



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00464**

(22) Data de depozit: **13/05/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/07/2017** BOPI nr. **7/2017**

(41) Data publicării cererii:
28/12/2012 BOPI nr. **12/2012**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"**
DIN SUCEAVA, STR.UNIVERSITĂȚII NR.13,
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:
• **AMARIEI SONIA, STR. VICTORIEI NR. 61,**
SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 122599 B1; RO 122614 B1;
RO 126706 A2; RO 127683 A2;
US 6545755 B1

(54) **SPECTROMICROSCOP RAMAN PORTABIL**



1 Invenția se referă la un echipament portabil, ce permite efectuarea de analize calitative
și cantitative *in situ*, prin spectrometrie Raman, concomitent cu urmărirea și înregistrarea video-
3 microscopică a zonei examinate.

În vederea efectuării concomitente a analizei spectrometrice Raman, cu examinarea
5 microscopică a zonei examinate, se folosesc așa-numite Spectromicroscope Raman, care nu
sunt altceva decât microscopice optice clasice sau confocale, la care se adaptează optic un
7 analizor spectrometrie Raman. Avantajul principal al folosirii unei structuri combinate, de tip
spectromicroscop, față de situația folosirii separate a unui analizor spectrometrie Raman și a
9 unui microscop rezultă din faptul că, în cazul unui spectromicroscop, în mod sigur compoziția
chimică dată de spectrometrul montat pe microscop reprezintă zona vizualizată microscopic,
11 ceea ce nu este cazul la folosirea independentă a celor două echipamente. Un alt avantaj este
dat de productivitatea analitică mărită a unui spectromicroscop, față de structuri de analiză și
13 examinare separate. Dezavantajul major al structurilor spectromicroscopice actuale, de tip
Raman, îl reprezintă însă faptul că sunt structuri de laborator, care nu se pot deplasa pe teren
15 pentru analiza *in situ*, în principal din cauza prezenței în structura lor a microscopului optic,
analizorului Raman existând la ora actuală sub formă portabilă modulară sau chiar monobloc,
17 având dimensiuni mici. La dezavantajele menționate se adaugă și cel al prețului de cost ridicat
al unei structuri combinate, de tip spectromicroscop de laborator.

19 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea *in situ* a analizei spec-
trometrice de tip Raman, concomitent cu vizualizarea și examinarea video-microscopică a zonei
21 analizate a lichidelor, gelurilor, pulberilor sau a suprafeței corpurilor solide.

Spectromicroscopul conform invenției este format dintr-o structură modulară portabilă,
23 compusă dintr-un sistem analizor Raman și un sistem video-microscopic, ambele fiind cuprinse
intr-o carcasă comună, precum și dintr-o sondă optică externă, legată de structura spectro-
25 microscopică comună printr-un pachet de fibre optice.

Analizorul Raman se compune dintr-o sursă de radiație monocromatică laser, cu emisie
27 continuă la lungimea de undă de 785 nm (domeniu spectral NIR tipizat pentru analiza Raman),
și o unitate spectrometrică miniaturală, echipată cu rețea de difracție fixă și detector spectral
29 de tip Diode-Array, precum și dintr-o parte electronică de procesare date și afișare spectro-
gramă.

31 Sistemul video-microscopic se compune dintr-o sursă de radiație policromatică, o unitate
video cu detector de imagine de tip CCD, și o parte electronică de procesare date și afișare
33 imagine microscopică.

Sonda optică externă este reprezentată de un corp metalic ce se ține în mână și care,
35 în partea inferioară, prezintă un element cilindric străpuns de un grup de fibre optice de
iluminare cu radiație laser monocromatică și radiație policromatică, dispus în jurul unei fibre
37 optice centrale, de preluare a informațiilor spectrale și optice; în continuarea terminațiilor fibrelor
optice, corpul cilindric are înfiletat un obiectiv optic care poate fi schimbat, după dorință, cu un
39 obiectiv optic cu alt ordin de mărire.

Prin aplicarea invenției se obține următorul avantaj: se realizează un spectromicroscop
41 Raman portabil, pentru analiza spectrometrică și microscopică concomitentă și *in situ* a materiei
cercetate.

43 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu figura ce
reprezintă schema de principiu a spectromicroscopului.

45 Echipamentul conform invenției reprezintă o structură modulară formată dintr-un analizor
R Raman și o unitate **V** video, montate într-o carcasă comună, precum și dintr-o sondă **S** optică
47 externă, conectată prin niște fibre optice **F** la analizorul **R** Raman și sistemul **V** video. Analizorul
R Raman se compune dintr-o sursă **1** LASER, cu emisia pe lungimea de undă de 785 nm, și

o unitate spectrometrică **2**, prevăzută cu rețea de difracție fixă și detector diode-array, o unitate electronică **3** de procesare date spectrometrice. Unitatea **V** video se compune dintr-o sursă **4** de radiație policromatică în domeniul vizibil, un sistem **5** video cu detector CCD, o unitate electronică **6** de procesare date video-microscopice. Sonda **S** externă se compune dintr-un corp **7** metalic și un terminal **8** cilindric, ce are înfiletat la extremitate un obiectiv **9** optic, de un anumit ordin de mărire. În partea superioară a corpului sondei intră un pachet de patru fibre optice, din care fibra optică **10**, care se divide în șase fibre optice **11**, aduce radiația LASER de excitație Raman spre proba **12** de analizat, fibra optică **13**, care se divide în șase fibre optice **14**, aduce radiația policromatică de iluminare spre proba **12** de analizat, iar fibra optică **15** transmite informația optică spectrală și informația optică video prin intermediul a două fibre **16** și **17** optice, rezultate din divizare, spre analizorul **R** Raman, respectiv, spre sistemul **V** video. În corpul sondei **S** optice externe, pe traseul fibrei **16** optice, se găsește montat un filtru **18** optic de interferență, acordat pe lungimea de undă de 785 nm, care elimină linia spectrală de emisie a LASER-ului din spectrul Raman. Butonul **19** de pe peretele sondei este destinat declanșării memorării spectrogramei Raman și structurii video-microscopice.

Informațiile spectrale sunt rezultatul emisiei unui spectru Raman ca urmare a excitației probei **12** cu radiație laser **1** monocromatică, iar informațiile de imagistică microscopică sunt rezultatul iradierii probei **12** cu radiație **4** policromatică, și a reflexiei acestei radiații de pe suprafața probei cu informații despre microtopografia acesteia. Sistemul de obținere a informațiilor spectrale și video-microscopice este următorul: proba **12** de analizat este iradiată concomitent cu o radiație laser **1** monocromatică, la lungimea de undă de 785 nm, în domeniul spectral infraroșu apropiat (NIR), și cu o radiație **4** policromatică, în domeniul spectral vizibil (VIZ). În acest scop, din cele două surse de radiație pornește câte o fibră **10**, **13** optică ce se divide în sonda mobilă în câte șase fibre **11**, **14** optice, dispuse radial în jurul fibrei **15** optice centrale, destinată culegerii informațiilor optice transmise de proba **12** de analizat. Dispunerea celor douăsprezece fibre optice în sonda **S** este alternantă, astfel încât pe circumferința cercului de distribuție să existe șase perechi de fibre de iluminare, de tip VIZ-NIR. După culegerea informației optice de pe proba **12** analizată, fibra **15** centrală se divide în două fibre **16**, **17** optice, una făcând legătura cu sistemul video-microscopic **V**, și una făcând legătura cu unitatea spectrometrică a analizorului **R** Raman, pe cel din urmă găsindu-se montat, tot în interiorul sondei, un filtru **18** optic de interferență, acordat pe lungimea de undă de emisie a radiației laser (785 nm), filtru **18** ce realizează eliminarea acestei lungimi de undă de mare intensitate (așa-numita linie Rayleigh) din spectrul Raman, cu scopul măririi rezoluției celorlalte linii spectrale.

Modul de operare este manual și extrem de simplu. După pornirea aparatului și asigurarea timpului minim de încălzire, se apropie încet obiectivul **9** optic de suprafața probei **12** examinate, și se urmărește imaginea video de pe ecranul alfanumeric al aparatului. Atunci când imaginea video-microscopică a structurii este clară, se apasă butonul **19** de achiziție date de pe sonda **S**; rezultatul este introducerea în baza de date a imaginii microscopice vizualizate și a spectrului Raman corespunzător materiei din zona achiziției imaginii video, precum și afișarea acestora pe cele două ecrane. În situația în care ordinul de mărire pentru imaginea video-microscopică nu este satisfăcător, se desfilează obiectivul **9** optic de pe corpul **8** cilindric al sondei **S**, și se înlocuiește cu un alt obiectiv optic, ce prezintă un ordin de mărire mai mare sau mai mic, după dorința operatorului. Atunci când operatorul s-a fixat asupra unui anumit ordin de mărire optică, pe care dorește să-l folosească la un număr mai mare de măsurători, setează dintr-un buton de pe frontul aparatului activarea citirii automate a imaginii video-microscopice și a informației spectrometrice. Din acest moment, pentru orice citire și achiziție de date, operatorul apropie încet sonda **S** de proba **12** de analizat, nefiind necesară urmărirea imaginii

RO 128053 B1

1 video pe ecran. Memorarea optimă a imaginii microscopice și a spectrului are loc în mod
2 automat, atunci când fotocurentul de pe traseul video-microscopic are valoarea maximă.
3 Această situație corespunde cu prezența probei **12** de examinat în punctul focal al obiectivului
4 **9** optic al sondei **S**, ceea ce, din punct de vedere microscopic, corespunde cu o claritate
5 maximă a imaginii video-microscopice și, din punct de vedere spectrometric, cu o densitate
6 energetică maximă a radiației LASER. Comanda automată a achiziției informațiilor imagistice
7 și spectrometrice în punctul focal se realizează prin intermediul derivatei 1-a a fotocurentului
8 (I) în funcție de timpul (t) de apropiere (depărtare) a sondei de probă:

$$\xrightarrow{\text{maxim}} \frac{dI}{dt} = 0$$

11 La maximul fotocurentului valoarea acestei derivate este zero.

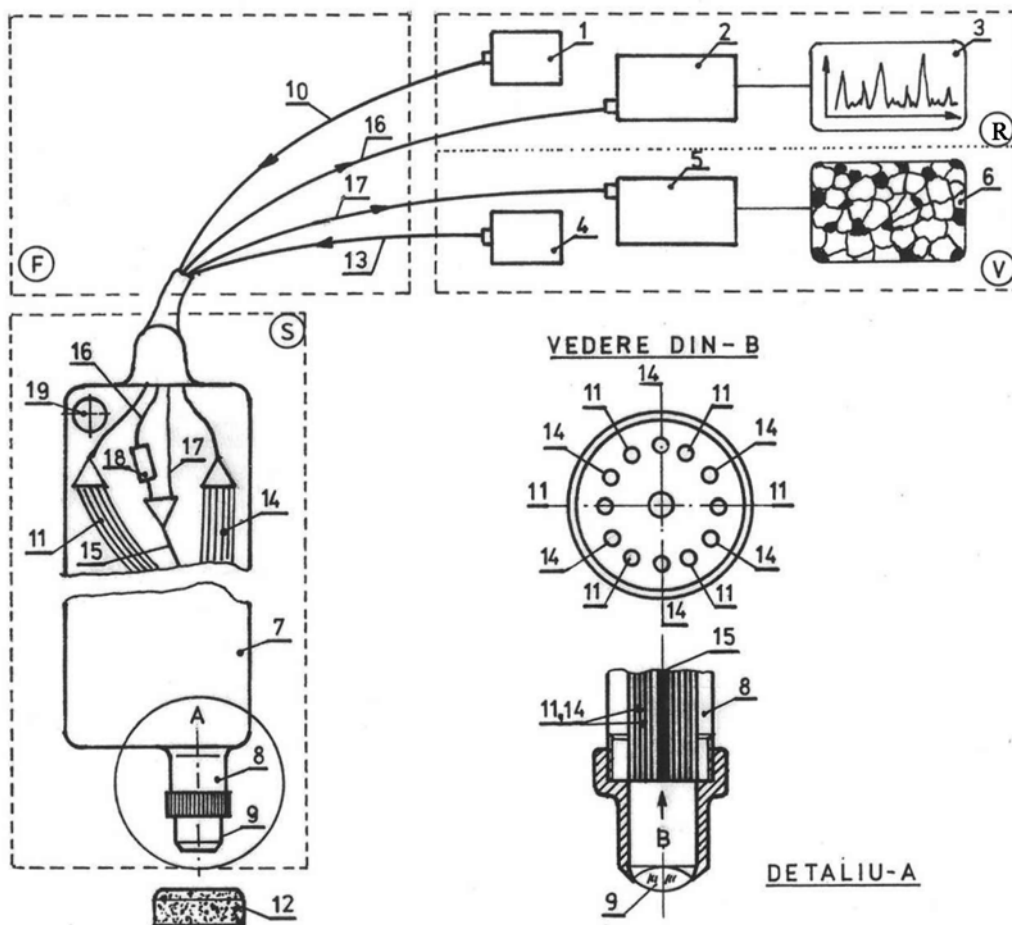
Spectromicroscop Raman portabil, **caracterizat prin aceea că**, în vederea realizării *in situ* a analizei spectrometrice de tip Raman, concomitent cu vizualizarea și examinarea video-microscopică a zonei analizate, este folosită o structură modulară portabilă, formată dintr-un analizor (**R**) Raman, o unitate (**V**) video, precum și dintr-o sondă (**S**) optică externă, conectată prin niște fibre optice (**F**) la analizorul (**R**) Raman și la unitatea (**V**) video, în care:

- analizorul (**R**) Raman se compune dintr-o sursă (**1**) laser cu emisia pe lungimea de undă de 785 nm, o unitate (**2**) spectrometrică prevăzută cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array, și o unitate electronică (**3**) de procesare date spectrometrice;
- unitatea (**V**) video se compune dintr-o sursă (**4**) de radiație policromatică în domeniul vizibil, un sistem (**5**) video cu detector CCD, și o unitate electronică (**6**) de procesare date spectrale;
- sonda (**S**) externă este alcătuită dintr-un corp (**7**) metalic și un terminal (**8**) cilindric, ce are înfiletat, la extremitatea de jos, un obiectiv (**9**) optic, în partea superioară a corpului sondei intră un pachet de patru fibre (**10, 13, 16, 17**) optice, din care fibra optică (**10**) aduce radiația laser de excitație Raman spre o probă (**12**) de analizat, fibra optică (**13**) aduce radiația policromatică de iluminare spre proba (**12**) de analizat, iar fibra optică (**15**) transmite informația optică spectrală și informația optică video, prin intermediul a două fibre (**16** și **17**) optice, spre analizorul (**R**) Raman, respectiv, spre unitatea (**V**) video; în corpul sondei (**S**) optice externe, pe traseul fibrei (**16**) optice, se găsește montat un filtru (**18**) optic de interferență, acordat pe lungimea de undă de 785 nm.

(51) Int.Cl.

G01J 3/44 (2006.01);

G01N 21/65 (2006.01)



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
 Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
 sub comanda nr. 321/2017