(19) URZĄD PATENTOWY RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

(10) **PL 441364 A1**

(12) # Opis zgłoszeniowy wynalazku
(z daty zgłoszenia)

(21) Numer zgłoszenia: **441364**
(22) Data zgłoszenia: **2022.06.03**
(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.12.04 BUP 49/2023**

(51) MKP:
G01N 21/552 *(2014.01)*
G01N 21/03 *(2006.01)*

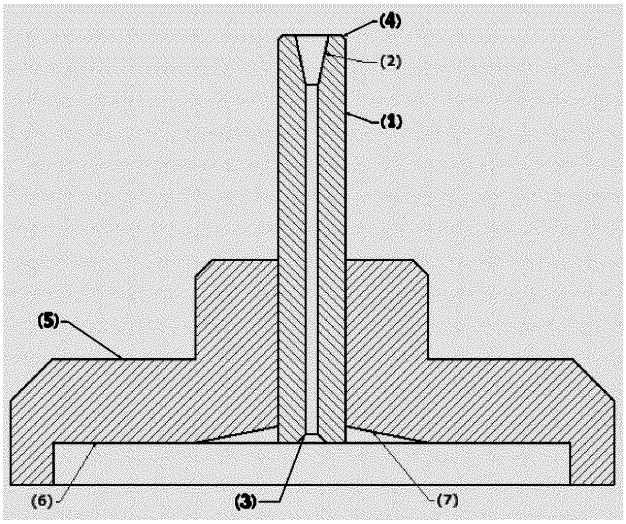
(71) Zgłaszający:
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE, Kraków, PL

(72) Twórca(-y):
RAFAŁ JANUS, Niepołomice, PL
MARIUSZ WĄDRZYK, Kraków, PL
MAREK LEWANDOWSKI, Katowice, PL

(74) Pełnomocnik:
rzecz. pat. Maciej Magoński, Kraków, PL

(54) Tytuł:
Kapilarny stabilizator próbki cieczy

(57) Skrót opisu:
Kapilarny stabilizator próbki cieczy, składający się z kapilary oraz elementu podtrzymującego (holdera) charakteryzuje się tym, że kapilara (1) wykonana jest ze szkła borokrzemowego i posiada długość w zakresie od 35,0 do 60,0 mm, średnicę zewnętrzną w zakresie od 6,5 do 10,0 mm, oraz średnicę wewnętrzną w przedziale od 1,2 do 1,8 mm. W górnej części kapilary znajduje się rozszerzenie (2), które w części wlotowej posiada średnicę w zakresie od 4,0 do 8,0 mm, oraz wysokość w zakresie od 5,0 do 10,0 mm. W części dolnej kapilary znajduje się rozszerzenie (3) o średnicy podstawy w zakresie od 3,0 do 3,5 mm oraz wysokości w zakresie od 0,7 do 1,0 mm. Na zewnętrznym obwodzie górnego wylotu kapilary wykonano fazowanie (4) o głębokości w zakresie od 0,3 do 0,5 mm, równocześnie kapilara umieszczona jest w elemencie podtrzymującym (holderze) (5). Korzystnie kapilara (1) posiada w górnej części lejkowate rozszerzenie (4). Korzystnie kapilara (1) posiada w dolnej części stożkowe rozszerzenie (3).



PL 441364 A1

Kapilarny stabilizator próbki cieczy

Przedmiotem wynalazku jest kapilarny stabilizator próbki cieczy przeznaczony do rejestracji widm spektroskopowych cieczy lotnych techniką osłabionego całkowitego odbicia w podczerwieni (ATR-FTIR).

Znane jest z amerykańskiego opisu patentowego US8223429B2 narzędzie pomocnicze do badania próbek złożone z platformy, mocowanej na stoliku mikroskopu przeznaczonego do pomiarów w trybie ATR, która to platforma zawiera element mocujący umieszczony na platformie oraz element utrzymujący próbkę, również zlokalizowany na platformie, przy czym element utrzymujący posiada ograniczoną ruchomość względem stolika i znajduje się poniżej kryształu ATR.

Znane jest z broszury producenta PerkinElmer (dostępnej pod adresem intenetowym https://www.s4science.at/wordpress/wp-content/uploads/2019/04/L105023.pdf) rozwiązanie oparte na zastosowaniu rurki ze stali nierdzewnej o średnicy zewnętrznej 7 mm i średnicy wewnętrznej 3 mm oraz wysokości kilku milimetrów, centrowanej współosiowo z kryształem ATR za pomocą ramienia wysokociśnieniowego. Po ustawieniu rurki wprowadza się do jej wnętrza próbkę (na powierzchnię kryształu). W przypadku pomiarów widm cieczy szczególnie lotnych, w celu ograniczenia parowania producent zaleca ustawienie ramienia wysokociśnieniowego nad rurką i dociśnięcie końcówki.

Znane jest z broszury producenta Pike Technologies (dostępnej online pod adresem internetowym https://www.piketech.com/wp-content/uploads/PIKE-Technologies_GladiATR.pdf) rozwiązanie,

które składa się z cienkiego dysku z lejkowatym zagłębieniem, na którego dnie znajduje się otwór o średnicy 3 mm (*Liquids Retainer* - element zapobiegający rozlewaniu się próbki po powierzchni stolika ATR), przykrywki umożliwiającej zahamowanie parowania próbki (*Volatiles Cover*) i U-kształtnego mostka, który służy do centrowania akcesorium i jego doszczelniania po dociśnięciu za pomocą ramienia wysokociśnieniowego aparatu.

Przedstawione rozwiązania nie chronią próbki przed kontaktem z powietrzem co może mieć wpływ na jej skład, wymagają zastosowania ramienia wysokociśnieniowego oraz czynią trudnym – bądź niemożliwym – obserwację próbki w trakcie kontaktu z kryształem.

Istotą kapilarnego stabilizatora próbki cieczy, składającego się z kapilary oraz elementu podtrzymującego (holdera), jest to, że kapilara wykonana jest ze szkła borokrzemowego i posiada długość w zakresie od 35,0 do 60,0 mm, średnicę zewnętrzną w zakresie od 6,5 do 10,0 mm, oraz średnicę wewnętrzną w przedziale od 1,2 do 1,8 mm. W górnej części kapilary znajduje się rozszerzenie, które w części wlotowej posiada średnicę w zakresie od 4,0 do 8,0 mm, oraz wysokość w zakresie od 5,0 do 10,0 mm. W części dolnej kapilary znajduje się rozszerzenie o średnicy podstawy w zakresie od 3,0 do 3,5 mm oraz wysokości w zakresie od 0,7 do 1,0 mm, natomiast na zewnętrznym obwodzie górnego wylotu kapilary wykonano fazowanie o głębokości w zakresie od 0,3 do 0,5 mm. Równocześnie kapilara umieszczona jest w elemencie podtrzymującym (holderze).

Korzystnie kapilara w górnej części posiada rozszerzenie w kształcie lejka.

Korzystnie kapilara w dolnej części posiada rozszerzenie w kształcie stożka.

Korzystnie holder wykonany jest z tworzywa sztucznego.

Korzystnie tworzywem sztucznym z którego wykonany jest holder, jest szkło organiczne.

Korzystnie holder wykonany jest z metalu.

Korzystnie metalem z którego wykonany jest holder, jest aluminium.

Korzystnie holder posiada na spodzie walcowate wydrążenie.

Korzystnie holder posiada na spodzie wokół otworu przez który przechodzi kapilara, stożkowe wydrążenie.

Rozwiązanie zapewnia eliminację efektu zmian stężeń analizowanych próbek spowodowanych parowaniem ich lotnych składników z kryształu przystawki ATR podczas pomiaru oraz przemianami chemicznymi zawiązanymi z kontaktem próbki z tlenem atmosferycznym. Dzięki temu możliwa jest rejestracja dużej liczby skanów (wydłużenie czasu pomiaru), co znacząco poprawia jakość widm IR w wyniku maksymalizacji stosunku sygnał/szum (efekt *wygładzenia* widma). To z kolei umożliwia obserwację pasm absorpcji o niewielkiej intensywności, a tym samym pozwala na pogłębioną analizę widm.

Rozwiązanie wpisuje się w obszar spektroskopii molekularnej jako jednej z gałęzi analizy instrumentalnej i może znaleźć zastosowanie w rejestracji wysokiej jakości widm IR problematycznych próbek analitycznych w formie m.in. związków/mieszanin lotnych lub zawierających lotne komponenty,

takich jak surowa ropa naftowa, niskowrzące frakcje ropopochodne i ich mieszaniny (np. benzyna silnikowa, paliwa lotnicze), roztwory (mieszaniny) na bazie lotnych rozpuszczalników, ekstrakty zawierające składniki niskowrzące, rozpuszczalniki farb i lakierów, olejki eteryczne i kompozycje zapachowe, lotne wyroby farmaceutyczne i kosmetyczne, kondensaty lotnych związków organicznych i inne substancje charakteryzujące się wysoką prężnością par. Dzięki możliwości stabilizacji składu podczas analizy IR wspomnianych problematycznych próbek istnieje szansa rozszerzenia stosowalności techniki IR do badań ich składu lub właściwości fizykochemicznych. W wariancie wysokotemperaturowym (kapilara wykonana ze szkła borokrzemowego oraz aluminiowy holder centrujący) przedmiot zgłoszenia jest kompatybilny z wysokotemperaturowymi przystawkami ATR przeznaczonymi do pracy w temperaturach na ogół nie przekraczających 300°C. W zależności od warunków pracy holder może być wykonany z metalu (praca w wysokiej temperaturze) lub z tworzywa sztucznego (praca w temperaturze pokojowej). Stożkowe rozszerzenie 3 zapobiega stykowi szkła z kryształem ATR i ułatwia naniesienie próbki na jego powierzchnię.

Przykład wykonania wynalazku uwidoczniono na rysunku który przedstawia przekrój poprzeczny kapilarnego stabilizatora.

Kapilarny stabilizator według wynalazku składa się z kapilary 1 oraz elementu podtrzymującego (holdera) 5. Kapilara 1 jest odcinkiem grubościennej rurki wykonanej ze szkła borokrzemowego, który posiada długość 49,0 mm, średnicy zewnętrznej 8,0 mm i średnicy wewnętrznej 1,5 mm. W górnej części kapilary 1 wydrążone jest stożkowe rozszerzenie 2, które w

części wlotowej posiada średnicę w zakresie od 4,0 do 8,0 mm, oraz wysokość w zakresie od 5,0 do 10,0 mm. W części dolnej kapilary 1 wykonano stożkowe rozszerzenie 3 o średnicy podstawy 3,5 mm oraz wysokości 1,0 mm, natomiast na zewnętrznym obwodzie górnego wylotu kapilary 1 wykonano fazowanie 4 o głębokości 0,5 mm. Równocześnie kapilara 1 umieszczona jest w elemencie podtrzymującym – holderze 5, wykonanym z tworzywa sztucznego, którym jest szkło organiczne. Holder 5 posiada na spodzie walcowate wydrążenie 6 o średnicy 62,0 mm i głębokości 5,0 mm. Holder 5 posiada na spodzie wokół otworu przez który przechodzi kapilara 1, stożkowe wydrążenie 7 o średnicy od 25,0 do 30,0 mm i wysokości w punkcie styku z kapilarą od 2,0 do 3,0 mm, wykonane współosiowo z osią holdera 5.

Kapilara 1 o średnicy wewnętrznej 1,5 mm zapewnia wysokość słupa cieczy nad kryształem ATR w zakresie od kilku do kilkunastu milimetrów.

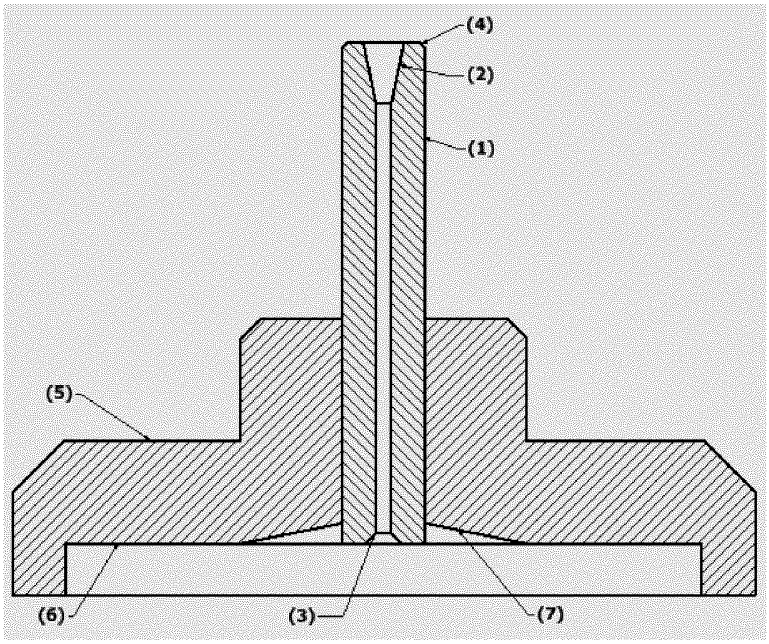
Walcowate wydrążenie 6 zapewnia współosiową pozycję kapilary 1 i kryształu ATR.

Stożkowe wydrążenie 7 zapobiega kontaktowi próbki z materiałem holdera 5.

Zastrzeżenia patentowe

1. Kapilarny stabilizator próbki cieczy, składający się z kapilary oraz elementu podtrzymującego (holdera), znamienny tym, że kapilara (1) wykonana jest ze szkła borokrzemowego i posiada długość w zakresie od 35,0 do 60,0 mm, średnicę zewnętrzną w zakresie od 6,5 do 10,0 mm, oraz średnicę wewnętrzną w przedziale od 1,2 do 1,8 mm, przy czym w górnej części kapilary (1) znajduje się rozszerzenie (2), które w części wlotowej posiada średnicę w zakresie od 4,0 do 8,0 mm, oraz wysokość w zakresie od 5,0 do 10,0 mm, natomiast w części dolnej kapilary (1) znajduje się rozszerzenie (3) o średnicy podstawy w zakresie od 3,0 do 3,5 mm oraz wysokości w zakresie od 0,7 do 1,0 mm, natomiast na zewnętrznym obwodzie górnego wylotu kapilary (1) wykonano fazowanie (4) o głębokości w zakresie od 0,3 do 0,5 mm, równocześnie kapilara (1) umieszczona jest w elemencie podtrzymującym - holderze (5).
2. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że kapilara (1) w górnej części posiada rozszerzenie (2) w kształcie lejka.
3. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że kapilara (1) w dolnej części posiada rozszerzenie w kształcie stożka (3).
4. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że holder (5) wykonany jest z tworzywa sztucznego.

5. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 4, znamienny tym, że tworzywem sztucznym z którego wykonany jest holder (5), jest szkło organiczne.
6. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że holder (5) wykonany jest z metalu.
7. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 6, znamienny tym, że metalem z którego wykonany jest holder (5), jest aluminium.
8. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że holder (5) posiada na spodzie walcowate wydrążenie (6).
9. Kapilarny stabilizator próbki cieczy według zastrz. 1, znamienny tym, że holder (5) posiada na spodzie wokół otworu przez który przechodzi kapilara (1), stożkowe wydrążenie (7).



Rys.

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 DO ZGŁOSZENIA NR P.441364

Klasyfikacja zgłoszenia: G01N 21/552, G01N 21/03

Podklasy w których prowadzono poszukiwania: G01N G01J

Bazy komputerowe w których prowadzono poszukiwania: EPODOC WPI (via EPOQUENET), bazy UPRP (e-wyszukiwarka), zasoby Internetu (via google.com)

Kategoria dokumentu	Dokumenty - z podaną identyfikacją	Odniesienie do zastrz.
A	WO2007122414 A1 (PERKINELMER SINGAPORE PTE LTD; HOULT ROBERT ALAN; CARTER RALPH LANCE; WILKINSON ANTONIO CANAS; STYLES PAUL) 01-11-2007	1-9
A	JPS63198835 A (JEOL LTD) 17-08-1988	1-9
A	US5581085 A (SPECTRA TECH INC) 03-12-1996	1-9
A	JPH11166889 A (ST JAPAN KK) 22-06-1999	1-9

☐ 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:	Data:	Podpis:
Jolanta Gajewska Ekspert	02.03.2023	/podpisano kwalifikowanym podpisem elektronicznym/ Pismo wydane w formie dokumentu elektronicznego

Uwagi do zgłoszenia

Sprawozdanie zostało wykonane w oparciu o wersję zastrzeżeń z dnia 3 czerwca 2022 roku.