



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00513**

(22) Data de depozit: **26/05/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/01/2019** BOPI nr. 1/2019

(41) Data publicării cererii:
29/11/2012 BOPI nr. 11/2012

(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-SCHEIA, SV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
"MEASUREMENT OF SURFACE TENSION
AND CONTACT ANGLE USING ENTROPIC
EDGE DETECTION", WWW.IOP.ORG,
2001; US 4646562

(54) **METODĂ PENTRU DETERMINAREA TENSIUNII**
SUPERFICIALE A UNUI LICHID



RO 127986 B1

1 Invenția se referă la o metodă pentru determinarea tensiunii superficiale a unui lichid în
condiții dinamice.

3 Materializarea metodei se realizează cu un dispozitiv care poate fi un microscop sau
un spectromicroscop clasic, ambele bazate pe principiul reflexiei lumini, echipate cu sistem de
5 achiziție opto-electronică a imaginii, și cu un soft specific de prelucrare a datelor, ce se bazează
pe principiul metodei.

7 În vederea determinării tensiunii superficiale la lichide în condiții dinamice, autoarei îi
este cunoscută o soluție proprie, descrisă în propunerea de invenție intitulată "**Aparat portabil
9 pentru determinarea tensiunii superficiale**", autor **Amariei Sonia, dosar OSIM
A00477/2011**. Soluția se referă la un aparat portabil la care tensiunea superficială a unui lichid
se determină din viteza de mărire a suprafeței libere a unei picături din lichidul analizat, atunci
11 când aceasta este supusă unor vibrații de frecvență joasă și de amplitudine mică. Vibrarea
13 picăturii de lichid se realizează cu un sistem electrodinamic, iar măsurarea suprafeței libere a
picăturii se realizează cu ajutorul unei camere video dispusă în partea de jos a aparatului, și al
15 unui soft specializat. Cu toate că echipamentul prezintă noutate și progres, acesta are și un
dezavantaj care se reflectă în faptul că structura de măsurare, de natură optoelectronică și
17 electrodinamică complexă, prezintă un preț de cost ridicat.

19 În vederea determinării dinamice a tensiunii superficiale a lichidelor, autoarei propunerii
de invenție îi mai sunt cunoscute și următoarele materiale opozabile:

21 *Metoda stalagmometrică și metoda analizei unghiului de contact.* La metoda
stalagmometrică (**Documentul ISO 304:1985 (en) "Surface active agents - Determination
of surface tension by drawing up liquid films"**), determinarea tensiunii superficiale γ a unui
23 lichid studiat care curge gravitațional printr-un tub capilar corespunzător se poate face în trei
moduri:

25 1. gravimetric, prin cântărirea masei m de lichid scurs din capilară sub forma unui număr
 n de picături pe o sticlă de ceas plasată pe platanul unei balanțe analitice:

$$27 \quad \gamma = f \cdot m/n \quad (1)$$

unde f reprezintă un factor, determinat prin calibrare folosind un lichid de referință cu tensiune
29 superficială cunoscută. Dezavantajul metodei constă în lipsa automatizării și în necesitatea unei
balanțe analitice de mare precizie;

31 2. volumetric, prin măsurarea volumului V de lichid de densitate ρ scurs din capilară sub
forma unui număr n de picături (**Documentul ASTM D2285-99, "Standard Test Method for
33 Interfacial Tension of Electrical Insulating Oils of Petroleum Origin Against Water by the
Drop-Weight Method"**):

$$35 \quad \gamma = f \cdot V \cdot \rho/n \quad (2)$$

unde f reprezintă un factor determinat prin calibrare, folosind un lichid de referință cu tensiune
37 superficială cunoscută. Dezavantajul metodei constă în lipsa automatizării, necesitatea
numărării picăturilor desprinse de pe tubul capilar, necesitatea cunoașterii densității ρ a
39 lichidului studiat, precum și imprecizia relativ mare, caracteristică măsurătorilor volumetrice;

41 3. determinarea prin analiză dinamică video de creștere în timp a volumului V a unei
picături ce se formează la suprafața de jos a capilareii, din momentul desprinderii picăturii
precedente până în momentul desprinderii picăturii studiate (**Documentul "Use of the pendant
43 drop Method to Measure interfacial tension between molten polymers"**, autori **Emerson Y.
Arashiro, Nicole R. Demarquette, Material Research, Vol. 2, No. 1, 1999, pp. 23-32** și
45 **Documentul "Measurement of surface tension and contact angle using entropie edge
detection"**, autori **C Atae - Allah, M Cabrerizo - Vilchez s.a., Meas. SCI. Tehnol., 12, 2001,**
47 **pp. 288-298**).

RO 127986 B1

Calcularea tensiunii superficiale se face pe baza relației: 1

$$\gamma = f \cdot V \cdot \rho \quad (3)$$

unde f reprezintă un factor determinat prin calibrare, folosind un lichid de referință cu tensiune superficială cunoscută. Această metodă permite automatizarea avansată, însă presupune folosirea unor soft-uri performante, încă nestandardizate, pentru corelarea dinamică a evoluției volumului picăturii de lichid în timp, având în vedere că din momentul formării ei până la momentul desprinderii ei geometria acesteia este variabilă, și diferă totodată de la o specie chimică la alta. 3 5 7

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în definirea unei metode bazate pe determinarea tensiunii superficiale a unui lichid pe baza vitezei de creștere a ariei A a suprafeței plane a unei picături din lichidul analizat, sub acțiunea unei oscilații sinusoidale. 9 11

Această problemă tehnică se rezolvă printr-o metodă pentru determinarea tensiunii superficiale a unui lichid, caracterizată prin aceea că este constituită din următoarele etape: 13

- se depune o picătură din lichidul analizat pe un sistem electrodinamic folosit pentru vibrarea mecanică a picăturii, care se amplasează pe o masă de lucru a unui microscop optic de reflexie, sau a unui stereomicroscop de reflexie, astfel încât picătura de lichid analizat să se găsească în punctul optic focal al obiectivului optic; 15 17

- se pornește vibrarea picăturii printr-o comandă de la calculatorul electronic, achiziționându-se automat valori ale ariei suprafeței picăturii, în timpul de măsurare considerat doar pe zona liniară a evoluției ariei suprafeței picăturii, limita de liniaritate fiind sesizată automat, pe baza tendinței spre zero a valorii derivatei întâia a ariei suprafeței picăturii de lichid analizat; 19 21

- se determină valoarea tensiunii superficiale de către calculatorul electronic, prin prelucrarea datelor achiziționate, aria suprafeței picăturii și timpul de măsurare, și apoi se afișează pe ecran valoarea acesteia. 23 25

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- se obține avantajul unui mijloc performant pentru determinarea dinamică a tensiunii superficiale a lichidelor, cu aplicații îndeosebi în industria detergenților, în industria alimentară și în cercetarea privind elaborarea de noi materiale antiaderente; 27 29

determinarea tensiunii superficiale a lichidelor pe baza vitezei de creștere a ariei suprafeței unei picături de lichid studiat permite un regim de lucru complet automat; 31

- prin eliminarea domeniului neliniar și luarea în considerare numai a domeniului evoluției liniare a ariei suprafeței picăturii de lichid analizate în funcție de timp (număr de impulsuri mecanice), se obține o precizie ridicată a determinărilor; 33

- utilizarea dispozitivului conform invenției, în combinație cu un microscop optic de reflexie, sau a unui stereomicroscop de reflexie, bazate pe principiul reflexiei luminii, duce la obținerea unui mijloc performant, cu preț de cost redus întrucât după determinarea tensiunii superficiale și ridicarea dispozitivului de pe masa de lucru aceste aparate optoelectronice sunt redare imediat scopului lor inițial, ca fiind mijloace folosite pentru studiul microscopic al materiei. 35 37 39

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu:

- fig. 1, ce reprezintă evoluția ariei suprafeței în timp pentru o picătură de lichid analizat vibrată un anumit timp, și 41

- fig. 2, ce reprezintă schema de principiu a dispozitivului și schema de măsurare optoelectronică a suprafeței picăturii examinate. 43

RO 127986 B1

1 Metoda conform invenției, folosită pentru determinarea tensiunii superficiale (γ) a unui
lichid, constă în exprimarea acesteia prin viteza de creștere (v) a ariei (A) a suprafeței plane a
3 unei picături din lichidul analizat, depusă pe o lamelă metalică, vibrată la rândul ei electro-
dinamic sub acțiunea unei oscilații sinusoidale, de frecvență și amplitudine constante. Relațiile
5 de legătură sunt:

$$v = \frac{dA}{dt} \quad (4)$$

$$\gamma = K \cdot \frac{1}{v} \quad (5)$$

11 unde (K) reprezintă o constantă ce ține seama de frecvența oscilației, de amplitudinea oscilației,
de temperatura de lucru și de natura speciei chimice lichide analizate. În cazul metodei propuse,
13 pentru frecvență de vibrație și de achiziție de imagine se propune valoarea de 18 Hz, specifică
majorității camerelor video. Aceeași frecvență se aplică și oscilatorului electrodinamic prin
15 generatorul de frecvență. Corelarea perfectă a celor două frecvențe se face prin intermediul
unui comparator electronic de fază și frecvență. Temperatura de referință pentru determinarea
17 tensiunii superficiale va fi de 20°C. Valorile tensiunilor superficiale determinate la alte
temperaturi vor fi corectate cu un factor de corecție luat, ca și la alte metode clasice de
19 determinare a tensiunii superficiale, din tabele furnizate de producătorul aparatului, sau se va
face automat corecția valorii măsurate a tensiunii superficiale cu temperatura. În cel din urmă
21 caz, tabelele de corecție sunt introduse sub formă de tabele electronice în soft, de către
producător, rolul operatorului fiind doar acela de a introduce valoarea temperaturii la care se
23 face determinarea.

Pentru a elimina domeniul neliniar din curba de evoluție a ariei suprafeței picăturii de
25 lichid analizate, garanția unei precizii ridicate, prin soft se calculează, pe parcursul vibrației
picăturii de lichid în mod continuu, derivata întâia a ariei A a suprafeței picăturii în funcție de
27 timpul t . Atunci când evoluția curbei tinde spre maximum, valoarea derivatei tinde spre zero. La
apariția acestei tendințe, în mod automat este luată în calcul acea arie a suprafeței picăturii și
29 acel timp (punctul D din fig. 1). Pentru cazul concret al fig. 1, în punctul D rezultă: viteza de
creștere v a valorii ariei A a suprafeței picăturii fiind dată de panta dreptei (tangenta
31 unghiului α):

$$\frac{dA_2}{dt_2} \rightarrow 0 \quad (6)$$

$$v = tg\alpha = \frac{A_2}{t_2} \quad (7)$$

37 Pentru determinarea tensiunii superficiale, folosind metoda conform invenției, se aplică
oscilații mecanice sinusoidale unei picături de lichid analizat, și se realizează achiziția unei
39 imagini video la fiecare sinusoidă completă a oscilației. În acest scop, frecvența de oscilație este
sincronizată cu frecvența de achiziție optoelectronică a imaginilor, domeniul frecvenței de lucru
41 situându-se în zona zecilor de Hz, aceasta reprezentând practic viteza de achiziție a
frame-urilor camerei video a microscopului sau a stereomicroscopului. Așa cum s-a menționat
43 deja, se recomandă frecvența de 18 Hz, acest lucru nu exclude folosirea unor frecvențe
superioare de achiziție de către potențialii producători care materializează invenția. Egalitatea
45 celor două frecvențe face ca fiecărei sinusoidă a oscilației mecanice a picăturii să-i corespundă
o imagine video a ariei A a suprafeței picăturii, arie care este calculată la rândul ei în mod
47 automat, pe baza numărului de pixeli din conturul ce descrie picătura, număr înmulțit cu

RO 127986 B1

suprafața unui pixel, cea din urmă mărime fiind indicată de producătorul camerei video din dotarea microscopului sau stereomicroscopului, în documentația tehnică a acestora. Din numărul de pixeli la un moment dat, microprocesorul aparatului calculează suprafața picăturii și o raportează la acel timp, rezultând viteza v de creștere a suprafeței, definită de relația (4); în continuare este calculată tot automat tensiunea superficială cu ajutorul relației (5).

Dispozitivul pentru aplicarea metodei este un echipament electrodinamic compact, realizat cu ajutorul unui magnet continuu și al unei bobine mobile fixată pe o membrană metalică elastică, în centrul căreia este plasată picătura de lichid analizată. Dispozitivul se așază pe masa unui microscop sau a unui stereomicroscop, bazate ambele pe principiul reflexiei luminii, astfel încât picătura lichidă să se centreze pe axa optică a obiectivului microscopului sau stereomicroscopului, evoluția suprafeței picăturii în timpul vibrației fiind urmărită și înregistrată prin sistemul optoelectronic video ce aparține microscopului sau stereomicroscopului, iar procesarea informațiilor fiind realizată printr-un soft elaborat special pentru aplicație.

Dispozitivul pentru aplicarea metodei este format dintr-un corp **1** metalic, pe care este montată o membrană **2** elastică, metalică, prinsă pe un tub **3** cilindric nemetalic, pe care se găsesc înfășurate spirele **4** ale unei bobine electrice, care se poate deplasa fără frecare în interstițiul dintre un magnet **5** continuu și un miez **6** magnetic din oțel moale. În zona centrală a membranei **2** metalice este lipit nedemontabil un disc **7** subțire, din oțel inoxidabil, în centrul căruia este plasată o picătură **8** din lichidul analizat. Dispozitivul se găsește poziționat pe masa **9** a unui microscop optic metalografic în a cărui compunere mai intră sistemul optic de achiziție și prelucrare date, format dintr-un obiectiv **10** optic, o sursă **11** de radiație policromatică, un colimator **12** optic, o oglindă **13** semitransparentă, o prismă **14** optică, unul sau două oculare **15** optice, un detector **16** de imagine de tip CCD, o unitate **17** electronică, un calculator **18** electronic și o imprimantă **19** electronică.

Modul de lucru constă în operații simple, succesive, după cum urmează:

- se pornește microscopul sau stereomicroscopul împreună cu calculatorul **18** electronic, ce are instalat softul specializat care gestionează optoelectronica de achiziție și de prelucrare date;

- se poziționează dispozitivul pe masa **9** a microscopului sau a stereomicroscopului, astfel încât axa optică a acestora să cadă aproximativ pe centrul discului **7** subțire din oțel inoxidabil;

- cu o pipetă sau un dispenser se depune o picătură **8** din lichidul analizat pe discul **7**;

- se manevrează masa **9** a microscopului sau a stereomicroscopului pe verticală, până când picătura de lichid se găsește în punctul optic focal al obiectivului optic al unuia dintre aceste aparate. Situarea picăturii **8** în punctul focal corespunde unei imagini clare a conturului acesteia pe ecranul calculatorului **18** electronic;

- în vederea eliminării abaterii optice de paralaxă, masa **9** a microscopului sau a stereomicroscopului, împreună cu dispozitivul conform invenției, se deplasează pe orizontală până când imaginea optoelectronică a picăturii **8** se situează în centrul ecranului calculatorului **18** electronic;

- se repetă reglarea pe verticală, în vederea obținerii unei imagini clare pe ecranul calculatorului **18** electronic;

- prin tastatura calculatorului **18** electronic se pornește vibrarea picăturii **8** și achiziția automată a perechilor de valori ce reprezintă aria A a suprafeței picăturii și timpul t corespunzător;

- se afișează pe ecranul calculatorului **18** electronic valoarea calculată a tensiunii superficiale și curba din fig. 1.

RO 127986 B1

Revendicare

1
3
5
7
9
11
13
15

Metodă pentru determinarea tensiunii superficiale a unui lichid, **caracterizată prin aceea că** este constituită din următoarele etape:

- se depune o picătură **(8)** din lichidul analizat pe un sistem electrodinamic folosit pentru vibrarea mecanică a picăturii, care se amplasează pe o masă **(9)** de lucru a unui microscop optic de reflexie, sau a unui stereomicroscop de reflexie, astfel încât picătura **(8)** de lichid analizat să se găsească în punctul optic focal al obiectivului **(10)** optic;

- se pornește vibrarea picăturii **(8)** printr-o comandă de la calculatorul **(18)** electronic, achiziționându-se automat valori ale ariei (A) suprafeței picăturii **(8)**, în timpul (t) de măsurare considerat doar pe zona liniară a evoluției ariei (A) suprafeței picăturii **(8)**, limita de liniaritate fiind sesizată automat pe baza tendinței spre zero a valorii derivatei întâia a ariei (A) suprafeței picăturii **(8)** de lichid analizat;

- se determină valoarea tensiunii superficiale de către calculatorul **(18)** electronic, prin prelucrarea datelor achiziționate, aria (A) suprafeței picăturii **(8)** și timpul (t) de măsurare, și apoi se afișează pe ecran valoarea acesteia.

(51) Int.Cl.

G01N 13/02 (2006.01),

G01B 11/10 (2006.01)

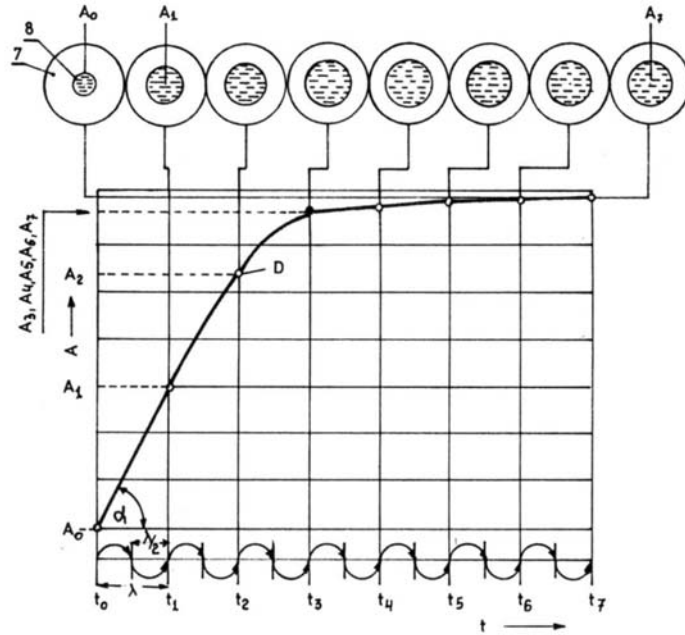


Fig. 1

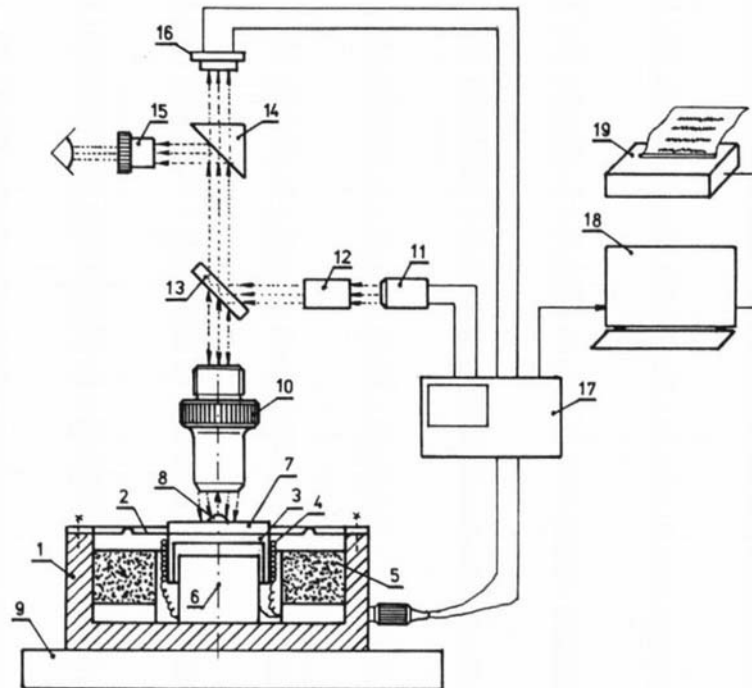


Fig. 2

