



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00908**

(22) Data de depozit: **20.11.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.10.2011** BOPI nr. **10/2011**

(41) Data publicării cererii:
30.07.2010 BOPI nr. **7/2010**

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

(72) Inventatori:
• **GUTT SONIA, STR.VICTORIEI NR.185**
BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO;
• **GUTT GHEORGHE, STR.VICTORIEI**
NR. 185 BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO;
• **GUTT ANDREI, STR.VICTORIEI NR.185**
BIS, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 82768; RO 125797 A2; US 6166804 A

(54) **PROCEDEU ȘI APARAT PENTRU DETERMINAREA
CONCENTRAȚIEI**



RO 125631 B1

1 Inventția se referă la un procedeu și un aparat pentru determinarea concentrației în
condiții de laborator, uzinale sau de teren, a speciilor chimice fluorescente din soluții.

3 Ca fenomen fizic, fluorescența reprezintă o emisie spontană de lumină de scurtă
durată. Fluorescența este specifică unor anumite specii chimice sau biologice și se manifestă
5 atunci când acestea revin la starea energetică stabilă, după ce în prealabil au fost aduse
într-o stare energetică excitată, instabilă, cu ajutorul unei radiații electromagnetice mono-
7 cromatice de o anumită lungime de undă a cărei valoare este specifică unei anumite specii
fluorescente sau unui grup de specii fluorescente. Emisia de fluorescență are loc de regulă
9 la valori ale lungimii de undă mai mari decât cele ale lungimii de undă a radiației de excitație.
Emisia de fluorescență încetează imediat după ce este întreruptă radiația de excitație.

11 Determinarea concentrației speciilor chimice lichide, care prezintă fenomenul de
fluorescență, se realizează iradiind proba cu o radiație electromagnetică monocromatică cu
13 lungimea de undă în domeniul ultraviolet sau albastru, reemisia fonică având loc pe o
lungime de undă a cărei valoare este superioară valorii lungimii de undă de excitație.
15 Intensitatea radiației de fluorescență este proporțională cu concentrația speciei chimice
fluorescente iradiate. Sensibilitatea metodei de măsurare concentrației pe cale Juorometrică
17 este de până la trei ordine de mărime mai mare decât sensibilitatea metodelor spectro-
fotometrice în ultraviolet, considerate de altfel și ele de sensibilitate foarte mare, fluorometria
19 permițând atingerea unor limite de detecție foarte joase pentru urme slabe de specii chimice,
detecții imposibil de realizat prin alte metode ale analizei instrumentale.

21 Pentru determinarea concentrației speciilor chimice fluorescente lichide, sunt folosite
fotometre speciale, la care intensitatea radiației de fluorescență nu se măsoară ca la foto-
23 metrele clasice pe direcția radiației incidente, ci sub un anumit unghi față de această direcție.
Acest unghi are la metodele clasice valoarea de 90° față de direcția radiației incidente. Afară
25 de acest unghi, mai pot fi folosite principial și alte unghiuri de măsurare, inclusiv cel de 180° ,
deoarece fluorescența este tridimensională. Fluorometrele actuale au o structură și un mod
27 de lucru clasic specific spectrofotometriei, astfel, pentru măsurători, se extrage într-un
recipient o probă lichidă, care este transvazată într-o cuvă specială, paralelepipedică, din
29 sticlă de cuarț, unde este fotometrată cu un fotometru de fluorescență, după care are loc
determinarea concentrației speciei fluorescente, prin conversia valorii intensității emisiei
31 spectrale a acesteia, cu ajutorul unei curbe de calibrare, în valori de concentrație.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în definirea unui procedeu și
33 realizarea unui aparat pentru determinarea in situ și rapidă a concentrației unor specii fluo-
rescente prezente într-o soluție, folosind în acest scop o structură modulară portabilă ușor
35 de mânăuit.

Procedeul conform invenției constă în fotometrarea intensității radiației de fluores-
37 cență a soluției de analizat, în timpul curgerii acesteia prin canalul cilindric al unei celule de
curgere, sub acțiunea efectului de pompare a pistonului unei seringi de dozare, soluția de
39 analizat fiind aspirată/refulată in situ din mediul cercetat, prin intermediul unui ac lung de
seringă, măsurarea intensității fluorescenței fiind efectuată la un unghi de 180° față de
41 direcția radiației luminoase incidentente și la un unghi de 90° față de direcția de curgere. În
acest scop este folosit un pachet de fibre optice cuplate la celula de curgere și un mini-
43 spectrometru echipat cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array.

Prin aplicarea în practică curentă a procedeuului descris, sunt posibile următoarele
45 determinări:

1. Determinări de concentrație pentru specii fluorescente în timpul aspirației/refulării
47 soluției de analizat prin intermediul acului de seringă a celulei de curgere și a seringii de dozare.
Acest tip de măsurători sunt recomandate ca tehnici curente în laborator sau la lucrul pe teren.

RO 125631 B1

2. Determinări de concentrație pentru specii fluorescente în condiții de laborator, prin cuplarea pe rând, la celula de curgere, a unor seringi ce conțin specii fluorescente prezente în soluții recoltate pe teren, în condițiile în care analiza in situ ar fi presupus existența unui număr mare de spectrometre și de celule de curgere prezente în același timp în locații diferite.	1 3 5
3. Determinări de concentrație pentru specii fluorescente prezente în soluții tulburi, folosind în acest scop un filtru de unică utilizare, ce dispune de conexiuni conice tipizate cu blocarea desfacerii, conectat între acul de seringă și celula de curgere.	7
4. Dozări volumetrică ale speciei fluorescente, folosind sistemul de pompare și măsurare volumetrică a seringii de dozare, după ce în prealabil a fost determinată fluorometric concentrația după una din situațiile descrise la punctele 1-3.	9 11
Determinarea concentrației speciilor fluorescente cu aparatul conform invenției este posibilă atât în timpul aspirării soluției în seringă, cât și în timpul refulării acesteia, totodată procedeul permite și determinarea concentrației speciilor fluorescente din soluții tulburi, prin trecerea prealabilă a acestora printr-un filtru de unică utilizare, cuplat între acul de seringă și celula de curgere. Achiziția, prelucrarea și afișarea datelor sunt efectuate cu ajutorul unui calculator portabil.	13 15 17
Prin aplicarea invenției, se obțin următoarele avantaje:	
- se asigură ușor și rapid prelevarea probelor lichide și determinarea concentrației unui component fluorescent din acestea, eliminându-se manipulările și transvazările repetate ale probelor, operații specifice metodei clasice de fluorometrare, cu folosirea unor cuve paralelepipedice din sticlă sau din sticlă de cuarț;	19 21
- se oferă posibilitatea analizei rapide și precise a speciilor fluorescente din probe tulburi, folosind un filtru de unică utilizare, determinarea concentrației se poate efectua atât in situ, pentru probe extrase dintr-un reactor chimic sau biochimic, cât și în laborator, pentru seturi de seringi, închise cu capac, ce provin din diverse locații de teren;	23 25
- se asigură o înaltă reproductibilitate a datelor prin faptul că rezultatul final afișat provine din medierea statistică a sute de măsurători a intensității de fluorescență efectuate automat cu ocazia unei absorbții sau a unei refulări a soluției analizate;	27 29
- după determinarea și cunoașterea concentrației speciei chimice sau biologice fluorescente din soluția aspirată în cilindrul seringii de dozare, este posibilă dozarea volumetrică a soluției și inclusiv a speciei fluorescente în scop analitic, folosind seringă de dozare din care se refulează prin manevrarea pistonului un volum de soluție corespunzător unei anumite aplicații ulterioare.	31 33
Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura care reprezintă schema de principiu a aparatului ce stă la baza măsurării concentrației unei specii chimice sau biologice fluorescente, prezentă într-o soluție.	35 37
Procedeul pentru determinarea concentrației constă în fotometrarea intensității radiației de fluorescență a soluției de analizat, în timpul curgerii acesteia prin canalul cilindric al unei celule de curgere, sub acțiunea efectului de pompare a pistonului unei seringi de dozare, soluția de analizat fiind aspirată/refulată in situ din mediul cercetat prin intermediul unui ac lung de seringă, măsurarea intensității fluorescenței fiind efectuată la un unghi de 180° față de direcția radiației luminoase incidente și la un unghi de 90° față de direcția de curgere.	39 41 43
Aparatul pentru aplicarea procedeului se bazează pe o structură modulară compusă dintr-o seringă 1 de dozare, o sursă 2 luminoasă de excitare monocromatică de tip LED, un pachet de șase fibre 3 optice de iradiere, dispuse radial în jurul unei alte fibre 4 optice centrale, o celulă 5 de curgere prevăzută cu un canal c cilindric pentru deplasarea lichidului	45 47

RO 125631 B1

1 analizat, un minispectrometru 6 prevăzut cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array,
o unitate 7 de calcul, un ac 8 de seringă lung și un filtru 9 tipizat de unică utilizare, pentru
3 filtrarea soluțiilor tulburi.

5 Aparatul se bazează pe excitarea energetică a speciei chimice fluorescente din
soluția de analizat, cu ajutorul radiației luminoase transmise de la o sursă de radiație mono-
7 cromatică, cu valoarea lungimii de undă specifică speciilor fluorescente urmărite, prin
intermediul unui pachet de șase fibre optice de iradiere, fiecare cu diametrul de 400 μm. Ira-
9 dierea se face în canalul de curgere perpendicular pe direcția de curgere a soluției analizate.
Radiția de fluorescență ce ia naștere în urma excitării speciei fluorescente din soluția de
11 analizat este preluată și condusă de către o altă fibră optică, situată în centrul pachetului de
fibre de iradiere, spre un detector Diode-Array al unui minispectrometru cu rețea de difracție
13 fixă, cu ajutorul căruia pot fi achiziționate și memorate mii de spectre pe secundă. După
eliminarea automată a valorilor extreme neconforme a intensităților de emisie spectrală
15 maximă și medierea valorilor cu grupare Gauss maximă, are loc extrapolarea valorii medii
a intensității fluorescenței pe o curbă de calibrare specifică speciei chimice urmărite și
afișarea concentrației acesteia pe display-ul spectrometrului și/sau pe cel al unității de calcul.

RO 125631 B1

Revendicări

1

1. Procedeu pentru determinarea concentrației, **caracterizat prin aceea că** acesta constă în fotometrarea intensității radiației de fluorescență în timpul traversării unui canal cilindric al unei celule de curgere sub acțiunea efectului deplasării pistonului unei seringi de dozare, soluția de analizat fiind aspirată/refulată in situ din mediul cercetat prin intermediul unui ac de seringă lung, măsurarea intensității fluorescenței efectuându-se la un unghi de 180° față de direcția radiației luminoase incidente și la un unghi de 90° față de direcția de curgere a lichidului, fiind folosit un pachet de fibre optice, un minispectrometru echipat cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array, precum și un calculator portabil, determinarea concentrației speciilor fluorescente fiind posibilă atât în timpul aspirării soluției în seringă, cât și în timpul refulării acesteia din seringă. 3 5 7 9 11

2. Aparat pentru determinarea concentrației, pentru aplicarea procedurii de la revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că**, în vederea determinării concentrației speciilor chimice fluorescente dintr-o soluție, este folosit un aparat format dintr-un sistem de vehiculare a soluției cercetate, precum și dintr-o structură fotometrică electronică portabilă modulară, compuse, la rândul lor, dintr-o seringă (1) de dozare, o sursă (2) luminoasă de excitare monocromatică de tip LED, un pachet (3) de șase fibre optice de iradiere, dispuse radial în jurul unei alte fibre (4) optice centrale, folosită pentru transmisia radiației de fluorescență către un minispectrometru (6), o celulă (5) de curgere a soluției, prevăzută cu un canal (c) cilindric, pentru deplasarea lichidului analizat sub acțiunea manevrării pistonului seringii (1) de dozare, un ac (8) de seringă lung, un filtru (9) tipizat de unică utilizare, destinat filtrării soluțiilor fluorescente tulburi, precum și dintr-o unitate (7) de calcul. 13 15 17 19 21 23

