

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **219401**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **399166**

(51) Int.Cl.
G01N 33/22 (2006.01)
G01T 1/204 (2006.01)
C01B 31/20 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **14.05.2012**

(54) **Sposób otrzymywania CO₂ do produkcji ciekłego scyntylatora do pomiaru radioaktywności izotopu węgla ¹⁴C w ciekłych palnych związkach organicznych a zwłaszcza w paliwach oraz smarach**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
25.11.2013 BUP 24/13

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.04.2015 WUP 04/15

(73) Uprawniony z patentu:
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
JACEK PAWLYTA, Gliwice, PL
KONRAD TUDYKA, Świętochłowice, PL

(74) Pełnomocnik:
rzec. pat. Urszula Ziółkowska

PL 219401 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania CO₂ do produkcji ciekłego scyntyлятора do pomiaru radioaktywności izotopu węgla ¹⁴C w ciekłych palnych związkach organicznych a zwłaszcza w paliwach oraz smarach.

Znane obecnie metody pomiaru niskiej radioaktywności izotopu węgla ¹⁴C metodą ciekłoscyntylacyjną w ciekłych związkach organicznych opierają się na bezpośrednim mieszananiu z ciekłym scyntylatorem badanego materiału lub produkcji benzenu, a następnie ciekłego scyntyлятора z ciekłego związku organicznego (Edler "The use of liquid scintillation counting technology for the determination of biogenic materials" LSC 2008 International Conference on Advances in Liquid Scintillation Spectrometry pod redakcją: Eikenberg, Jäggi, Beer, Baehrle, wydawca Radiocarbon, Arizona 2008, p. 261-267).

Bezpośrednie mieszananie ciekłego palnego związku organicznego ze scyntylatorem jest niekorzystne ze względu na niską wydajność i zróżnicowane gaszenie scyntylacji w zależności od badanej substancji. Natomiast proces otrzymywania CO₂ z palnego ciekłego związku organicznego do konwersji np. do C₆H₆ do oznaczeń ¹⁴C jest trudny i często przeprowadzany jest przy pomocy bomby do spalania. Proponowany sposób ułatwia otrzymywanie CO₂ i zastępuje bombę do spalania.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu, który może być zastosowany do transportu badanych atomów węgla z ciekłego palnego związku organicznego do ciekłego scyntyлятора korzystnie sporządzonego np. z benzenu oraz scyntyлятора butylu-PBD.

Sposób według wynalazku polega na tym, że ciekły palny związek organiczny lub mieszaninę palnych związków organicznych wprowadza się cyklicznie małymi porcjami do zamkniętego reaktora, przez który przepływa mieszanina gazowa tlenu korzystnie z azotem ewentualnie z dodatkiem gazów szlachetnych, gdzie prowadzi się proces spalania bez powstawania sadzy i tlenku węgla, regulację procesu spalania prowadzi się szybkością wprowadzania palnych związków organicznych, w reaktorze spalaniu podlega ciekły organiczny związek węgla, następnie gazowe produkty spalania przeprowadza się przez co najmniej dwie pułapki kriogeniczne, gdzie w pierwszej pułapce zestalana jest woda, a w drugiej pułapce zestalane jest CO₂ uzyskane ze spalania próbki.

Korzystnie ciekły palny związek organiczny lub mieszanina palnych związków organicznych dostarczana jest porcjami o masie od kilku do kilkudziesięciu miligramów każda do rozgrzanego bufora w postaci niepalnego materiału włóknistego, korzystnie waty kwarcowej. Bufor korzystnie może być pokryty cienką warstwą platyny. Bufor ułatwia dozowanie ciekłego palnego związku organicznego w trakcie spalania oraz zwiększa powierzchnię kontaktu ciekłego palnego związku organicznego z tlenem. Bufor umieszczony jest w reaktorze wyposażonym w wizjer lub inne urządzenie umożliwiające wizualną kontrolę procesu spalania. Ciekły palny związek organiczny ulega spalaniu korzystnie w atmosferze zawierającej około 20% O₂ oraz około 80% N₂. Szybkość podawania ciekłego palnego związku organicznego zależna jest od szybkości spalania oraz szybkości wydzielania energii w procesie spalania, obie szybkości kontroluje się wizualnie. Proces spalania prowadzi się w sposób minimalizujący powstawanie sadzy oraz CO. Z otrzymanego CO₂ produkuje się ciekłą mieszaninę scyntylacyjną sporządzoną korzystnie z benzenu i scyntyлятора lub korzystnie otrzymany CO₂ absorbuje się w karbaminianie po czym dodaje się ciekły scyntylator. Produkcja ciekłego scyntyлятора z CO₂ jest ogólnie znana w metodzie radiowęglowej.

Sposób według wynalazku znajduje zastosowanie w pomiarze ilościowym biokomponentów użytych do wytworzenia ciekłych palnych związków organicznych a w szczególności do udziału biokomponentów w paliwach oraz smarach.

Sposób według wynalazku może być stosowany przez komercyjne laboratoria radiowęglowe, jako tania i dostępna metoda wykorzystująca linie próżniowe do produkcji mieszanin scyntylacyjnych.

Sposób według wynalazku objaśniono w przykładach realizacji przedstawionych na rysunku, który dotyczy dwóch wersji realizacji sposobu według wynalazku.

Przykład 1

Olej mineralny do pomp próżniowych w ilości 2 ml wprowadzany jest sukcesywnie przy pomocy kapilary (3) do reaktora (1) o objętości korzystnie 2,5 l na kuwetę do spalania z buforem (4) w postaci waty kwarcowej pokrytej platyną. Niewielka porcja oleju mineralnego do pomp próżniowych zostaje podpalona na buforze, po czym reaktor zostaje uszczelniony. Szybkość wprowadzania oleju mineralnego do pomp próżniowych przez mechanizm (5) dobrana jest w taki sposób, aby zminimalizować powstawanie CO oraz sadzy. Równocześnie do reaktora, zbiornika (2), wprowadzana jest mieszanka

gazów 30% O₂ i 70% Ar w temperaturze 20°C pod ciśnieniem 1020 hPa w tempie 2 l/min. Szybkość przepływu gazów i produktów spalania regulowana jest zaworem (10) a wymuszona jest pompą próżniową (8). Szybkość podawania ciekłego związku organicznego na włóknisty bufor regulowana jest poprzez wizualną obserwację procesu spalania. Produkty spalania wprowadza się do pułapki na wodę (6) korzystnie kriogenicznej korzystnie chłodzonej mieszaniną suchego lodu i etanolu. Osuszony CO₂ wyłapuje się w pułapce (7) korzystnie kriogenicznej korzystnie chłodzonej przy pomocy ciekłego azotu. Po zakończeniu spalania, zestalony CO₂ w pułapce (7) odbiera się z punktu odbioru (9) przy użyciu zaworów (10, 11, 12). CO₂ korzystnie podaje się do sporządzenia benzenu do ciekłego scyntylatora. Produkcja benzenu z CO₂ jest powszechnie znana w metodzie radiowęglowej.

Przykład 2

Porcja około 30 mg benzyny Pb 95 zostaje podpalona na kuwecie do spalania z buforem (4) korzystnie w postaci waty kwarcowej pokrytej platyną. Następnie reaktor zostaje uszczelniony. Benzyna Pb 95 w całkowitej ilości wynoszącej 1,5 ml wprowadzana jest sukcesywnie małymi porcjami przy pomocy kapilary (3) do reaktora (1) o objętości korzystnie 5 l na kuwetę do spalania z buforem (4). Szybkość wprowadzania benzyny Pb 95 przez mechanizm dozujący (5) dobrana jest w taki sposób, aby zminimalizować powstawanie CO oraz sadzy. Kontrola procesu spalania odbywa się metodą optyczną w sposób ciągły. W trakcie spalania reaktor (1) przepłukiwany jest mieszaną gazów 21% O₂ i 79% N₂ ze zbiornika (2) w temperaturze 20°C pod ciśnieniem 1020 hPa w tempie 2 l/min. Szybkość przepływu gazów i produktów spalania regulowana jest zaworem (10) a wymuszona jest pompą próżniową (8). Produkty spalania wprowadza się korzystnie do pułapki na wodę (6) korzystnie kriogenicznej korzystnie chłodzonej mieszaniną suchego lodu i etanolu. Osuszony CO₂ wyłapuje się w pułapce (7) korzystnie kriogenicznej korzystnie chłodzonej przy pomocy ciekłego azotu. Po zakończeniu spalania, zestalony CO₂ w pułapce (7) odbiera się z punktu odbioru (9) przy użyciu zaworów (10, 11, 12). CO₂ korzystnie podaje się do ciekłego scyntylatora poprzez absorpcję na karbaminianie. Produkcja ciekłego scyntylatora poprzez absorpcję CO₂ jest powszechnie znana w metodzie radiowęglowej.

Wykaz oznaczeń:

1. reaktor - komora spalania
2. zbiornik z mieszaną gazu do spalania
3. kapilara doprowadzająca ciekłą palną substancję organiczną
4. kuweta do spalania z buforem - materiałem włóknistym
5. mechanizm dozujący palny ciekły związek organiczny
6. pułapka na wodę
7. pułapka na dwutlenek węgla
8. pompa próżniowa
9. punkt odbierania dwutlenku węgla
10. 11. i 12. zawory

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania CO₂ do produkcji ciekłego scyntylatora do pomiaru radioaktywności izotopu węgla ¹⁴C w ciekłych palnych związkach organicznych a zwłaszcza w paliwach oraz smarach, **znamienny tym**, że ciekły palny związek organiczny lub mieszaninę palnych związków organicznych wprowadza się cyklicznie małymi porcjami do zamkniętego reaktora, przez który przepływa mieszanina gazowa tlenu korzystnie z azotem ewentualnie z dodatkiem gazów szlachetnych, gdzie prowadzi się proces spalania bez powstawania sadzy i tlenku węgla, regulację procesu spalania prowadzi się szybkością wprowadzania palnych związków organicznych, w reaktorze spalaniu podlega ciekły organiczny związek węgla, następnie gazowe produkty spalania przeprowadza się przez co najmniej dwie pułapki kriogeniczne, gdzie w pierwszej pułapce zestalona jest woda, a w drugiej pułapce zestalane jest CO₂ uzyskane ze spalania próbki.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ciekły palny związek organiczny lub mieszanina palnych związków organicznych dostarczana jest porcjami o masie od kilku do kilkudziesięciu miligramów każda do rozgrzanego bufora w postaci niepalnego materiału włóknistego.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że bufor jest pokryty cienką warstwą platyny.

Rysunek

