



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00849**

(22) Data de depozit: **23.10.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.01.2015** BOPI nr. 1/2015

(41) Data publicării cererii:
30.05.2013 BOPI nr. 5/2013

(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

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 6330062 B1; US 7365855 B2;
EP 1415140 B1

(54) **SISTEM INTERFEROMETRIC**



RO 128423 B1

1 Invenția se referă la un sistem interferometric, pentru determinarea, cu precizie ridicată, a creșterii de masă, respectiv, a grosimii de strat, prin rezonanță plasmonică de suprafață.

3 În scopul determinării creșterii de masă, respectiv, a grosimii filmelor, în zona activă a biosenzorilor, sunt folosite, pe lângă balanțe piezoelectrice, și aparate sau echipamente bazate pe rezonanță plasmonică de suprafață, care permit măsurarea unor variații de masă în domeniul 10^{-15} g sau a unor grosimi de strat în domeniul nanometrilor.

7 Din punct de vedere științific, este cunoscut faptul că metale ca aurul sau argintul prezintă la suprafață un nor de electroni liberi, denumiți plasmoni. Atunci când sunt îndeplinite condițiile de rezonanță între fotonii radiației monocromatice incidente și norul de electroni plasmonici, fotonii reflectați de pe stratul de aur pierd energia consumată pentru menținerea rezonanței, iar unghiul de reflexie nu mai este egal cu cel teoretic, dat de legea lui Snellius, ci are o valoare mai mare (radiația prezintă un unghi suplimentar de refracție). Valoarea unghiului de refracție redă intensitatea rezonanței plasmonice de suprafață. Printr-un așa-numit "câmp evanescent", norul de electroni plasmonici de pe suprafața stratului de metal depus pe prismă este influențat, foarte sensibil, de modificările extrem de reduse ale unei structuri masice ce se găsește pe cealaltă față (exterioară) a stratului metalic. Asemenea modificări influențează condiția de rezonanță a radiației luminoase incidente cu norul de electroni, ducând la o mărire suplimentară a valorii unghiului de refracție, proporțională cu modificarea masică. Acest efect constituie baza determinării masei, respectiv, a grosimii de strat, prin rezonanță plasmonică de suprafață (*Surface Plasmon Resonance - SPR*, în limba engleză în original).

21 Tehnica analitică de folosire a rezonanței plasmonice de suprafață (SPR) constă din emisia, cu o diodă laser, a unei prisme monocromatice, sub un anumit unghi, de obicei, perpendicular pe suprafața laturii prisme, radiația reflectându-se pe latura adiacentă, acoperită cu un strat foarte subțire de metal (zeci de nanometri), de regulă, aur sau argint, sub un alt unghi decât cel de incidență. Măsura diferenței dintre unghiul de incidență și unghiul de reflexie este dată de unghiul de refracție suplimentar, ce apare față de unghiul teoretic de reflexie (conform legii lui Snellius, unghiul teoretic de reflexie ar trebui să fie egal cu unghiul de incidență). Unghiul de refracție apărut depinde de natura metalului depus pe o față a prisme, de grosimea acestui metal, de grosimea speciilor moleculare, depuse intenționat, cu scop de captor, pe fața metalică, precum și de grosimea (masa) speciilor urmărite, care aderă la speciile moleculare, depuse voit, ca urmare a unor mecanisme specifice de legare.

31 Având în vedere că trei dintre aceste dependențe sunt constante în condițiile date, dependența unghiului de refracție, de speciile care aderă la stratul depus pe fața metalizată, este cea care permite folosirea acestei proprietăți, pentru determinarea unor variații masice, respectiv, de grosime de strat, extrem de mici, de pe suprafața metalizată, exterioară, a prisme, prin măsurarea unghiului de refracție, ca abatere de la valoarea teoretică a unghiului de reflexie a radiației reflectate de pe suprafața interioară a depunerii metalizate.

37 În practică, se depune, pe suprafața exterioară a stratului metalic al prisme optice, un strat aderent, cu o grosime de circa 100 nm, format, de regulă, din carboximetril dextran. În stratul aderent, pot fi mobilizați parteneri de legare din specii chimice sau biologice foarte diferite. În cazul clasic, aceștia sunt anticorpi orientați spre o anumită proteină din mediul lichid sau gazos, analizat, pe care o leagă specific, rezultând produse ce provoacă creșteri masice pe suprafața metalizată a prisme, creșteri care, la rândul lor, sunt măsurate extrem de sensibil, prin tehnica SPR.

45 Brevetul **US 6330062 B1** descrie un senzor al gradului de adsorbție prin spectroscopie cu rezonanță plasmonică de suprafață (SPR), care folosește transformata Fourier. Senzorul include un interferometru Michelson, convențional, un instrument SPR, mijloace optice precum cel puțin o lentilă de focalizare și un polarizator, precum și un detector. Fasciculul luminos de lucru, care iese din interferometrul Michelson, după ce a fost scindat printr-un divizor optic și

RO 128423 B1

recombinat ulterior, este trimis la instrumentul SPR, la care, prin intermediul unui polarizator și al unei combinații de lentile, este orientat spre o celulă de test, care include un film metalic (de preferință, din Au, Ag sau Cu), pe a cărui primă suprafață, este dispusă mostra de test (în strat subțire), iar pe fața opusă filmului, se află o prismă triunghiulară, prin care fasciculul luminos polarizat este orientat pe filmul metalic, pentru ca, ulterior, filmul reflectat SPR să fie orientat spre o altă lentilă de focalizare, de unde este transmis la detector. Semnalul de ieșire al detectorului constituie o interferogramă și este procesat, folosind transformata Fourier, cu ajutorul unui procesor.

Aceste soluții constructive au, în general, următoarele dezavantaje: în locul radiației monocromatice, folosesc lumină polarizată, ca atare, necesită existența mai multor lentile de focalizare sau colimatoare, ceea ce se traduce prin complexitate constructivă. De asemenea, folosirea unui interferometru Michelson, pentru a produce două fascicule de radiație, este o soluție mult prea scumpă.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în determinarea de înaltă fidelitate a lungimii de undă a radiației refractate.

Invenția rezolvă problema tehnică prin aceea că o diodă laser emite un fascicul luminos, transmis prin intermediul unei fibre optice și divizat în două fascicule paralele, dintre care cel de referință ocolește, printr-o primă ramură, o prismă optică SPR și ajunge într-un sumator optic, iar celălalt fascicul, cel de lucru, este îndreptat, prin intermediul celei de-a doua ramuri, perpendicular pe o față transparentă a prisme optice, se reflectă pe depunerea de aur sau argint și părăsește prisma printr-o a treia față transparentă a acesteia, ajunge la o lentilă convergentă, ce focalizează radiația pe o fibră optică, care, la rândul ei, se unește, printr-un sumator optic, cu prima ramură de fascicul ce transportă fasciculul de referință, urmând ca cele două semnale luminoase să cadă, după unire, pe o oglindă semitransparentă a unui interferometru, pentru ca drumul optic, eventual mai lung, parcurs de fasciculul de lucru, să fie compensat de o deplasare proporțională, prin intermediul unui motor piezoelectric, liniar, care deplasează o oglindă mobilă, cu reflexie totală, având, ca rezultat, obținerea unei interferograme prin procesarea semnalului provenit de la un detector fotoelectric, printr-o unitate centrală electronică și cu ajutorul unei unități de procesare de date, folosind transformata Fourier.

Avantajele invenției constau în următoarele:

- face posibilă măsurarea masei și a grosimii de strat, cu rezoluții și precizii net superioare față de metoda clasică, goniometrică, a măsurării unghiului de refracție;

- măsurarea are loc în mod continuu, nefiind nevoie de goniometrarea manuală sau automată a unghiului de refracție, cu efecte deosebit de favorabile asupra urmăririi proceselor cinetice;

- prin măsurarea instantanee a circa 10^3 valori diferite de frecvență, caracteristică specifică sistemelor interferometrice cu transformată Fourier, viteza de determinare experimentală crește enorm, cu aproximativ același ordin de mărime;

- se obține un raport semnal/zgomot foarte bun, caracteristic metodelor spectrale cu transformată Fourier.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1 și 2, care reprezintă:

- fig. 1, schema de principiu a sistemului interferometric de măsurare a masei, respectiv, a grosimii de strat, prin rezonanță plasmonică de suprafață, conform invenției;

- fig. 2, detaliul A din fig. 1, referitor la propagarea radiației într-o structură de rezonanță plasmonică de suprafață și în fibra optică de legătură cu interferometrul.

Sistemul interferometric, conform invenției, se prezintă sub forma unei structuri modulare, alcătuită dintr-o sursă de radiație, de tip diodă laser **1**, o fibră optică **2**, scindată, prin intermediul unui divizor optic **3**, într-o primă ramură **4**, pentru transmiterea unui fascicul luminos de referință, și o a doua ramură **5**, pentru transmiterea unui fascicul luminos de lucru. Sistemul

RO 128423 B1

1 mai cuprinde un ansamblu de măsurare a unghiului de refracție prin tehnica SPR, alcătuit dintr-
o prismă optică **6**, cu o depunere **7**, subțire, de aur sau de argint, peste care este depus un strat
3 **8**, de aderență, precum și o substanță activă **9**, pentru fixarea mostrei **10**, chimice sau biologice,
urmărită. În continuare, sistemul mai are o lentilă **11**, de focalizare, o fibră optică **12**, de transmi-
5 tere a fascicului luminos de lucru, un sumator optic **13** și o altă fibră optică **14**. În plus, există
un interferometru Michelson, format, la rândul lui, dintr-o oglindă **15**, semitransparentă, o
7 oglindă **16**, mobilă, cu reflexie totală, un motor **17**, piezoelectric, liniar, o oglindă **18**, cu reflexie
totală, un detector fotoelectric **19**, o unitate centrală, electronică **20** și o unitate de procesare
9 de date **21**, prevăzută cu un program de calcul pentru achiziția și prelucrarea datelor, precum
și pentru transformata Fourier.

11 Sistemul funcționează, după cum urmează: radiația monocromatică, emisă de dioda
laser **1**, prin intermediul fibrei optice **2**, este divizată în două fascicule paralele, dintre care unul,
13 de referință, ocolește, prin fibra optică **4**, un ansamblu de măsurare a unghiului de refracție prin
tehnica SPR și ajunge în sumatorul optic **13**. Celălalt fascicul, de lucru, este îndreptat, prin
15 intermediul fibrei optice **5**, spre ansamblul SPR, unde cade perpendicular pe o față transparentă
a prisme optice **6**, se reflectă pe depunerea **7**, de aur sau argint, depusă în strat subțire pe o
17 altă față a prisme și părăsește prisma **6** printr-o a treia față transparentă a acesteia. De aici,
ajunge la o lentilă **11**, optică, convergentă, ce focalizează radiația pe fibra optică **12**, care, la
19 rândul ei, se unește, prin sumatorul optic **13**, cu fibra optică **4**, ce transportă fasciculul de refe-
rință, urmând ca cele două semnale luminoase să cadă, după unire, pe oglinda **15**, semitrasp-
21 parentă, a interferometrului Michelson.

Atunci când drumurile optice, parcurse de cele două fascicule, sunt identice, este
23 îndeplinită condiția de interferență, intensitățile luminoase se sumează, iar semnalul detectorului
19, dat sub formă de fotocurent, este maxim.

25 Devierea unghiului de refracție a fascicului luminos de la valoarea unghiulară inițială,
ca urmare a creșterii masei depuse pe stratul de aur sau argint, face ca acesta să cadă, la
27 rândul său, sub un alt unghi pe lentila **11**, optică, de focalizare și, corespunzător, și focalizarea
pe fibra optică să aibă loc sub un alt unghi. În aceste condiții, drumul parcurs în fibră, prin
29 reflexie totală, repetată, pe pereții acesteia (modul specific de transmitere a radiației luminoase
prin fibre optice) este diferit de situația anterioară, respectiv, situația când nu există creștere
31 masică. La mărirea unghiului de incidență a radiației în fibra optică, fasciculul luminos de lucru
parcurge un drum mai lung și sosește cu întârziere față de fasciculul de referință, fiind diminuat
33 corespunzător și nivelul semnalului electric al detectorului **19**.

În interferometrul Michelson, drumul optic mai lung, parcurs de fasciculul de lucru, este
35 compensat de o deplasare proporțională, prin intermediul motorului **17**, piezoelectric, liniar, a
oglinzii **18**, cu reflexie totală, deplasare în urma căreia se obțin interferograme, în coordonate
37 intensitate-timp, convertite, la rândul lor, în spectrograme, în coordonate intensitate-frecvență,
prin intermediul unei funcții de transformare Fourier (numită și transformata Fourier).

39 Din aceste spectrograme, se obțin, prin extrapolarea automată a vârfurilor pe abscisă,
valorile frecvențelor care corespund valorilor unghiurilor de refracție θ dintr-o diagramă clasică
41 SPR.

Rezoluția de măsurare, obținută prin sistemul interferometric, conform invenției, se
43 situează la nivelul jumătății valorii lungimii de undă, folosită pentru iradiere, $\lambda/2$ (rezoluția
maximă care se poate obține la interferometria optică) și este cu circa $10 \dots 10^2$ ori mai bună
45 decât la măsurarea goniometrică, clasică, a unghiului de refracție, cu efect direct și asupra
preciziei de măsurare a masei, respectiv, a grosimii de strat a speciilor urmărite.

RO 128423 B1

Revendicare

1

Sistem interferometric, destinat determinării unei creșteri de masă sau a grosimii unei mostre de test, de natură chimică sau biologică, constituit dintr-o sursă de radiație (1), un divizor optic (3), o prismă optică (6) cu o depunere (7) subțire de aur sau argint, un strat (8) de aderență, precum și o substanță activă (9), pentru fixarea mostrei de test (10), o lentilă (11) de focalizare, precum și un interferometru cu o oglindă mobilă (16) și o oglindă fixă (18), un detector fotoelectric (19) și o unitate de procesare date (21), **caracterizat prin aceea că** sursa de radiație (1) este o diodă laser, de unde fasciculul luminos, transmis prin intermediul unei fibre optice (2), este divizat în două fascicule paralele, dintre care cel de referință ocolește, printr-o primă ramură (4), prisma optică (6) și ajunge într-un sumator optic (13), iar celălalt fascicul, cel de lucru, este îndreptat, prin intermediul celei de-a doua ramuri (5), perpendicular pe o față transparentă a prisme optice (6), se reflectă pe depunerea (7) de aur sau argint și părăsește prisma (6) printr-o a treia față transparentă a acesteia, ajunge la lentila (11) convergentă, ce focalizează radiația pe fibra optică (12), care, la rândul ei, se unește, prin sumatorul optic (13), cu prima ramură (4) ce transportă fasciculul de referință, urmând ca cele două semnale luminoase să cadă, după unire, pe o oglindă (15) semitransparentă a interferometrului, pentru ca drumul optic, eventual mai lung, parcurs de fasciculul de lucru, să fie compensat de o deplasare proporțională, prin intermediul unui motor piezoelectric (17), liniar, care deplasează oglinda mobilă (16) cu reflexie totală, având ca rezultat obținerea unei interferograme, prin procesarea semnalului provenit de la detectorul fotoelectric (19) printr-o unitate centrală electronică (20) și cu ajutorul unității de procesare (21), folosind transformata Fourier.

(51) Int.Cl.

G01N 21/55 (2006.01);

G01B 9/02 (2006.01)

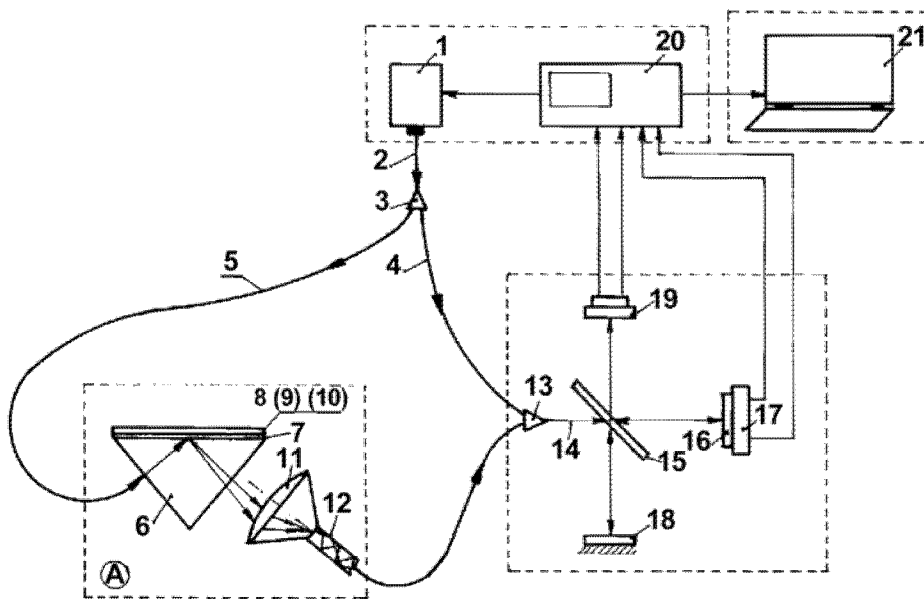


Fig. 1

(51) Int.Cl.

G01N 21/55 (2006.01);

G01B 9/02 (2006.01)

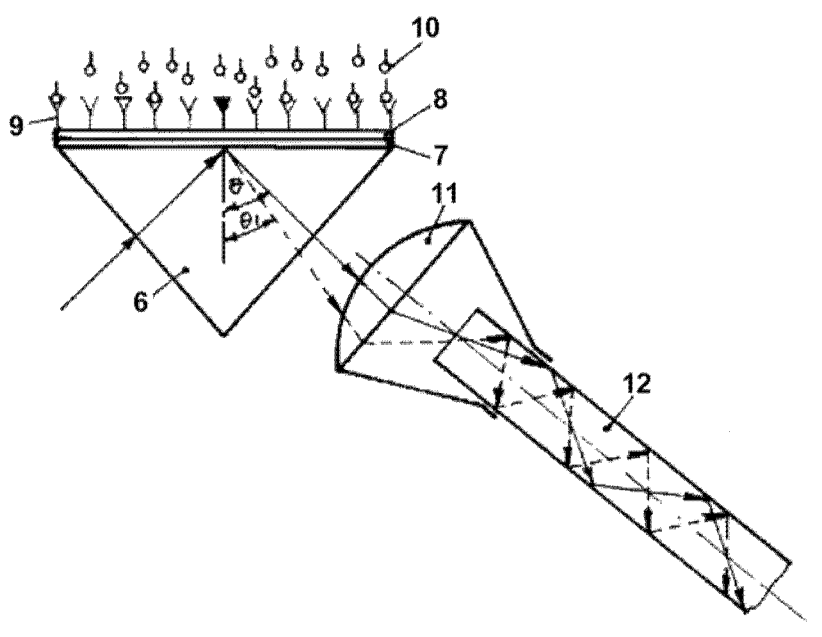


Fig. 2



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 18/2015