

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

304 598

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

G01N 21/63 (2006.01)
G01N 21/00 (2006.01)
G01J 3/28 (2006.01)
G01J 3/443 (2006.01)
G01N 21/01 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2013-771**
(22) Přihlášeno: **03.10.2013**
(40) Zveřejněno: **23.07.2014**
(Věstník č. 30/2014)
(47) Uděleno: **11.06.2014**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **23.07.2014**
(Věstník č. 30/2014)

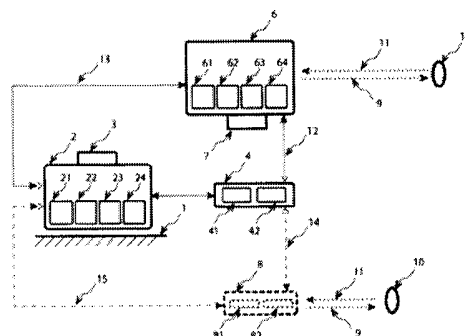
(56) Relevantní dokumenty:

WO 2009138399 A; US 2012038908 A.; US 2011080577 A.; US 2010171951 A.

(73) Majitel patentu:
Vysoké učení technické v Brně, Brno, CZ

(72) Původce:
Ing. Jan Novotný, Ph.D., Bílovice nad Svitavou, CZ
doc. Ing. Jozef Kaiser, Ph.D., Kuřim, CZ
Mgr. Bc. Jan Proček, Brno - Královo Pole, CZ
Ing. Michal Brada, Krnov - Pod Bezručovým
vrchem, CZ
Bc. Michal Petrilak, Brno - Černá Pole, CZ
prof. Ing. Ivan Křupka, Ph.D., Brno, CZ

(74) Zástupce:
Ing. Petr Soukup, Vídeňská 8, 772 00 Olomouc



(54) Název vynálezu:
**Modulární zařízení pro dálkovou
chemickou materiálovou analýzu**

(57) Anotace:
Modulární zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu se základním funkčním uzlem tvořeným transportním modulem (2), který je jednak opatřen mobilní rámovou konstrukcí osazenou minimálně napájecím zdrojem (21) laseru, detekční soustavou (22), určenou pro rozklad záření plazmatu dle vlnové délky a jeho záznam, ovládacím a vyhodnocovacím blokem (23) ve formě PC počítače a blokem (24) řídicí elektroniky, a jednak je propojen s laserovým modulem (4) obsahujícím laserovou hlavu (41), sloužící jako zdroj laserových pulzů, kde podstata řešení spočívá v tom, že laserový modul (4) je vybaven směrovačem (42) pro umožnění volitelného směrování laserových pulzů buď do dálkového modulu (6) při provádění analýzy metodou „Stand-Off LIBS“, anebo do vláknového modulu (8) při provádění analýzy metodou „Remote LIBS“.

Modulární zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu

Oblast techniky

5

Vynález se týká konstrukce modulárního zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu prováděnou metodou spektroskopie laserem buzeného plazmatu.

10 Dosavadní stav techniky

Jedna z metod používaných pro chemickou materiálovou analýzu je spektroskopie laserem buzeného plazmatu, označovaná zkratkou LIBS (Laser-Induced Breakdown Spectroscopy), která je založena na principech atomové emisní spektroskopie AES (Atomic Emission Spectroscopy). Pro
15 určení prvkového složení využívá spektrální analýzy záření plazmatu, jež je na povrchu vzorku vytvořeno zaostřeným laserovým pulsem. Ostré emisní čáry ve spektru signalizují přítomnost odpovídajících prvků v materiálu vzorku, přičemž detekční limity se pohybují až v řádu jednotek ppm. Obliba používání této metody je dána výhodami, které nabízí v porovnání s ostatními technikami chemické materiálové analýzy. Jde především o schopnost analyzovat vzorky všech skupenství a velikosti bez jakékoli speciální přípravy, přičemž výsledky měření jsou k dispozici
20 prakticky v reálném čase. Základní principy této metody jsou popsány např. v publikaci *RADZI-EMSKI, L. J. CREMERS, D. Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy. John Wiley & Sons. 2006. 283 p. ISBN 0-470-09299-8.*

Obecně je aparatura pro analýzu metodami LIBS složena z pulzního laseru pro vybuzení plazmatu na povrchu vzorku, optické soustavy pro zaostření laserového pulzu, optické soustavy pro sběr
25 záření plazmatu, detekční soustavy pro rozklad záření plazmatu dle vlnové délky a jeho záznam, zařízení pro synchronizaci pulzního laseru a detekční soustavy. Princip, využívající elektromagnetické záření jakožto nositele energie i signálu, umožňuje modifikaci metody LIPS pro dálkovou
30 analýzu v mimo-laboratorních podmínkách. Lze tak podrobit analýze i objekty, pro něž by klasický řetězec procedur, tj. odběr vzorku a transport vzorku, byl obtížně či nebezpečně realizovatelný nebo by z mnoha dalších důvodů postrádal smyslu.

Systémy pro dálkovou analýzu metodou LIBS lze rozdělit do dvou skupin. První z nich využívá
35 k přenosu elektromagnetického záření optických vláken a je nazývána „Remote LIBS“, druhá pak využívá k přenosu elektromagnetického záření přímé viditelnosti vzorku a je nazývána „Stand-Off LIBS“. Analýza metodou „Remote LIBS“ se vyznačuje menšími ablačními krátery a možnostmi analyzovat vzorky, které nejsou přímo viditelné, ale lze se k nim přiblížit na dosah optického vlákna. Analýza metodou „Stand-Off LIBS“ nabízí možnost použít prakticky neomezeně
40 vysokých energií, a tím zvýšit detekční limity prvků s nízkou koncentrací. Je schopná podrobit analýze vzorky, které nejsou v dosahu optického vlákna jen na základě přímé viditelnosti. Nevýhodami pak jsou celkově nižší hodnoty získaného signálu v poměru k šumu a současně řádově větší velikost ablačního kráteru, což je například popsáno v publikaci *FORTES, F. J.; LASERNA, J. J. The development of fieldable laser-induced breakdown spectrometer: No limits on the horizon. Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy. 2010, vol. 65, no. 12, p. 975-990.* Přestože se obě metody svým principem a přednostmi vhodně doplňují, není známo zařízení, které by obě varianty jednoduše kombinovalo a tak rozšířilo své pole působnosti.

Jsou známa zařízení dle spisu US 7 092 087, v němž je popisována konkrétní aplikace zařízení
50 LIBS se schopností detekovat rakovinu ve vzorku, a spisu US 2003/0 147 072, kde je popisována konkrétní aplikace zařízení LIBS se schopností detekovat radioaktivní kontaminaci. Konstrukce těchto zařízení, tak jak je popsána, neumožňuje analýzu oběma metodami, tj. „Stand-Off LIBS“ a „Remote LIBS“, a neobsahují směrovač laserového pulzu, který by umožňoval směřovat laserový pulz tak, že by bylo možné pro tyto metody využít společný zdroj laserového pulzu.

55

Ve spise US 8 125 627 je pak popisováno zařízení, umožňující provádět analýzu metodou „Stand-Off LIBS“, ale není navrženo jako modulární. Neobsahuje prvky umožňující analýzu metodou „Remote LIBS“ a ani směrovač laserového pulzu, který by umožňoval směřovat laserový pulz tak, že by bylo možné využít společný zdroj laserového pulzu pro analýzu metodou Stand-Off LIBS“ nebo „Remote LIBS“. Zařízení je vybaveno sekundárním laserem, Ramanovým spektroskopem a jinými speciálními komponentami, což má za následek jeho konstrukční složitost a zvýšené nároky na jeho pořízení. Ve spisech US 2011/080 577 a US 2012/062 874 jsou popisována zařízení s použitím dvou detektorů, z nichž alespoň jeden z nich detekuje Ramanovské spektrum, což má rovněž za následek složitější konstrukci a nemožnost použití zařízení jako modulárního celku pro LIBS analýzu oběma metodami.

Úkolem předkládaného vynálezu je představit nové zařízení, jehož konstrukce díky svému modulárnímu uspořádání umožňuje kombinovat měření metodou „Stand-Off LIBS“ nebo „Remote LIBS“, a to díky konstrukci směrovače, který směřuje laserový pulz, umožňuje pro obě metody měření využít společný zdroj laserového svazku.

Podstata vynálezu

Stanoveného cíle je dosaženo vynálezem, kterým je modulární zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu se základním funkčním uzlem tvořeným transportním modulem, který je jednak opatřen mobilní rámovou konstrukcí osazenou minimálně napájecím zdrojem laseru, detekční soustavou, určenou pro rozklad záření plazmatu dle vlnové délky a jeho záznam, ovládacím a vyhodnocovacím blokem ve formě PC počítače a blokem řídicí elektroniky, a jednak je propojen s laserovým modulem obsahujícím laserovou hlavu, sloužící jako zdroj laserových pulzů. Podstatou vynálezu je, že laserový modul je vybaven směrovačem pro umožnění volitelného směřování laserových pulzů buď do dálkového modulu při provádění analýzy metodou „Stand-Off LIBS“, anebo do vlákenného modulu při provádění analýzy metodou „Remote LIBS“.

Ve výhodném provedení zařízení je laserový modul vybaven fixačními prvky pro variantní rozebíratelné připevnění buď k rámové konstrukci transportního modulu, anebo do dálkového modulu.

Pro využití při analýze metodou „Stand-Off LIBS“ při přímé viditelnosti vzorku z transportního modulu je dálkový modul tvořen minimálně dálkovou primární optickou soustavou, určenou pro zaostření laserových pulzů na vzorek, dálkovou sekundární optickou soustavou, určenou pro sběr emitovaného elektromagnetického záření, náhledovou kamerou a sestavou dálkoměru, přičemž s laserovým modulem je dálkový modul rozpojitelně propojen pomocí spojovacího prvku pro vedení laserových pulzů, a s transportním modulem pomocí dálkového sběrného kabelu pro vedení elektromagnetické záření.

V optimálním provedení zařízení je pro možnost ustavení či rozebíratelného ustavení na rámové konstrukci transportního modulu dálkový modul vybaven spojovacím členem, přičemž je transportní modul opatřen tvarově a rozměrově odpovídající upínací základnou.

Dále je výhodné, když vláknový modul pro využití zařízení při analýze metodou „Remote LIBS“ sestává z vláknové primární optické soustavy, určené pro zaostření laserového pulzu, a z vláknové sekundární optické soustavy, určené pro sběr emitovaného elektromagnetického záření, přičemž je s laserovým modulem vláknový modul rozpojitelně propojen optickým kabelem pro vedení laserových pulzů a s transportním modulem pomocí vláknového sběrného kabelu pro vedení elektromagnetického záření.

Předkládaným vynálezem se dosahuje nového a vyššího účinku v tom, že pomocí konstrukčních členů, umožňujících spojení a rozpojení transportního modulu a dálkového či vláknového modulu bez použití nástrojů, umožňuje zařízení kombinovat obě dálkové varianty „Remote LIBS“ a

„Stand-Off LIBS“, a tím na rozdíl od existujících řešení umožňuje dálkovou analýzu objektů na základě přímé viditelnosti a současně analýzu těžko dostupných objektů pomocí vláknové detekční sondy. Přitom za tímto účelem může být zařízení v závislosti na plánované aplikaci jednoduše osazeno samostatně modulem pro „Stand-Off LIBS“, modulem pro „Remote LIBS“, či oběma současně. Zařízení dále umožňuje využití společného zdroje laserového svazku pro obě metody chemické analýzy, čímž snižuje hmotnost přístroje a jeho výrobní náklady, a jeho modularita poskytuje uživateli možnost dopravit na místo analýzy pouze některý z modulů, což snižuje požadavky na přepravní kapacity.

Přehled obrázků na výkresech

Konkrétní provedení vynálezu je schematicky znázorněno na připojených výkresech, kde

obr. 1 znázorňuje celkové blokové schéma zařízení se znázorněním možného připojení funkčních modulů pro realizaci metody „Stand-Off LIBS“ i realizaci metody „Remote LIBS“ a jejich vzájemné vazby,

obr. 2 znázorňuje konfiguraci zařízení s dálkovým modulem pro realizaci metody „Stand-Off LIBS“ ve formě zjednodušeného blokového schématu a

obr. 3 znázorňuje konfiguraci zařízení s vláknovým modulem pro realizaci metody „Remote LIBS“ rovněž ve formě zjednodušeného blokového schématu.

Výkresy, které znázorňují vynález a následně popsané příklady konkrétních provedení v žádném případě neomezuji rozsah ochrany uvedený v definici, ale jen objasňují podstatu vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Základním funkčním uzlem předmětného modulárního zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu je transportní modul 2 tvořený blíže neznázorněnou rámovou konstrukcí, která je opatřena rovněž neznázorněnými pojezdovými prostředky, například kolečky, umožňujícími jeho pohyb po povrchu 1 v libovolném směru, a případně stabilizačními patkami pro zajištění pevné polohy transportního modulu 2 na zvoleném místě tohoto povrchu 1. Transportní modul 2 je osazen vzájemně propojenými základními funkčními členy nutnými pro zajištění realizace dálkové chemické analýzy, a to minimálně napájecím zdrojem 21 laseru, detekční soustavou 22 pro rozklad záření plazmatu dle vlnové délky a jeho záznam, ovládacím a vyhodnocovacím blokem 23 ve formě PC počítače a blokem 24 řídicí elektroniky, jak je znázorněno na obr. 1. Transportní modul 2 je kabelově propojen s laserovým modulem 4 sestávajícím z laserové hlavy 41, sloužící jako zdroj laserových pulzů, a ze směrovače 42 opatřeného neznázorněnými standardními funkčními prvky, umožňujícími směrování laserových pulzů buď do dálkového modulu 6, anebo do vláknového modulu 8. Laserový modul 4 je dále vybaven blíže nespecifikovanými fixačními prvky ve formě úchytů, umožňující v závislosti na volbě měřicí metody „Stand-Off LIBS“ nebo „Remote LIBS“ jeho variantní rozebiratelné připevnění neznázorněnými fixačními prvky buď v rámové konstrukci transportního modulu 2, anebo do dálkového modulu 6, jak je znázorněno na obr. 2 a obr. 3.

Dálkový modul 6 pro využití při analýze metodou „Stand-Off LIBS“ při přímé viditelnosti vzorku 10 z transportního modulu 2 je tvořen minimálně dálkovou primární optickou soustavou 61, určenou pro zaostření laserových pulzů 9 na vzorek 10, dálkovou sekundární optickou soustavou 62, obsahující neznázorněný reflexní teleskop a určenou pro sběr emitovaného elektromagnetického záření 11, náhledovou kamerou 63 a sestavou dálkoměru 64, čímž je umožněno zaostřit a směřovat laserové pulzy 9 na povrchu vzorku 10 a zároveň sbírat vzniklé elektromagnetické záření 11 emitované plazmatem. S laserovým modulem 4 je dálkový modul 6 rozpojitelně propojen pomocí spojovacího prvku 12, vedoucího laserové pulzy 9, a s transportním modulem 2 pomocí

dálkového sběrného kabelu 13 vedoucího elektromagnetické záření 11. Pro možnost ustavení či rozebíratelného ustavení na rámové konstrukci transportního modulu 2 je dálkový modul 6 vybaven spojovacím členem 7, přičemž transportní modul 2 je opatřen tvarově a rozměrově odpovídající upínací základnou 3.

Vláknový modul 8 pro využití zařízení při analýze metodou „Remote LIBS“ sestává z vláknové primární optické soustavy 81, určené pro zaostření laserového pulzu 9 a vláknové sekundární optické soustavy 82 určené pro sběr emitovaného elektromagnetického záření 11, čímž stejně jako dálkový modul 6 umožňuje zaostřit a směřovat laserové pulzy 9 na povrchu vzorku 10 a zároveň sbírat vzniklé elektromagnetické záření 11 emitované plazmatem. S laserovým modulem 4 je vláknový modul 8 rozpojitelně propojen optickým kabelem 14, vedoucím laserové pulzy 9 a s transportním modulem 2 pomocí vláknového sběrného kabelu 15, vedoucího elektromagnetického záření 11.

Při použití modulárního zařízení pro analýzu metodu „Stand-Off LIBS“ se laserový modul 4 umístí do dálkového modulu 6, jenž se ustaví na rámové konstrukci transportního modulu 2 pomocí spojovacího členu 7 a upínací základny 3. Pomocí ovládacího a vyhodnocovacího bloku 23 se přes směrovač 42 laserového modulu 4 vedou laserové pulzy z laserové hlavy 41 přes dálkovou primární optickou soustavu 61 nakonfigurovaného dálkového modulu 6 k povrchu zkoumaného vzorku 10. Elektromagnetické záření 11 emitované vytvořeným plazmatem je sbíráno dálkovou sekundární optickou soustavou 62 a dále směřováno do detekční soustavy 22 transportního modulu 2, pomocí jehož funkčních členů a vyhodnocovacího bloku 23 se vyhodnocuje spektrální charakteristika záření 11.

Při použití modulárního zařízení pro analýzu metodu „Remote LIBS“ se laserový modul 4 umístí do transportního modulu 2. Vláknový modul 8 se pomocí optického kabelu 14 a vláknového sběrného kabelu 15 připojí k transportnímu modulu 2 a k laserovému modulu 4. Pomocí ovládacího a vyhodnocovacího bloku 23 se pomocí směrovače 42 laserového modulu 4 vedou laserové pulzy z laserové hlavy 41 přes vláknovou primární optickou soustavu 81 nakonfigurovaného vláknového modulu 8 k povrchu zkoumaného vzorku 10. Elektromagnetické záření 11 emitované vytvořeným plazmatem je sbíráno vláknovou sekundární optickou soustavou 82 a dále směřováno do detekční soustavy 22 transportního modulu 2, pomocí jehož funkčních členů a vyhodnocovacího bloku 23 se vyhodnocuje spektrální charakteristika záření 11.

Průmyslová využitelnost

Modulární zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu dle předkládaného vynálezu je využitelné v řadě odvětví vědy a průmyslu, například při kontrole kvality a kontaminace materiálů v ocelářském průmyslu a v energetice, při diagnostice životního prostředí, detekci těžkých kovů v biologických vzorcích, detekci nerostů a minerálů v geologii, prvkové analýze ve vesmírném výzkumu nebo v civilní obraně pro detekci látek při zamoření prostředí.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Modulární zařízení pro dálkovou chemickou materiálovou analýzu se základním funkčním uzlem tvořeným transportním modulem (2), který je jednak opatřen mobilní rámovou konstrukcí osazenou minimálně napájecím zdrojem (21) laseru, detekční soustavou (22), určenou pro rozklad záření plazmatu podle vlnové délky a jeho záznam, ovládacím a vyhodnocovacím blokem (23) ve formě PC počítače a blokem (24) řídicí elektroniky, a jednak je propojen s laserovým modulem (4) obsahujícím laserovou hlavu (41), sloužící jako zdroj laserových pulzů, v y z n a -

č u j í c í s e t í m, že laserový modul (4) je vybaven směrovačem (42) pro umožnění volitelného směrování laserových pulzů buď do dálkového modulu (6) při provádění analýzy metodou „Stand-Off LIBS“, anebo do vláknového modulu (8) při provádění analýzy metodou „Remote LIBS“.

5

2. Modulární zařízení podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že laserový modul (4) je vybaven fixačními prvky pro variantní rozebíratelné připevnění buď k rámové konstrukci transportního modulu (2), anebo do dálkového modulu (6).

10

3. Modulární zařízení podle nároků 1 a 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že dálkový modul (6) pro využití při analýze metodou „Stand-Off LIBS“ při přímé viditelnosti vzorku (10) z transportního modulu (2) je tvořen minimálně dálkovou primární optickou soustavou (61), určenou pro zaostření laserových pulzů (9) na vzorek (10), dálkovou sekundární optickou soustavou (62), určenou pro sběr emitovaného elektromagnetického záření (11), náhledovou kamerou (63) a soustavou dálkoměru (64).

15

4. Modulární zařízení podle nároku 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že s laserovým modulem (4) je dálkový modul (6) rozpojitelně propojen pomocí spojovacího prvku (12) pro vedení laserových pulzů (9), a s transportním modulem (2) pomocí dálkového sběrného kabelu (13) pro vedení elektromagnetického záření (11).

20

5. Modulární zařízení podle nároku 3 nebo 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že pro možnost ustavení či rozebíratelného ustavení na rámové konstrukci transportního modulu (2) je dálkový modul (6) vybaven spojovacím členem (7), přičemž je transportní modul (2) opatřen tvarově a rozměrově odpovídající upínací základnou (3).

25

6. Modulární zařízení podle nároků 1 a 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že vláknový modul (8) pro využití zařízení při analýze metodou „Remote LIBS“ sestává z vláknové primární optické soustavy (81), určené pro zaostření laserového pulzu (9), a z vláknové sekundární optické soustavy (82), určené pro sběr emitovaného elektromagnetického záření (11).

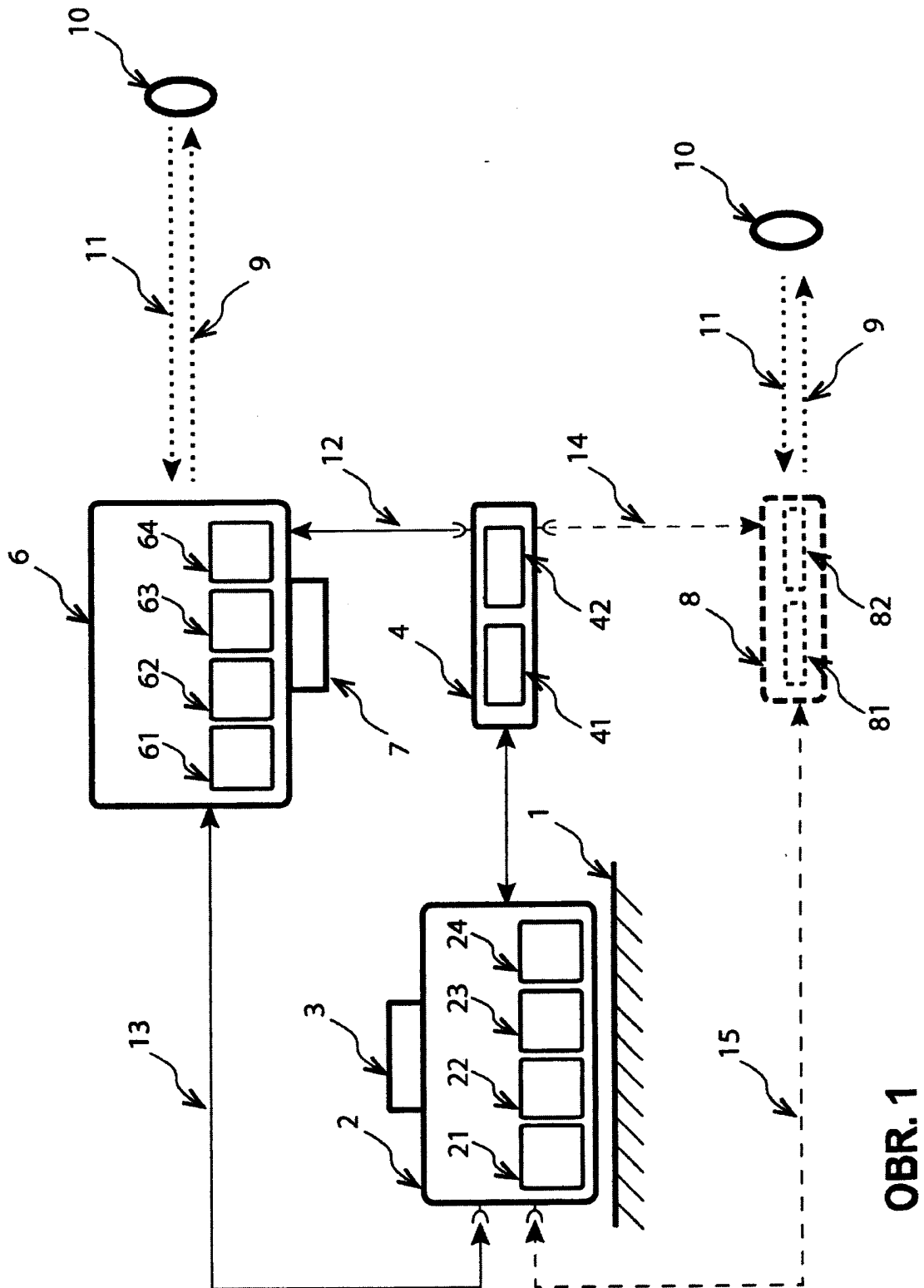
30

7. Modulární zařízení podle nároku 6, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že s laserovým modulem (4) je vláknový modul (8) rozpojitelně propojen optickým kabelem (14) pro vedení laserových pulzů (9) a s transportním modulem (2) pomocí vláknového sběrného kabelu (15) pro vedení elektromagnetického záření (11).

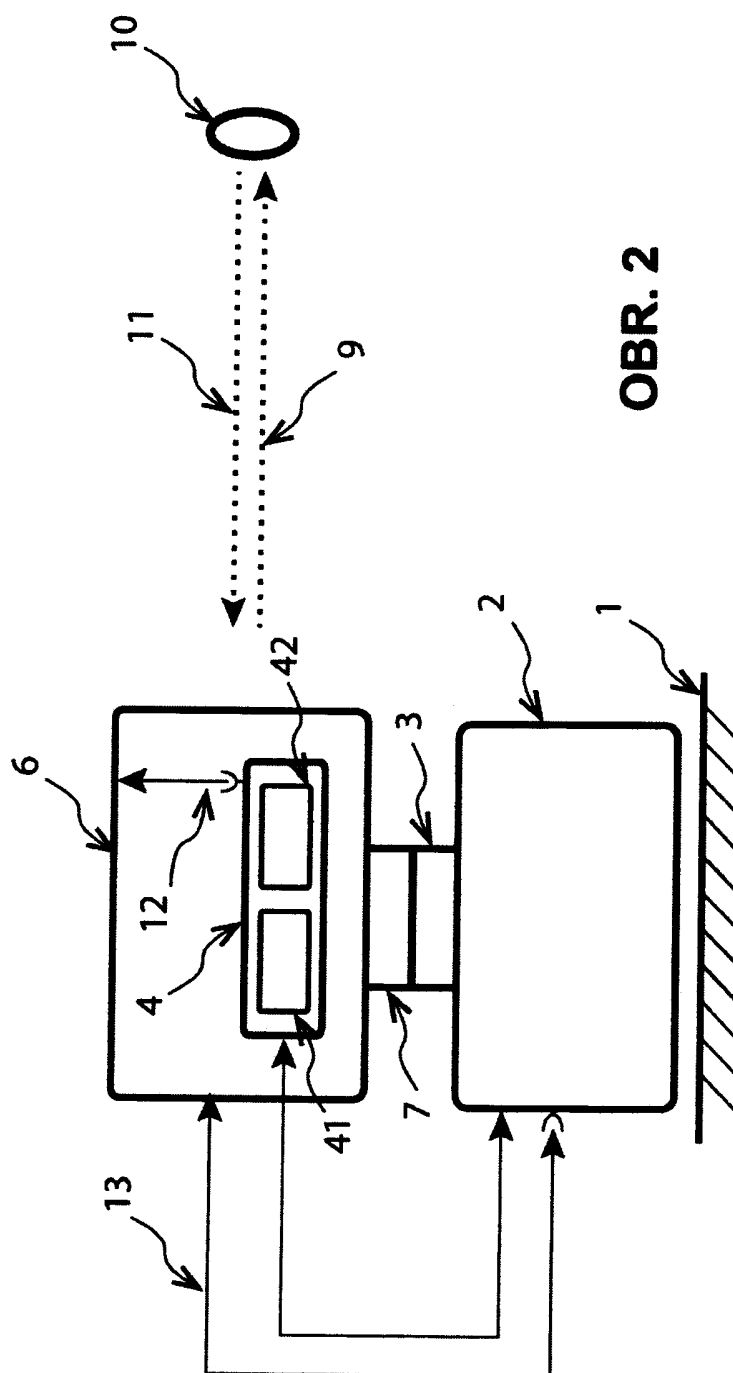
35

40

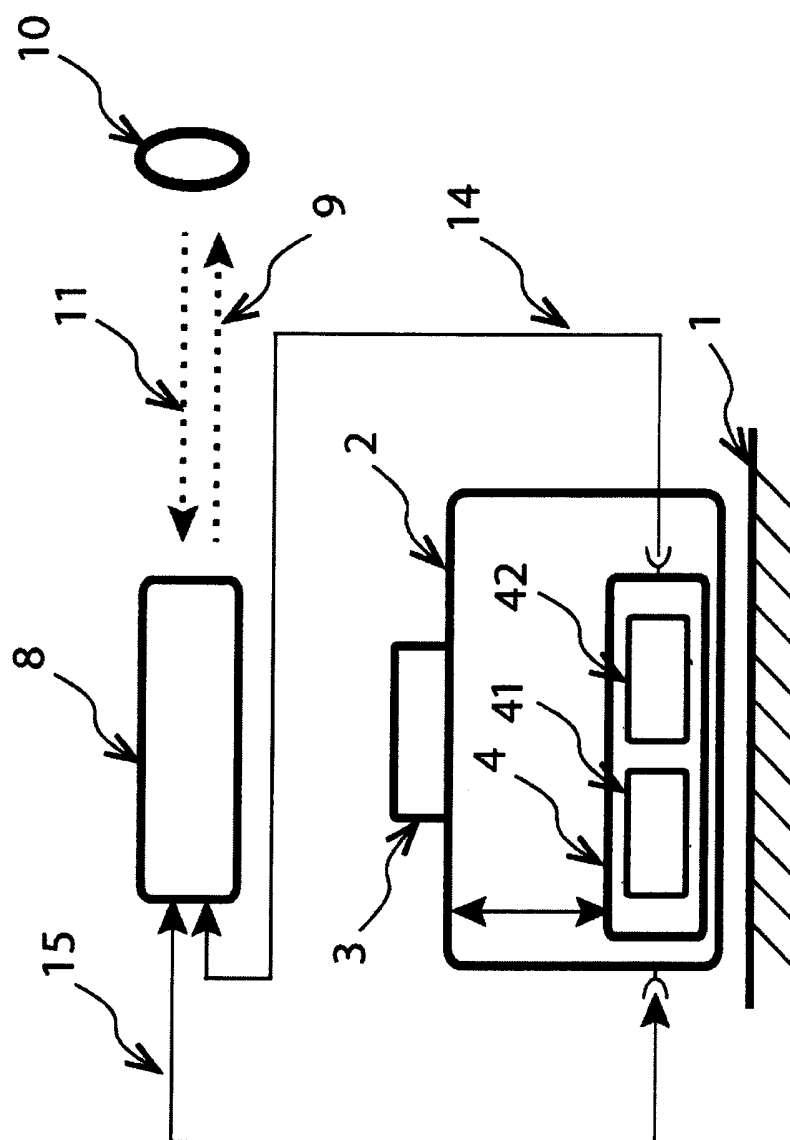
3 výkresy



OBR.1



OBR. 2



OBR. 3

Konec dokumentu