

(19)

(10) **LT 6321 B**(12) **PATENTO APRAŠYMAS**(11) Patent numeris: **6321**(51) Int. Cl. (2016.01): **G01N 1/00**
G01N 33/00(21) Paraiškos numeris: **2014 513**(22) Paraiškos padavimo data: **2014-12-12**(41) Paraiškos paskelbimo data: **2016-06-27**(45) Patent paskelbimo data: **2016-10-10**

(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: —

(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: —

(30) Prioritetas: —

(72) Išradėjas:

Andriejus URBA, LT
Kęstutis KVIETKUS, LT
Jonas ŠAKALYS, LT
Jonas DIDŽBALIS, LT
Darius VALIULIS, LT

(73) Patent savininkas:

Valstybinis mokslinių tyrimų institutas Fizinių ir technologijos mokslų centras,
Savanorių pr. 231, LT-02300 Vilnius, LT

(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:

Virgina Adolfina DRAUGELIENĖ, UAB TARPINĖ, A.P.Kavoliuko g. 24-152, LT-
04328 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Būdas ir įrenginys, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinei
gyvsidabrio komponentei nustatyti

(57) Referatas:

Išradimas priklauso medžiagų tyrimo ir analizės sričiai, būtent būdams ir įrenginiams, skirtiems oro ar dujų bandinyje esančio elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti. Pasiūlytas būdas apima elementinio gyvsidabrio kaupimą leidžiant oro ar kitų dujų bandinį per kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną, sudarytą iš aukso struktūros, sukaupto elementinio gyvsidabrio desorbavimą, kaitinant kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną su jo viduje suformuota aukso struktūra iki desorbacijos temperatūros. Siekiant padidinti gyvsidabrio komponentės nustatymo tikslumą, desorbuotus Hg garus su galimomis kitomis desorbuotomis oro ar kitų dujų priemaišomis

prieš paduodant į analizatorių nešančiųjų dujų pagalba praleidžia per oksidacijos zoną. Prieš pradėdant gyvsidabrio desorbciją oksidacijos zona yra įkaitinama iki temperatūros intervale nuo 350 °C iki 1000 °C geriau intervale nuo 900 °C iki 1000 °C, dar geriau 960 °C, o vykstant elementinio gyvsidabrio kaupimui, oksidacijos zonos temperatūrą palaiko ribose nuo aplinkos temperatūros iki 500 °C. Kaupimo metu kvarcinio vamzdelio kaupimo zonoje temperatūrą palaiko ribose nuo 100 °C iki 220 °C, geriau 200 °C.

Technikos sritis

Išradimas priklauso medžiagų tyrimo ir analizės sričiai, būtent būdams ir įrenginiams, skirtiems oro ar dujų bandinyje esančio elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti.

Technikos lygis

Yra žinomas gyvsidabrio garų koncentracijos matavimo dujose įrenginys, apimantis gyvsidabrio bandinio koncentravimo mazgą, apimantį karščiui atsparios medžiagos vamzdelį, kurio viduje užfiksuotas tūrinis aukso vatos struktūros sorbentas, suformuotas iš aukso vielutės, o iš išorės apvyniotas individualia kaitinimo spirale. Žiūrėti išradimo aprašymą pagal patentą LT 3138 B.

Artimiausias pagal techninę paskirtį yra būdas, skirtas ore ar kitose dujose gyvsidabrio komponentei nustatyti, apimantis toliau išdėstytą operacijų seką. Oro ar kitų dujų bandinio tam tikrą tūrį praleidžia per kvarcinį vamzdelio kaupimo zoną, kurią sudaro jo viduje suformuota aukso struktūra. Bandinio praleidimo metu vyksta esančio bandinyje elementinio gyvsidabrio kaupimas. Kaupimo metu temperatūra kaupimo zonoje palaiko aukštesnę už aplinkos temperatūrą, bet mažesnę už 100°C. Sukauptą elementinį gyvsidabrį desorbuoja kaitinant kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną su jo viduje suformuota aukso struktūra iki desorbcijos temperatūros, kuri yra ribose nuo 500°C iki 600°C. Nešančiųjų oro ar dujų srautu, desorbuotus gyvsidabrio garus kartu su galimomis kitomis dujų priemaišomis perduoda į gyvsidabrio analizatorių (žiūrėti išradimo aprašymą pagal US patentą Nr. US5597535, 1994-02-25, TEKRAN INC).

Yra žinomas įrenginys, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, kuris apima kvarco vamzdelį, vidinėje ertmėje turintį kaupimo zoną, suformuotą iš aukso struktūros, skirtą elementiniam gyvsidabriui kaupti ir desorbuoti iš praeinančio per minėtą kvarco vamzdelį oro ar dujų bandinio. Numatyta kaitinimo priemonė, skirta palaikyti iš anksto nustatytas atitinkamai kaupimo ir desorbcijos temperatūras bei priemonė, skirta gyvsidabrio garams nešančiųjų oro ar dujų srautu perduoti į analizatorių (žiūrėti išradimo aprašymą pagal US patentą Nr. US5597535, 1994-02-25, TEKRAN INC).

Aprašytų žinomų būdo ir įrenginių trūkumas yra tai, kad desorbavus gyvsidabrio garus tarp jų pasitaiko ir įvairių kitų priemaišinių dujų, dalis iš jų yra

organinės kilmės („*lakūs organiniai junginiai*“ arba „*Volatile Organic Compounds, VOC*“), kurios taip pat gali būti iš dalies adsorbuojamos aukso paviršiuje, jį užteršti, o desorbcijos metu garuoti, iš dalies sudegti ir užteršti pasroviui už kaupimo zonos esančią įrenginio dalį ir analizatorių, kuriame gali sugerti UV liniją ir dėl to neigiamai paveikti matavimo rezultatų tikslumą.

Išradimo esmė

Išradimu siekiama padidinti gyvsidabrio komponentės, esančios oro ar dujų bandinyje, nustatymo tikslumą.

Uždavinio sprendimo esmė yra ta, kad būde, skirtame ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, apimančiame elementinio gyvsidabrio kaupimą, leidžiant oro ar kitų dujų bandinį per kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną, sudarytą iš aukso struktūros, sukaupto elementinio gyvsidabrio desorbavimą, kaitinant kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną su jo viduje suformuota aukso struktūra iki desorbcijos temperatūros, desorbuotus Hg garus su galimomis kitomis desorbuotomis oro ar kitų dujų priemaišomis prieš paduodant į analizatorių nešančiųjų dujų pagalba praleidžia per oksidacijos zoną. Oksidacijos zona prieš pradedant gyvsidabrio desorbciją yra įkaitinama iki temperatūros intervale nuo 350 °C iki 1000 °C geriau intervale nuo 900°C iki 1000 °C, dar geriau 960 °C, o vykstant elementinio gyvsidabrio kaupimui, oksidacijos zonos temperatūrą palaiko ribose nuo aplinkos temperatūros iki 500 °C. Minėtas nešančiųjų dujų srautas, perduodantis desorbuotus gyvsidabrio garus į analizatorių, savo sudėtyje turi ne mažiau deguonies kaip oras. Kvarcinio vamzdelio kaupimo zonoje kaupimo metu temperatūrą palaikoma ribose nuo 100°C iki 220 °C, geriau 200 °C.

Pagal išradimą pasiūlytas įrenginys, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, kuris apima kvarco vamzdelį su kaupimo zona, suformuota iš aukso struktūros, skirtą elementiniam gyvsidabriui kaupti ir desorbuoti iš praeinančio per minėtą kvarco vamzdelį oro ar dujų bandinio, kaitinimo priemonę, skirtą palaikyti iš anksto nustatytas atitinkamai kaupimo ir desorbcijos temperatūras. Kvarciniame vamzdelyje už kaupimo zonos pagal oro ar dujų bandinio judėjimo kryptį yra suformuota oksidacijos zona, kuri aprūpinta atskira kaitinimo priemone, skirta palaikyti oksidacijos zonos temperatūrą oksidacijos metu intervale nuo 350°C iki 1000 °C, geriau intervale nuo 900°C iki 1000 °C dar geriau 960 °C, o kaupimo metu - ribose nuo 100 °C iki 500 °C.

Oksidacijos zoną sudaro minėtame kvarco vamzdyje suformuota lygiagreti arba kitokia kvarco struktūra. Oksidacijos zona taip pat gali būti už kaupimo zonos palikta tuščia kvarco vamzdelio dalis. Taip pat oksidacijos zoną gali sudaryti katalizinių savybių turinti medžiagos struktūra, tokia kaip pagrindinių metalų oksidai arba platinos grupės metalai, geriau platina arba paladis, o oksidacijos metu temperatūra gali būti intervale nuo 350 °C iki 900°C.

Pasiūlytame būde ir įrenginyje desorbuotos nuo aukso išgaravusios kitos priemaišinės medžiagos, praeidamos pro oksidacijos zoną, pilnai sudega ir degimo produktai (H_2O CO_2 ir kt.) neveikia analizatoriaus ties gyvsidabrio 253,7 nm UV emisijos linija arba jų poveikis minimalus. Siekiant išvengti nepageidaujamos priemaišinių dujų adsorbcijos gyvsidabrio garų kaupimo metu, oksidacijos zona taip pat yra šildoma ribose nuo 100°C iki 500°C. Gyvsidabrio kaupimo metu palaikant kaupimo zonos temperatūrą maždaug 200°C sumažina neselektyvią kitų priemaišinių dujų adsorbciją, vis dar leidžiant adsorbuoti gyvsidabrio garus. Visa tai leidžia žymiai sumažinti priemaišinių dujų patekimą į analizatorių ir padidinti gyvsidabrio komponentės, esančios oro ar dujų bandinyje, nustatymo tikslumą.

Trumpas Brėžinių figūrų aprašymas

Išradimas detaliau paaiškinamas brėžiniais, kurie neriboja išradimo apimties ir kuriuose pavaizduota:

Fig.1- pavaizduotas pasiūlytame įrenginyje esantis kvarcinis vamzdelis su kaupimo zona iš aukso struktūros bei oksidacijos zona, kurią sudaro tuščia kvarco vamzdelio dalis.

Fig.2- pavaizduotas pasiūlytame įrenginyje esantis kvarcinis vamzdelis su kaupimo zona iš aukso struktūros bei oksidacijos zona, kurią sudaro lygiagreti arba kitokia kvarco arba katalizinės medžiagos struktūra.

Išradimo realizavimo aprašymas.

Pagal išradimą pasiūlytas būdas, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, apima šią operacijų seką. Oro ar kitų dujų bandinį tam tikrą laiką leidžia per kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną, sudarytą iš aukso struktūros, kurios temperatūrą palaiko maždaug 200 °C, tam kad sumažintų neselektyvią kitų priemaišinių adsorbciją, bet dar leistų adsorbuoti gyvsidabrio garus. Kaupimo metu oksidacijos zonos, esančios kvarciniame vamzdyje už kaupimo

zonos, temperatūrą palaiko maždaug 500°C. Praleidus per kvarcinį vamzdelį nustatytą kiekį bandinio, vykdo elementinio gyvsidabrio desorbavimą, kaitinant kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną su jo viduje suformuota aukso struktūra iki desorbcijos temperatūros, kuri gali būti ribose nuo 100°C iki 500°C. Desorbcijos metu oksidacijos zonos temperatūrą pakelia maždaug iki 900°C. Desorbuoti Hg garai su galimomis kitomis desorbuotomis oro ar kitų dujų priemaišomis nešančiųjų dujų pagalba patenka į oksidacijos zoną. Nešančios dujos turi savyje deguonies ne mažiau kaip jo yra ore. Oksidacijos zonoje išgaravusios priemaišinės medžiagos sudega, o gyvsidabrio garai patenka į analizatorių.

Pagal išradimą pasiūlytas įrenginys apima kvarco vamzdelį 1, kurio vidinėje ertmėje, suformuota kaupimo zona iš aukso struktūros 2, o iš išorės vamzdelis kaupimo zonoje apsuptas kaitinimo spirale 3. Vamzdelio išorėje numatyti ventiliatoriai 4, skirti atvėsinti kvarco vamzdelį 1 pasibaigus vienam matavimo ciklui. Dujų ar oro bandinys 5, o taip pat ir nešančios dujos į vamzdelio kaupimo zoną patenka per jo įėjimą. Pagal bandinio 5 judėjimo kryptį kvarco vamzdelyje už kaupimo zonos suformuota oksidacijos zona, o iš išorės ties oksidacijos zona kvarco vamzdelis 1 apsuptas kaitinimo spirale 8. Fig.1 oksidacijos zoną sudaro palikta tuščia kvarco vamzdelio 1 dalis, apsupta kaitinimo spirale 8. Fig.2 oksidacijos zoną sudaro kvarco vamzdelyje 1 suformuota lygiagreti arba kitokia kvarco arba katalizinių medžiagų struktūra 7. Iš kvarco vamzdelio išeinantis srautas 6 yra nukreipiamas į analizatorių (brėžinyje neparodytas).

Įrenginio veikimo principas. Gyvsidabrio kaupimo metu oras ar kitos bandinio dujos 5 tam tikrą iš anksti nustatytą laiko tarpą leidžiamos per vamzdelį 1. Gyvsidabrio kaupimas vykdomas, kaitinimo spiralėmis 2 ir 8 palaikant atitinkamai pasirinktas kaupimo zonos ir oksidacijos zonos temperatūras. Praleidus per vamzdelį pakankamą kiekį bandinio, jo siurbimas sustabdomas. Vamzdelio 1 ir aukso struktūros 2 temperatūra kaitinimo priemone 3 pakeliama iki maždaug 500°C, kurioje vyksta sukaupto elementinio gyvsidabrio desorbcija. Desorbcijos metu oksidacijos zonos temperatūra pakeliama iki maždaug 900°C. Desorbuoti gyvsidabrio garai kartu su kitomis galimomis desorbuotomis oro ar kitų dujų priemaišomis nešančiųjų dujų pagalba patenka į oksidacijos zoną. Nešančios dujos turi savyje deguonies ne mažiau kaip jo yra ore. Oksidacijos zonoje išgaravusios priemaišinės medžiagos sudega, o gyvsidabrio garai patenka į analizatorių (brėžinyje neparodytas).

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Būdas, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, apimantis šią operacijų seką:

- elementinio gyvsidabrio kaupimą praleidžiant oro ar kitų dujų bandinio tam tikrą tūrį per kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną, sudarytą iš aukso struktūros,
- iš anksto nustatytos kaupimo temperatūros palaikymą kvarcinio vamzdelio kaupimo zonoje,
- sukaupto elementinio gyvsidabrio desorbavimą kaitinant kvarcinio vamzdelio kaupimo zoną su jo viduje suformuota aukso struktūra iki desorbcijos temperatūros, ir
- nešančiųjų oro ar dujų srautu, desorbuotų gyvsidabrio garų perdavimą į gyvsidabrio analizatorių,

b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad desorbuotus Hg garus su galimomis kitomis desorbuotomis oro ar kitų dujų priemaišomis prieš paduodant į analizatorių praleidžia per oksidacijos zoną, kuri prieš pradedant gyvsidabrio desorbciją yra įkaitinama iki temperatūros intervale nuo 350 °C iki 1000 °C geriau intervale nuo 900 °C iki 1000 °C, dar geriau 960 °C, o vykstant elementinio gyvsidabrio kaupimui, oksidavimo zonos temperatūrą palaikoma ribose nuo aplinkos temperatūros iki 500 °C, kur minėtas nešančiųjų dujų srautas, perduodantis minėtus desorbuotus gyvsidabrio garus per oksidacijos zoną į analizatorių, savo sudėtyje turi deguonies ne mažiau kaip oras.

2. Būdas, pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad kvarcinio vamzdelio kaupimo zonoje kaupimo metu temperatūrą palaiko ribose nuo 100 °C iki 220 °C, geriau 200 °C.

3. Įrenginys, skirtas ore ar kitose dujose esančiai elementinio gyvsidabrio komponentei nustatyti, apimantis:

- kvarco vamzdelį, vidinėje ertmėje turintį kaupimo zoną, suformuotą iš aukso struktūros, skirtą elementiniam gyvsidabriui kaupti ir desorbuoti iš oro ar dujų bandinio, praeinančio per minėtą kvarco vamzdelį,
- kaitinimo priemonę, skirtą palaikyti iš anksto nustatytas atitinkamas kaupimo ir desorbcijos temperatūras,
- priemonę, skirtą gyvsidabrio garams nešančiųjų oro ar dujų srautu perduoti į

analizatorių, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtame kvarciniame vamzdelyje už kaupimo zonos pagal oro ar dujų bandinio judėjimo kryptį yra suformuota oksidavimo zona, kuri aprūpinta atskira kaitinimo priemone, skirta palaikyti oksidavimo zonos temperatūrą oksidavimo metu intervale nuo 350°C iki 1000 °C, geriau intervale nuo 900°C iki 1000 °C, dar geriau 960 °C, o kaupimo metu - ribose nuo 100 °C iki 500 °C.

4. Įrenginys pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad oksidavimo zoną sudaro minėtame kvarco vamzdelyje suformuota lygiagreti arba kitokia kvarco struktūra.

5. Įrenginys pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad oksidavimo zoną sudaro už kaupimo zonos palikta tuščia kvarco vamzdelio dalis.

6. Įrenginys pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad oksidavimo zoną sudaro katalizinių savybių turinti medžiagos struktūra, tokia kaip pagrindinių metalų oksidai arba platinos grupės metalai, geriau platina arba paladis, o oksidavimo metu temperatūra gali būti intervale nuo 350 °C iki 900°C.

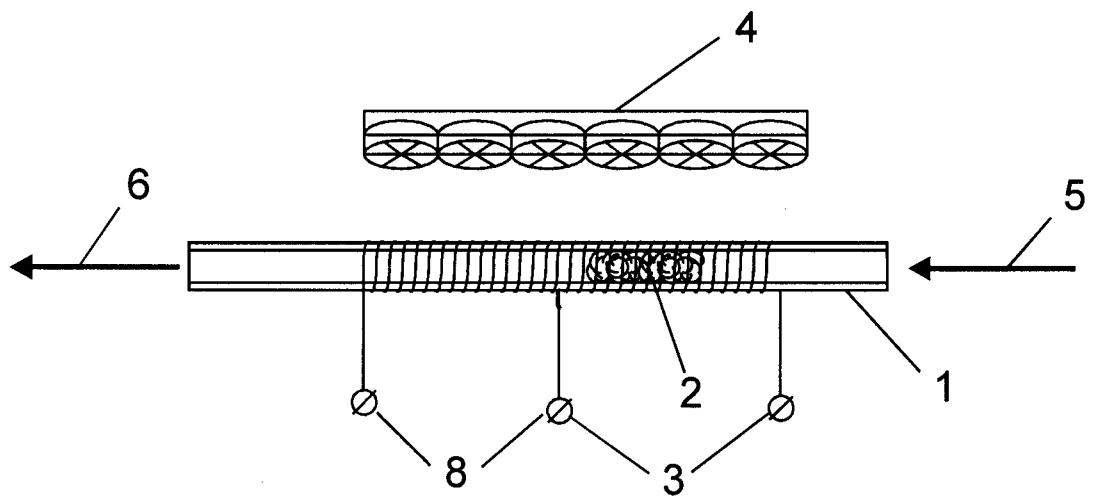


Fig. 1

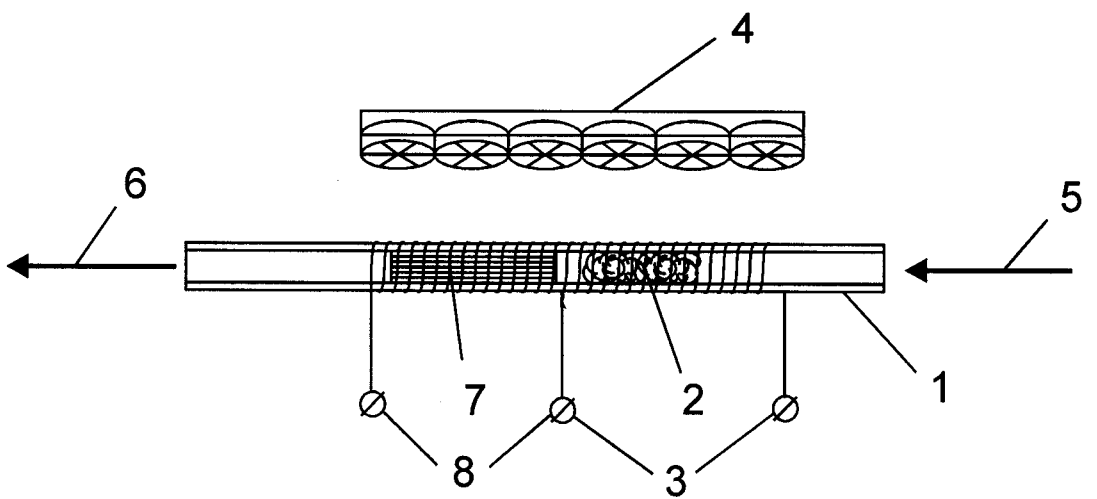


Fig. 2