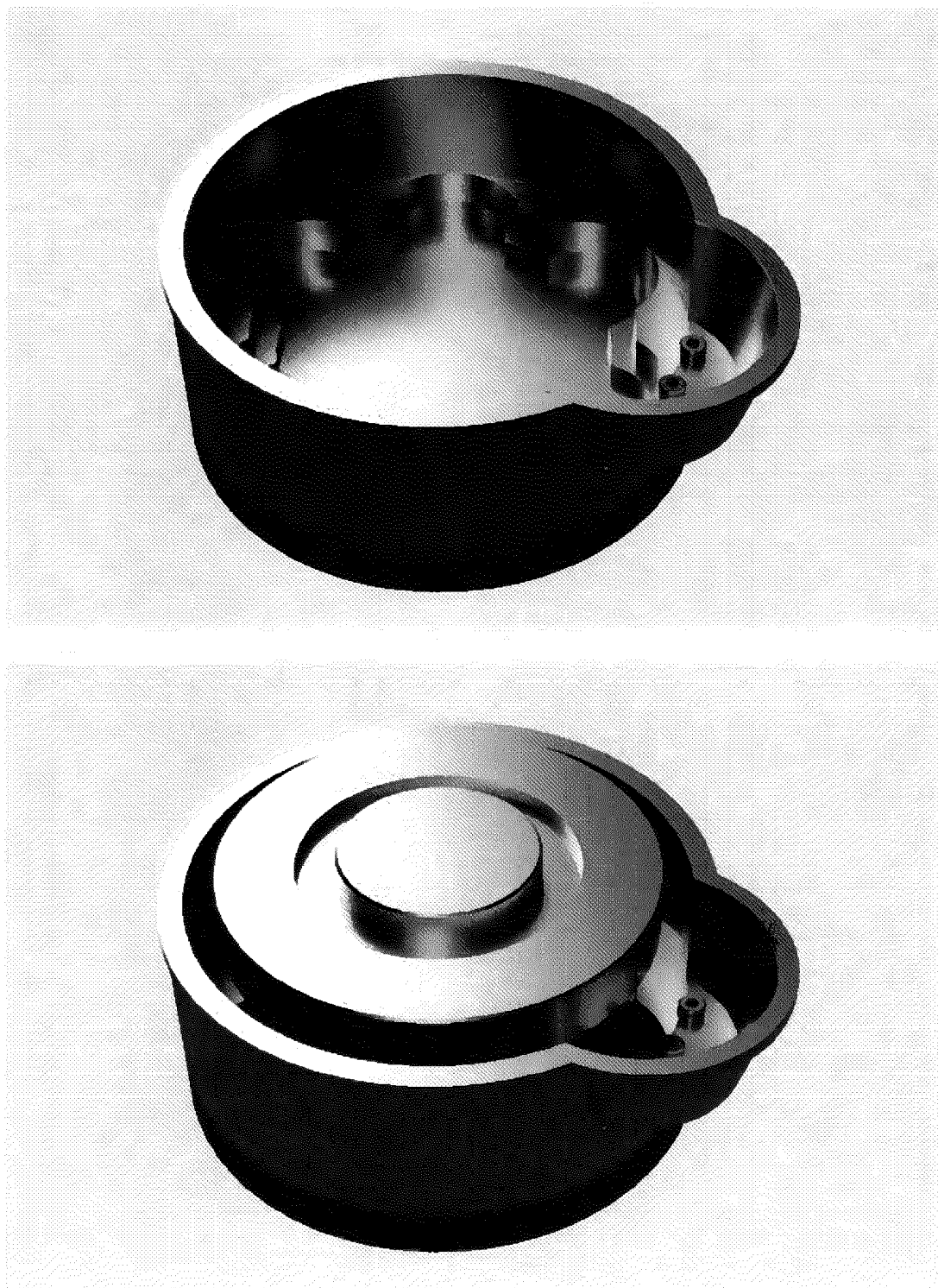


Fig. 7

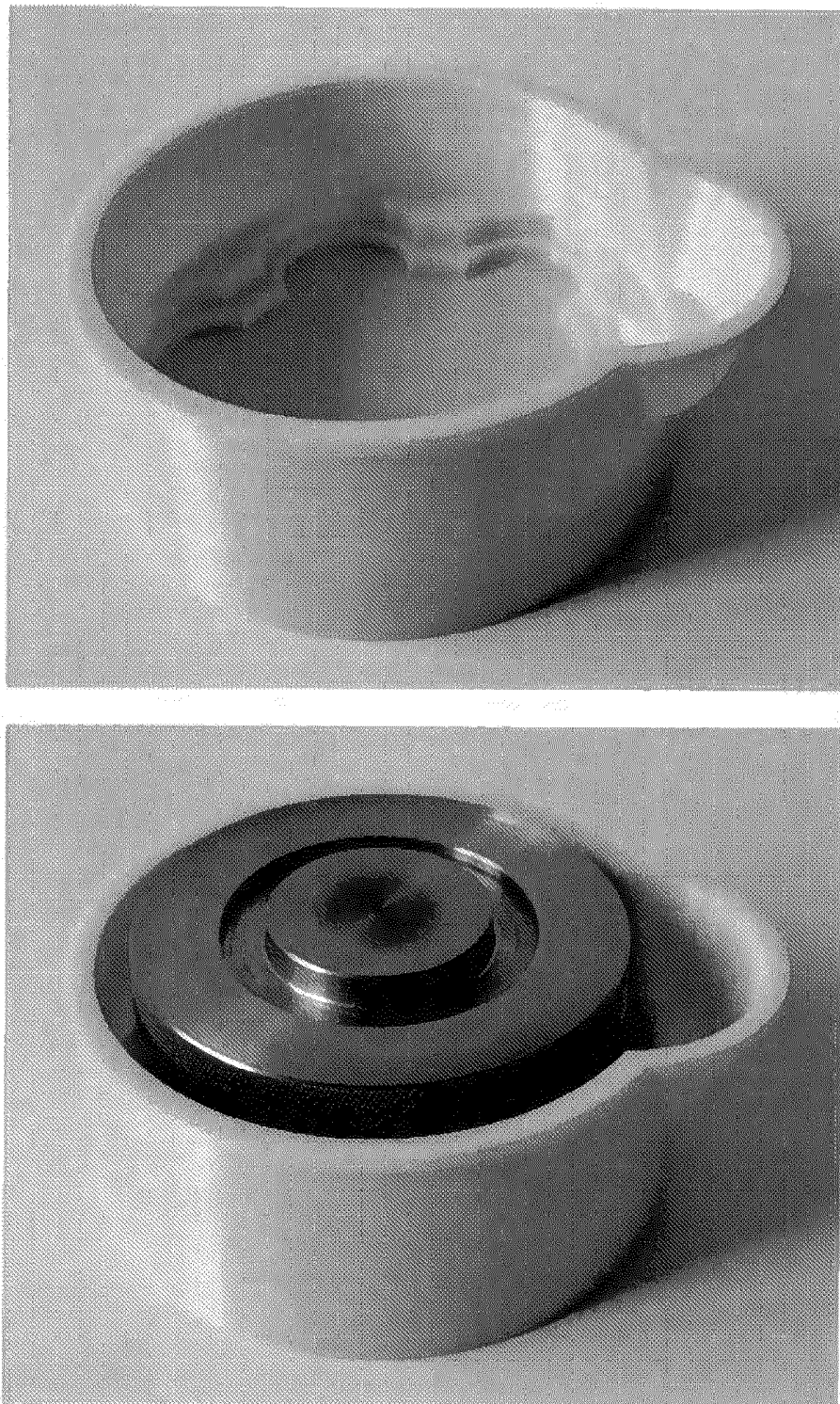


Fig. 8

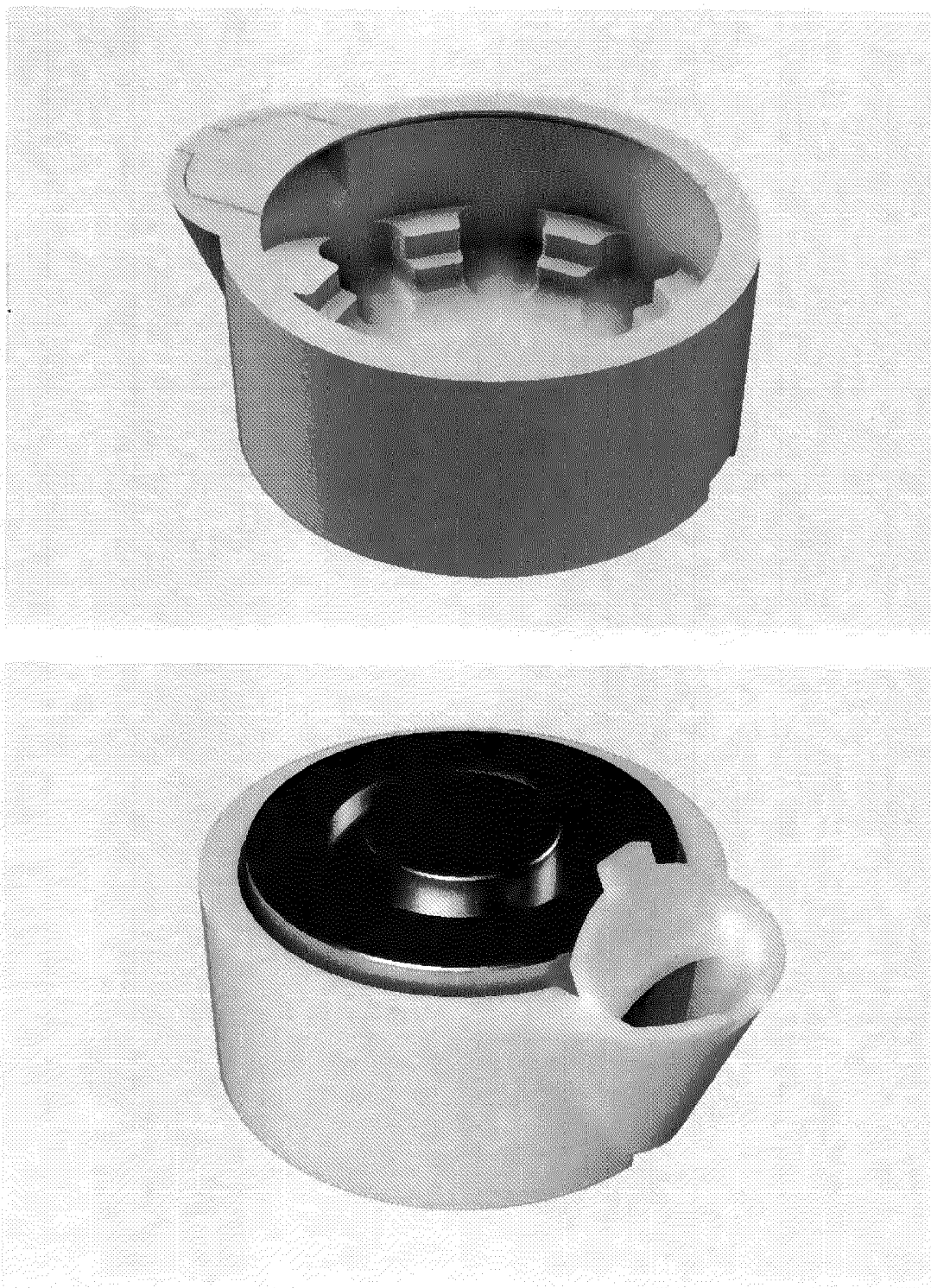


Fig. 9

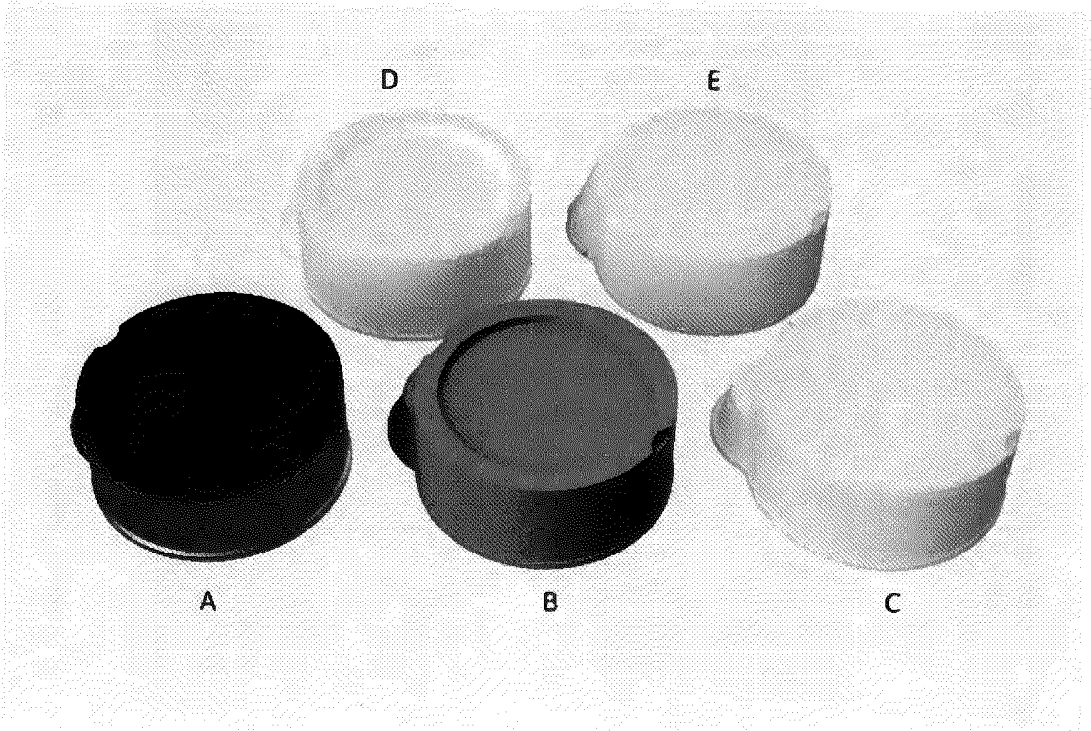
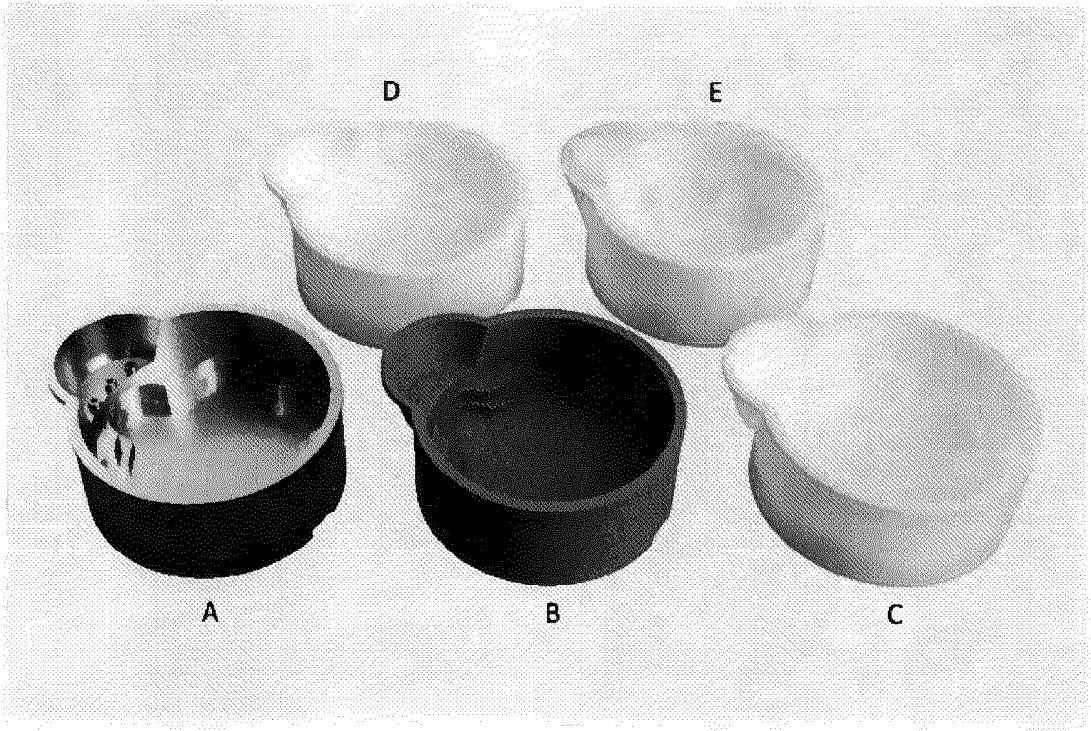


Fig. 10



URZĄD PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

al. Niepodległości 188/192
00-950 Warszawa, skr. poczt. 203
tel.: (+48) 22 579 05 55 | fax: (+48) 22 579 00 01
e-mail: kontakt@uprp.gov.pl | www.uprp.gov.pl

SPRAWOZDANIE O STANIE TECHNIKI ZGŁOSZENIA NR P.439377

Klasyfikacja zgłoszenia: B01L7/00 (2006.01), B02C19/18 (2006.01), B02C23/00 (2006.01)		
Poszukiwania prowadzone w klasach: B01L7/00, B02C19/18, B02C23/00, CPC: B01L7/50, B02C19/186, B02C17/1815		
Bazy komputerowe, w których prowadzono poszukiwania: Espacenet, EpoqueNet, Bazy UPRP, Internet		
Kategoria dokumentu	Dokumenty – z podaną identyfikacją	Odniesienie do zastrz.
A	PL411790 A1 (UNIwersytet Warszawski, Warszawa, PL), 10.10.2016, CAŁY DOKUMENT	1 - 7
A	US2009194616A1• (SUPER TALENT ELECTRONICS INC [US]), 06.08.2009, CAŁY DOKUMENT	1 - 7
A	EP0584712A1• (DEBIO RECH PHARMA SA [CH]), 02.03.1994, CAŁY DOKUMENT	1 - 7
☐ Dalszy ciąg wykazu dokumentów na następnej stronie		
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.		

Sprawozdanie wykonał/-a: mgr inż. Renata Nowik

data 21.03.2022r.

Ekspert

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

Uwagi do zgłoszenia
Sprawozdanie zostało wykonane w oparciu o wersję zastrzeżeń patentowych z 29.10.2021 r.