

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMÂNIA



(11) **RO 127774 B1**

(51) Int.Cl.

G01J 3/28 (2006.01),

G01J 1/10 (2006.01),

G01N 21/27 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00002**

(22) Data de depozit: **05/01/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/10/2017** BOPI nr. **10/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2012 BOPI nr. **8/2012**

(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 125046 B1; RO 126706 A2;
RO 126705 A2; EP 0682245 A1

(54) **FOTOMETRU AUTOMAT, PENTRU DETERMINAREA
CONCENTRAȚIEI ȘI STUDIULUI MICROSCOPIC
DIN VOLUME REDUSE DE PROBĂ**

Examinator: ing. **MĂNĂLĂ MARIUS OCTAVIAN**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 127774 B1

RO 127774 B1

1 Invenția se referă la un fotometru automat pentru determinarea concentrației și
2 studiului microscopic din volume reduse de probă, destinat determinării automate a
3 concentrației și a imaginii microscopice din volume mici de probă lichidă.

4 În vederea determinării automate a concentrației unei anumite specii chimice dintr-o
5 soluție mono/multicomponent, în condițiile alegerii automate a grosimii de strat la care
6 dependența dintre absorbantă și concentrație este încă liniară, este cunoscut brevetul
7 **RO 125046 B1**. De asemenea, sonda permite sesizarea automată a absenței speciei
8 chimice pe care este acordată lungimea de undă specifică de absorbție, dintr-o soluție
9 oarecare. Pentru a permite utilizarea sondei, în cazul determinării unui număr mai mare de
10 specii chimice, aceasta este prevăzută cu un sistem de schimbare rapidă a unui pachet
11 monobloc de diodă emițătoare - fotodiodă receptoare, acestea fiind acordate pe un anumit
12 domeniu de lungime de undă, specifică unei specii chimice sau biochimice. Dezavantajul
13 principal al acestei soluții este dat de productivitatea scăzută în executarea acțiunilor,
14 majoritatea operațiilor fiind realizate manual.

15 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în determinarea cu precizie
16 ridicată a concentrației unei anumite specii chimice dintr-o soluție, concomitent cu studiul
17 microscopic al unui volum de ordinul microlitrilor din acea soluție.

18 Sistemul conform invenției se constituie dintr-o structură optoelectronică modulară,
19 formată dintr-o sursă de radiație cu LED-uri, un multiplexor optoelectronic comandat, un
20 clește fotometric având un braț articulat mobil, în care se găsește montată o lentilă
21 colimatoare, conectată la o fibră optică, și un braț articulat fix, în care se găsește o altă lentilă
22 colimatoare, prevăzută cu o cavitate cu raza de curbură egală cu valoarea razei de curbură
23 a lentilei colimatoare, conectată la rândul ei la o altă fibră optică, cu scindare în două fibre
24 optice; tot în brațul articulat mobil se mai găsește montat un motor pas cu pas, un senzor
25 incremental de deplasare și un sistem de deplasare de tip șurub-piuliță; în structura
26 fotometrului automat mai intră o fotodiodă cu sistem amplificator, o cameră video cu detector
27 CCD, un set de obiective optice interschimbabile, un calculator electronic, o imprimantă și
28 un program specific aplicației fotometrice și microscopice.

29 Prin aplicarea invenției, se obțin următoarele avantaje:

30 - prin modificarea automată, controlată din aproape în aproape, a grosimii de strat
31 analizat, fotometrul oferă posibilitatea determinării precise a concentrației atât la probe de
32 soluții de concentrație ridicată, fără diluarea acestora, cât și la probe de concentrații reduse,
33 din domeniul urmelor, concomitent cu studiul microscopic al soluției analizate;

34 - fotometrul combinat permite trasarea în câteva minute a familiei de curbe de
35 calibrare realizate în coordonate: absorbantă - **A** optică, grosime - **B** de strat, concentrație
36 - **C** speciei chimice analizate; de asemenea, permite determinarea limitei de liniaritate a
37 absorbantei **A** optice în funcție de grosimea **B** de strat și de concentrația **C** a speciei chimice
38 analizate;

39 - fotometrul combinat prezintă un preț redus deoarece detectorul lui optic este o
40 fotodiodă, și nu un spectrometru.

41 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu fig. 1...4, ce
42 reprezintă:

43 - fig. 1, schema bloc a fotometrului automat;

44 - fig. 2, schema optoelectronică a fotometrului automat;

45 - fig. 3, vedere clește fotometric;

 - fig. 4, familia curbelor de calibrare pentru o specie chimică.

RO 127774 B1

Structură optoelectronică modulară cu fibre optice permite iradierea probei cu o radiație monocromatică, având lungimea de undă specifică speciei chimice analizate, iradiere urmată de analiza fotometrică și imagistică a informației optice transmise prin proba de analizat ce se găsește sub forma unui strat subțire, între două lentile colimatoare mobile, ce pot fi apropiate, respectiv, depărtate una față de cealaltă prin intermediul unui motor pas cu pas comandat. Sistemul optoelectronic folosit este compus, la rândul lui, dintr-o sursă de radiație monocromatică cu LED-uri, fiecare LED având lungimea de undă a radiației de emisie acordată pe lungimea de undă specifică de absorbție a unei anumite specii chimice, un multiplexor optoelectronic care, la comandă, aprinde numai LED-ul cu lungimea de undă specifică speciei analizate, niște fibre optice de iradiere și de preluare a radiației trecute prin probă, dintr-un clește spectrometric, cu distanța reglabilă și măsurabilă între brațe, prin intermediul unui motor pas cu pas, a unui senzor incremental de deplasare. Pe brațul superior al cleștelui spectrometric se găsește montată o lentilă colimatoare miniaturală, cuplată la fibră optică, iar pe brațul inferior se găsește montată o altă lentilă colimatoare, prevăzută cu o cupă în care se picură proba de analizat, având valoarea razei de curbură a cavității egală cu valoarea razei de curbură a lentilei din brațul superior, astfel încât la presarea celor două lentile între ele se închide un strat de lichid de grosime uniformă, reglabilă și măsurabilă precis. Lentila colimatoare inferioară este conectată și ea la o fibră optică ce ulterior se scindează în alte două fibre optice. De pe una dintre fibrele optice scindate este decodată informația fotometrică, folosind o fotodiodă conectată la partea electronică, iar de pe cealaltă fibră optică este decodată informația de imagistică microscopică, folosind o cameră video echipată cu detector CCD, întregul sistem de achiziție, prelucrare și afișare date fiind gestionat de un calculator cu ajutorul unui program specializat.

Fotometrul destinat determinării automate a concentrației și studiului microscopic din volume reduse de probă reprezintă o structură modulară, formată dintr-o unitate **UR** de radiație, legată printr-o fibră optică cu un clește **CF** fotometric cu deplasare automată, legat, la rândul său, printr-o altă fibră optică cu scindare, la o unitate fotometrică **UF**, respectiv, la o unitate microscopică **UM**, toate unitățile fiind conectate la rândul lor la o unitate **UC** de calcul, prevăzută cu un program **Pr** specific. În compunerea unității de radiație **UR** intră o sursă **1** de radiație cu mai multe LED-uri, un multiplexor **2** optoelectronic comandat, în compunerea cleștelui **CF** fotometric cu deplasare automată intră un braț **3** articulată mobil, și un braț **4** articulată fix, un motor **5** pas cu pas, un senzor **6** incremental de deplasare, un sistem **7** de deplasare de tip șurub-piuliță, o lentilă **8** colimatoare, conectată la o fibră optică **9**, o altă lentilă **10** colimatoare, prevăzută cu o cavitate având raza de curbură egală cu valoarea razei de curbură a lentilei **8** colimatoare, conectată la o altă fibră **11** optică, cu scindare în două fibre **12** și **13** optice. În compunerea unității spectrometrice **US** intră o fotodiodă **14** cu sistem de amplificare, destinată transformării informației fotometrice din fibra **12** optică într-un fotocurent proporțional, urmată de amplificarea electronică a acestuia, iar în compunerea unității microscopice **UM** intră o cameră **15** video cu detector CCD, ce realizează decodarea informației optice microscopice din fibra **13** optică, și un set **16** de obiective optice interschimbabile, cu ajutorul cărora se pot realiza diferite ordine de mărire la studiul microscopic. Unitatea **UC** de calcul conține un calculator **17** electronic, o imprimantă **18** și un program **P** specific aplicației. Pe brațul **3** articulată mobil se mai găsește și un buton **19** destinat blocării în poziție ridicată a acestuia, pentru realizarea accesului în vederea curățării lentilei **8** colimatoare și a cuvei lentilei **10** colimatoare.

RO 127774 B1

1 În continuare este redat modul de operare al fotometrului automat, după cum urmează:

3 1. Modul de lucru combinat fotometric-microscopic permite atât determinarea pe cale
5 fotometrică, cu precizie ridicată, a concentrației unei anumite specii chimice sau biologice
7 prezente în soluția de analizat, folosind metoda curbei de calibrare, cât și studiul microscopic
9 al probei analizate, folosind analiza optoelectronică de imagine, astfel:

11 a) pentru determinarea pe cale fotometrică și cu precizie ridicată a concentrației unei
13 anumite specii chimice din soluția analizată, este necesară realizarea familiei curbelor de
15 calibrare. În acest sens se procedează prin setarea lungimii de undă specifice acelei specii,
17 ceea ce duce la comanda automată a multiplexorului **2** în sensul aprinderii LED-ului
19 corespunzător din sursa **1** de radiație, după care se realizează, folosind substanță pură a
21 acelei specii chimice, un set de soluții de concentrații bine cunoscute de valori crescătoare,
23 după aceea se picură o picătură din soluția de calibrare, având concentrația **C**, de valoarea
25 cea mai mică, pe lentila colimatoare **10**, și se inițiază dintr-o tastă a calculatorului **17**
27 electronic începerea măsurării, ceea ce are ca efect determinarea automată a absorbantelor
29 **A** optice, pentru acea concentrație, la diferite grosimi **B** de strat, comandate cu un increment
31 prestabilit de motorul **5** pas cu pas, valoarea absorbantelor optice fiind introdusă, alături de
33 valoarea grosimilor de strat corespunzătoare, în familia curbelor de calibrare. Urmează
35 aceeași procedură pentru următoarea concentrație, până la epuizarea întregului lot de
37 concentrații din soluția de calibrare, urmată de comanda finală, pentru realizarea și afișarea
39 automată a familiei curbelor de calibrare, folosind tripletele de valori: absorbantă **A**,
41 concentrație **C**, grosime **B** de strat, fig. 3, familii în care este evidențiat, tot automat, domeniul
43 de liniaritate pentru fiecare concentrație și grosime de strat. După realizarea familiei curbelor
45 de calibrare, se aduce o picătură din proba **p** de analizat pe lentila colimatoare **10**, și se
inițiază dintr-o tastă a calculatorului **17** electronic începerea măsurării, ceea ce are ca efect
o primă determinare automată a absorbantei optice a cărei valoare este introdusă, alături de
valoarea grosimii de strat corespunzătoare, în familia curbelor de calibrare. Dacă
măsurătoarea se înscrie în zona dependențelor liniare, calculatorul **17** electronic validează
măsurătoarea și determină automat prin extrapolare concentrația speciei analizate, afișând
valoarea acesteia. Dacă valoarea absorbantei optice nu se înscrie în zona dependențelor
liniare, programul calculatorului comandă pornirea motorului **5** pas cu pas, acesta micșorând
grosimea de strat, prin apropierea brațelor **3** și **4**, până când valoarea absorbantei **A** optice
se înscrie în domeniul liniar, după care are loc determinarea automată a concentrației prin
extrapolare, urmată de afișarea valorii acesteia. Curbele de calibrare memorate electronic
pot fi folosite ori de câte ori este nevoie, pentru determinarea concentrației speciei chimice
pentru care au fost realizate. Trebuie menționat că la determinarea concentrației pe cale
fotometrică se întâlnesc două situații:

37 - în prima situație se urmărește câte specii chimice, din numărul celor pentru care
39 sursa **1** de radiație cu LED-uri poate asigura lungimi de undă specifice, sunt prezente în
41 soluția de analizat, după care se decide pentru care dintre aceste specii și în ce ordine se
43 va determina concentrația pe cale fotometrică. În acest scop se inițiază din tastatura
45 calculatorului **17** pornirea multiplexorului **2** optic, ceea ce are ca efect iradierea succesivă
a probei analizate de către sursa **1** de radiație cu LED-uri ce emit fiecare o anumită valoare
a lungimii de undă, specifice unei anumite specii chimice. Pentru fiecare specie chimică
prezentă în soluție va apărea un Peak de absorbantă optică la lungimea de undă specifică
ei. În continuare, pentru a se determina concentrația speciei alese, se procedează ca la
punctul **1a**;

RO 127774 B1

- în cea de-a doua situație, se cunosc natura și numărul speciilor ce se doresc a fi analizate. În acest caz se stabilește ordinea în care se va determina concentrația acestor specii, după care se setează din tastatura calculatorului **17** electronic prima lungime de undă pe care trebuie să o asigure multiplexorul **2** optic din ordinea stabilită, operație urmată de procedura stabilirii familiei curbelor de calibrare descrise la punctul **1a** (face excepție situația în care aceste familii de curbe sunt deja în baza de date, de la determinări anterioare). După realizarea și memorarea familiei curbelor de calibrare, are loc controlul automat al înscrierii valorii absorbantei în domeniul liniar (vezi punctul **1a**), urmat de validarea rezultatului și afișarea concentrației pentru specia chimică analizată. Operațiile se repetă identic pentru determinarea concentrației celorlalte specii chimice, hotărâte a fi analizate, din soluția cercetată;

b) determinarea structurii microscopice se realizează fără îndepărtarea soluției folosite pentru determinarea concentrației, comandând manual, din tastatura calculatorului **17** electronic, motorul **5** pas cu pas, incremente minime de deplasare a brațului **3** articulat mobil în ambele sensuri, ceea ce provoacă deplasarea lentilei **8** colimatoare înspre și dinspre lentila **10** colimatoare, urmărindu-se în mod continuu pe ecran imaginea microscopică a stratului de soluție laminată dintre cele două lentile colimatoare, iar pentru imaginea cu cea mai bună rezoluție se comandă preluarea acesteia în baza de date. Pentru realizarea unui alt ordin de mărire optică, se introduce prima dată în locașul specific, situat între fibra optică **13** și camera **15** video, un obiectiv din setul **16** de obiective optice, corespunzător unui anumit ordin de mărire dorit.

2. Modul de lucru numai fotometric - permite determinarea automată a concentrației speciilor chimice din proba analizată, folosind metoda curbelor de calibrare. În acest scop se aplică modul operator de la punctul **1a**.

3. Modul de lucru numai microscopic - este folosit pentru studiul în exclusivitate microscopic automat al probei **p** cu ajutorul analizei optoelectronice de imagine. În acest scop se introduce prima dată în locașul specific, situat între fibra optică **13** și camera **15** video, un obiectiv din setul **16** de obiective optice, corespunzător unui anumit ordin de mărire dorit, după care se picură o picătură în proba **p** de analizat, în cupa lentilei **10** colimatoare, operație urmată de comanda, din tastatura calculatorului **17** electronic, a servomotorului **5** pas cu pas, ceea ce are ca efect coborârea brațului **3** mobil. Comanda de coborâre se execută atât timp până când pe ecranul calculatorului **17** electronic apare o imagine video clară a structurii microscopice. Atingerea clarității maxime a imaginii microscopice video se obține în continuare comandând repetat și cu pași mici rotația în ambele sensuri a motorului **5** pas cu pas. La obținerea imaginii microscopice cu cea mai bună claritate, se comandă preluarea acesteia în baza de date.

RO 127774 B1

1

Revendicare

3

Fotometru automat, **caracterizat prin aceea că** este constituit dintr-o structură optoelectronică modulară, formată dintr-o sursă (1) de radiație cu LED-uri, un multiplexor (2) optoelectronic comandat, un clește fotometric având un braț (3) articulată mobil, în care se găsește montată o lentilă (8) colimatoare conectată la o fibră (9) optică, și un braț (4) articulată fix, în care se găsește o altă lentilă (10) colimatoare, prevăzută cu o cavitate cu raza de curbură egală cu valoarea razei de curbură a lentilei (8) colimatoare, conectată, la rândul ei, la o altă fibră (11) optică având scindare în două fibre (12 și 13) optice; tot în brațul (3) articulată mobil se mai găsește montat un motor (5) pas cu pas, un senzor (6) incremental de deplasare și un sistem (7) de deplasare de tip șurub-piuliță; în structura fotometrului automat mai intră o fotodiodă (14) cu sistem amplificator, o cameră (15) video cu detector CCD, un set (16) de obiective optice interschimbabile, un calculator electronic, o imprimantă și un program specific aplicației fotometrice și microscopice.

5

7

9

11

13

(51) Int.Cl.
G01J 3/28 (2006.01);
G01J 1/10 (2006.01);
G01N 21/27 (2006.01)

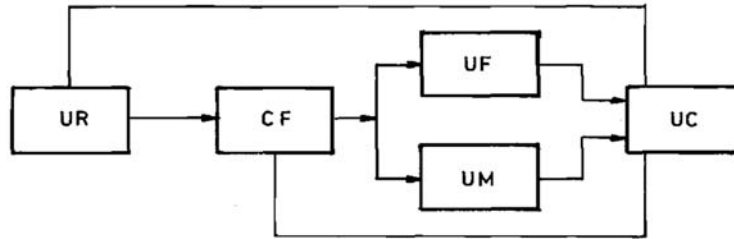


Fig. 1

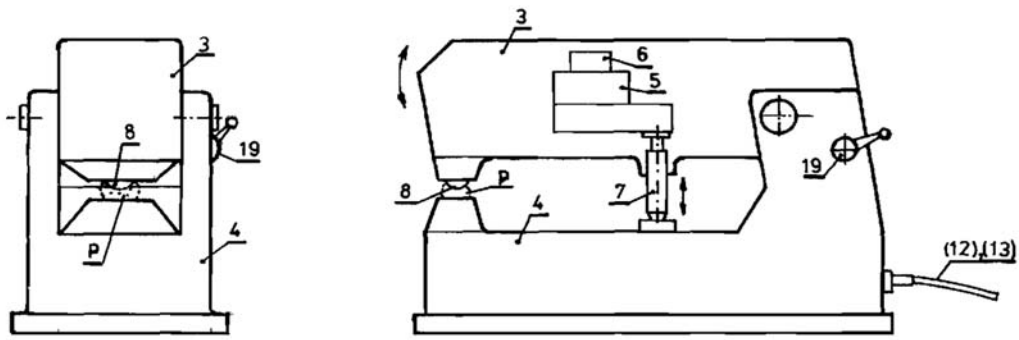


Fig. 3

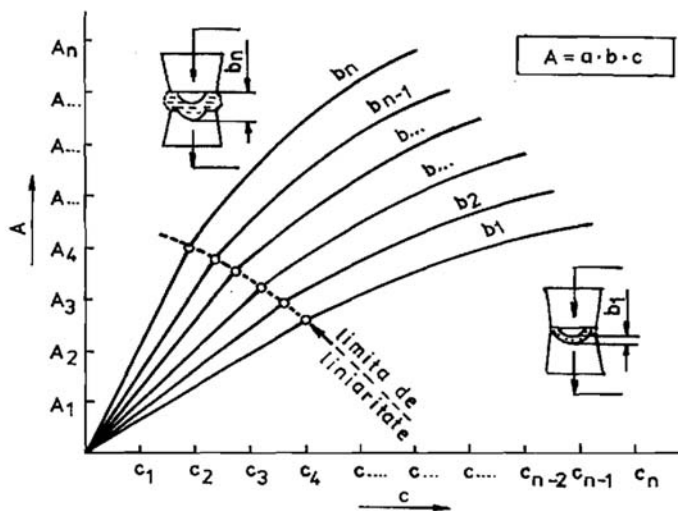


Fig. 4

(51) Int.Cl.
 G01J 3/28 (2006.01),
 G01J 1/10 (2006.01),
 G01N 21/27 (2006.01)

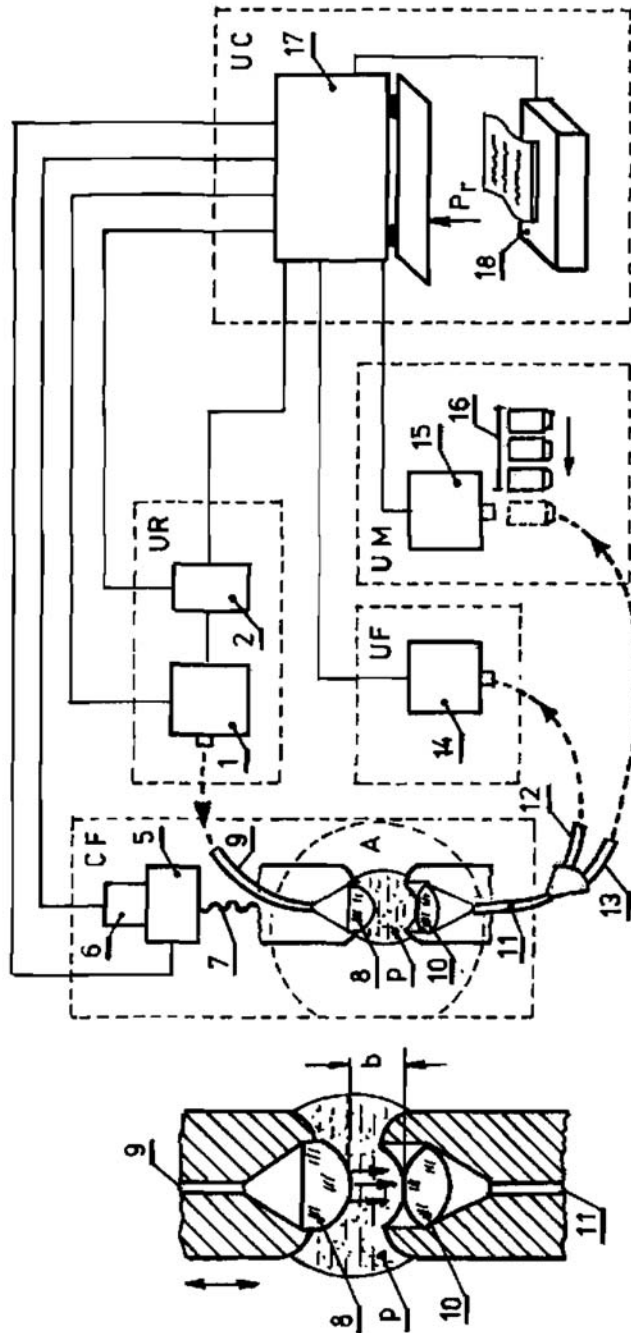


Fig. 2

