

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00509

(22) Data de depozit: **09.07.2012**

(41) Data publicării cererii:
28.02.2014

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"
DIN SUCEAVA, STR. UNIVERSITĂȚII NR. 13,
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:

- **AMARIEI SONIA**, STR. TIPOGRAFIEI NR. 4, BL. A5, SC. C, AP. 11, SUCEAVA, SV, RO;
- **GUTT GHEORGHE**, STR. VICTORIEI NR. 61, SAT. SEJU, SV, RO;

- OROIAN MIRCEA ADRIAN,
STR. UNIVERSITĂȚII NR.20, SUCEAVA, SV,
RO;
- PRODAN REMUS CĂTĂLIN, STR. PUTNA
NR.7, BL.6, SC.A, AP.6, SUCEAVA, SV, RO;
- ALBU EUFROZINA, STR. OITUZ NR. 22,
BL. 22, SC. B, AP. 14, SUCEAVA, SV, RO;
- BANDRABUR BOGDAN,
STR. VASILE LUPU NR. 134, BL. B4, SC. A,
AP. 11 IASI IS, RO

(54) METODĂ ȘI APARAT PENTRU MĂSURAREA ȘI STUDIUL
TENSIUNII SUPERFICIALE A LICHIDELOR

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă și la un aparat pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor în diverse condiții de temperatură și de cinetică chimică sau biochimică. Metoda conform inventiei se bazează pe principiul măsurării forței maxime (F_{max}) de desprindere a suprafetei circulare a unui oscilator piezoelectric de pe suprafața lichidului cercetat, folosind în acest scop valoarea abaterii (δf) de frecvență de la frecvența de rezonanță (f_0) a oscila torului piezoelectric menționat. Aparatul conform inventiei constă dintr-o structură de laborator care se compune dintr-o unitate (A) de măsurare și o unitate (B) electronică, în care unitatea (A) de măsurare este formată dintr-un batiu (1) rigid, pe care este montat un sistem de poziționare compus, la rândul lui, dintr-un buton (2) de acționare, un pinion (3) dințat, o coloană (4) cu cremalieră, un șurub (5) de blocare, un corp (6) transversal, precum și dintr-un vas (7) ce contine lichidul (8) cercetat, o cămașă (9) termostat, de tip Peltier, un senzor (10) de temperatură, precum și un sistem electromecanic de deplasare, format dintr-un electromotor (11) de curent continuu, echipat cu un senzor (12) fotoelectric rotativ incremental, un reductor (13) de turatie, un sistem de transformare a mișcării de tip șurub (14) - piuliță (15) mobilă, și niște tije (18, 19, 20, 21) interschimbabile, prevăzute, în partea inferioară, cu niște oscilatoare (22, 23, 24, 25) piezoelectrice de diferite diametre, dar de aceeași grosime, care sunt fixate și strânse cu o piuliță (17) randalinată pe piuliță

(15) mobilă, iar unitatea (B) electronică conține un oscilator electronic, un comparator de fază și frecvență, un sistem de măsurare a deplasării, un sistem de prescriere, măsurare și control a turării electromotorului (11), și un microprocesor pentru asigurarea procesului de măsurare.

Revendicări: 2

Reverend Figuri: 7

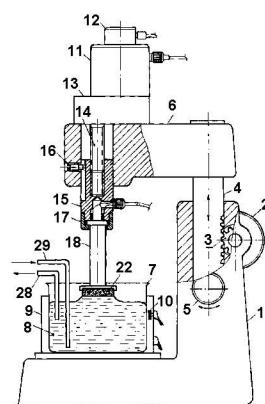


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozitivelor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



33

| |
|--|
| OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI |
| Cerere de brevet de invenție |
| Nr. a 2012 00509 |
| Data depozit 19 -07- 2012 |

METODĂ ȘI APARAT PENTRU MĂSURAREA ȘI STUDIUL TENSIUNII SUPERFICIALE A LICHIDELOR

Invenția se referă la o metodă și la un aparat pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor în diverse condiții de temperatură și de cinetică chimică sau biochimică

În vederea determinării tensiunii superficiale a lichidelor sunt cunoscute mai multe metode și echipamente aferente. Dintre acestea, metoda inelului de sîrmă, metoda cadrului de sîrmă precum și metoda plăcii sunt cele mai cunoscute și cele mai utilizate. La primele două metode se procedează principal la fel, în sensul că unul din dispozitivele enumerate se scufundă în lichidul cercetat după care acesta se ridică cu viteză mică și constantă urmărind și înregistrând vizual sau automat forța maximă la care are loc desprinderea (ruperea filmului) de lichid de pe dispozitivul folosit, scop în care este folosit brațul unei balanțe foarte sensibile cu arc sau un sistem cu celulă dinamometrică echipată cu senzori electrorezistivi. Cu diferențe mici, care țin de geometria dispozitivului folosit, tensiunea superficială σ se exprimă, pentru această modalitate de măsurare, prin raportul:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{L \cdot k_1 \cdot k_2} \quad [\text{mN/m}] \quad (1)$$

unde: F_{max} - forța maximă înaintea ruperii contactului între inelul de sîrmă sau cadrul de sîrmă și lichid

L - circumferința inelului sau cadrului de sîrmă

k_1 - constantă ce se determină fie cu o formulă ce ia în considerare raportul dintre diametrul mediu al inelului și diametrul sîrmei precum și diferența de densitate a inelului de sîrmă și a lichidului, fie se ia din tabele care sunt realizate la rîndul lor pe baza aceluiași algoritm

k_2 - reprezintă o constantă de corecție, ce ține cont de influențe cauzate de dimensiunea vasului cu lichid, imperfecțiuni geometrice, rugozitatea inelului de sîrmă, care se determină prin calibrare cu soluții de referință

La metoda plăcii verticale se procedează ca mod de lucru la fel numai că pe lîngă forță maximă F_{max} , se măsoară și se înregistrează pentru fiecare valoare a forței și distanța D de umectare, egală cu înălțimea de ridicare a plăcii pînă cînd are loc ruperea filmului de lichid de pe aceasta, tensiunea superficială σ a lichidului cercetat determinîndu-se cu relația :

$$\sigma = \frac{F_{max}}{D \cdot \cos\theta} \quad [\text{mN/m}] \quad (2)$$

În relația de mai sus θ reprezintă unghiul de umectare a cărui valoare se poate reduce aproape la valoarea zero prin asigurarea unei rugozități uniforme și de o anumită valoare pentru placa metalică, situație în care relația (2) va avea expresia:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{D} \quad [\text{mN/m}] \quad (3)$$

Dezavantajul comun al tuturor acestor metode îl reprezintă faptul că apelează la sisteme de măsurare a forței cu ajutorul unor dinamometre de natură mecanică (cîntare cu braț) sau electronice (celule dinamometrice cu senzori rezistivi) care, din cauza valorilor foarte mici ale tensiunilor superficiale ale lichidelor situate în domeniul mN, nu asigură o sensibilitate suficientă pentru a asigura precizie de măsurare bună mai ales pentru lichide cu tensiune superficială mică. Afără de limita de detecție slabă, echipamentele de măsurare a forței descrise mai sus sunt extrem de sensibile la deregări mecanice și suprasarcini accidentale și prezintă preturi de cost ridicate.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia constă în descrierea unei metode și a unui aparat care permit determinarea automată a tensiunii superficiale a unei game mari de substanțe lichide în diferite condiții de temperatură și/sau de compoziție și concentrație, ultimele două fiind rezultatul unei cinetici chimice sau biochimice desfășurate în timpul măsurării automate succesive a diferențelor valori ale tensiunii superficiale ale masei reactante.

Metoda de măsurare a tensiunii superficiale conform invenției se bazează pe principiul determinării valorii forței maxime F_{max} de desprindere a lichidului cercetat de pe suprafața plană a unui oscilator piezoelectric, în contact cu lichidul cercetat și ridicat încet și cu viteză constantă de pe acesta, folosind în acest scop abaterea de frecvență Δf de la frecvența f_0 de rezonanță a oscilatorului piezoelectric:

$$\Delta f = f_0 - f = K \cdot \frac{F}{A \cdot g} = K \cdot \frac{F}{\pi \cdot r^2 \cdot g} \quad [\text{Hz}] \quad (4)$$

sau: $F_{max} = \frac{1}{K} \Delta f_{max} \cdot \pi \cdot r^2 \cdot g \quad [\text{Hz}] \quad (5)$

$$F_{max} = \frac{K}{K_1} \Delta f_{max} = K_2 \Delta f_{max} \quad [\text{Hz}] \quad (6)$$

unde: Δf - abaterea frecvenței f de la frecvența f_0 de rezonanță provocată de variația forței F

A - aria suprafeței circulare inferioare a oscilatorului piezoelectric în contact cu lichidul cercetat

r - raza oscilatorului piezoelectric lamelar

g - accelerarea gravitațională

K - constantă ce ține cont de frecvența de rezonanță, de modulul de forfecare și de densitatea materialului piezoelectric oscilator

K_1 - constantă ce ține cont de suprafața de contact între oscilatorul piezoelectric și lichidul de cercetat precum și de valoarea accelerării gravitaționale, $K_1 = \pi \cdot r^2 \cdot g$

K_2 - constanta sumatoare, $K_2 = K_1/K$

Comanda pentru citirea valorii maxime F_{max} se dă automat de către micropresorul aparatului atunci cînd derivata a I-a :

$$\frac{dF}{dD} = 0 \quad [\text{mN/m}] \quad (7)$$

atinge valoarea zero, termenul D din relația (7) reprezentînd distanța de deplasare pe verticală a oscilatorului piezoelectric din poziția de plecare pină la ruperea contactului între suprafața inferioară a oscilatorului piezoelectric și lichidul cercetat. Inițierea citirii deplasării D (valoarea zero a deplasării) are loc la apariția primei valori de abatere a frecvenței Δf de la frecvența f_0 de rezonanță a oscilatorului, fenomen provocat de atingerea lichidului de cercetat de către suprafața inferioară a oscilatorului piezoelectric. Oprirea citirii deplasării D are loc la revenirea frecvenței f la valoarea f_0 de rezonanță, fenomen provocat la rîndul lui de ruperea filmului de lichid de pe suprafața inferioară a oscilatorului piezoelectric. Avînd la bază principiul enunțat al măsurării forței maxime F_{max} , prin intermediul abaterii de frecvență a unui oscilator piezoelectric, tensiunea superficială se determină din relația (2), influența valorii unghiului de umectare θ fiind nesemnificativă.

Aparatul conform inventiei reprezintă un echipament de masă ce conține o unitate de măsurare și o unitate electronică centrală pentru achiziția, procesarea și afișarea datelor. Unitatea de măsurare este formată dintr-un batiu rigid ce are în partea inferioară o masă pe care se găsește vasul cu lichidul cercetat termostatat cu un element termoelectric de tip Peltier, iar în partea superioară un sistem de deplasare electromecanic, format la rîndul lui dintr-un motor de curent continuu, echipat cu un senzor fotoelectric rotativ incremental, un reductor de turăție, un sistem de transformare a mișcării de tip surub-piuliță, rolul sistemului de deplasare electromecanic fiind acela de a asigura coborîrea/ridicarea cu viteză prescrisă și constantă, precum și măsurarea precisă a deplasării pe verticală pentru un oscilator piezoelectric spre și dinspre suprafața liberă a lichidului cercetat. Unitatea electronică conține un oscilator electronic care alimentează oscilatorul piezoelectric la frecvența de rezonanță, un comparator de fază și frecvență care măsoară abaterea de frecvență de la frecvența de rezonanță, un sistem de măsurare a deplasării care

convertește impulsurile electrice date de senzorul fotoelectric rotativ incremental în unități de deplasare și un sistem de prescriere și control al turajiei electromotorului care folosește ca mărime de intrare tot impulsurile electrice ale senzorului fotoelectric rotativ incremental. Tot în unitatea electronică se găsește un microprocesor care asigură controlul supraordonat al procesului de măsurare, stocarea datelor, interfațarea cu un calculator electronic, programarea ciclurilor de măsurare atunci cînd în vasul de măsurare are loc un proces cu cinetică chimică sau biochimică, programarea și controlul temperaturii de termostatare a elementului termoelectric de tip Peltier, afișarea datelor pe display-ul alfanumeric.

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- se asigură măsurarea unor forțe extrem de mici, rezoluția de măsurare a unui senzor de forță piezoelectric ajungînd pînă în domeniul femto Newton (10^{-15}) față de rezoluția de măsurare a unei celule dinamometrice cu senzori rezistivi a cărei rezoluție se situează la maximum o zecime de mili Newton (10^{-4}). Prin soluția adoptată crește mult sensibilitatea de măsurare oferind posibilitatea măsurării și cercetării evoluției unor tensiuni superficiale de valoare mică în condiții de precizie ridicată.
- există posibilitatea determinării automate a tensiunii superficiale a unui lichid în condiții diferite de temperatură, temperaturile și momentul măsurării valorii tensiunii superficiale fiind programate automat
- există posibilitatea determinării și înregistrării automate a tensiunii superficiale în funcție de timp și de evoluția temperaturi (la reacții exoterme) a materiei lichide din vasul de măsurare atunci cînd aceasta prezintă cinetică chimică sau biochimică
- există posibilitatea determinării și înregistrării automate a tensiunii superficiale în funcție de compozitie, concentrație, temperatură și de timp pentru materia lichidă din vasul de măsurare atunci cînd aceasta prezintă cinetică chimică sau biochimică și atunci cînd se asigură măsurarea instrumentală continuă a compozitiei și concentrației masei reactante printr-un sistem by-pass.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legatura cu Fig.1, Fig.2, Fig.3, Fig.4, Fig.5, Fig.6, Fig.7 care reprezintă:

Fig.1 - Secțiune prin aparatul pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor

Fig.2 - Vederea aparatului pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor cu diferite corpuri de adaptare

Fig.3. Oscilatoare piezoelectrice de diferite diametre

Fig.4 - Schema de principiu a aparatului pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor

Fig.5 - Curbă de încercare în coordinate forță - deplasare

Fig.6 - Familie de curbe de încercare realizate la diferite temperaturi

Fig.7 - Curbă cinetică în coordinate tensiune superficială – timp rezultată în urma modificării tensiunii superficiale ca urmare a unei cinetici chimice ce se desfășoară în vasul cu lichidul cercetat.

Aparatul conform inventiei se compune dintr-o unitate **A** de măsurare și o unitate **B** electronică. Unitatea **A** de măsurare este formată la rîndul ei dintr-un batiu **1** rigid, un buton **2** de acționare, un pinion **3** dințat, o coloană **4** cu cremalieră, un șurub **5** de blocare, un corp **6** transversal, un vas **7** ce conține lichidul **8** cercetat, o cămașă **9** termostat, de tip Peltier, un senzor **10** de temperatură, un electromotor **11** de curent continuu echipat cu un senzor **12** fotoelectric rotativ incremental, un reductor **13** de turație, un sistem de transformare a mișcării de tip șurub **14** - piuliță **15** mobilă, un șurub de ghidare **16** o piuliță **17** randalinată, niște tije **18,19,20 și 21** interschimbabile prevăzute în partea inferioară cu niște oscilatoare **22,23,24 și 25** piezoelectrice de diferite diametre, dar de aceeași grosime, doi pini **26** de contact. Unitatea **B** electronică conține un oscilator electronic, un comparator de fază și frecvență, un sistem de măsurare a deplasării, și un sistem de prescriere și control a turației electromotorului **11** de curent continuu. Tot în unitatea electronică se găsește un microprocesor care asigură controlul supraordonat al procesului de măsurare, stocarea datelor, interfațarea cu un calculator electronic, programarea ciclurilor de măsurare atunci cînd în vasul **7** are loc un proces cu cinetică chimică sau biochimică, programarea și controlul temperaturii de termostatare, afișarea datelor pe display-ul alfanumeric. Reperul **27** reprezintă sistemul electronic central pentru achiziția, procesarea și afișarea datelor, iar reperele **28** și **29** reprezintă două racorduri care asigură în regim By-pass legătura cu un sistem de analiză chimică a componiției lichidului analizat atunci cînd în acesta are loc o reacție chimică.

Modul de lucru cu aparatul pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor este următorul:

După plasarea vasului **7** cu lichidul **8** de cercetat în cămașă **9** a termostatului se aşteaptă pînă cînd sistemul **27** electronic central semnalizează sonor și vizual atingerea temperaturii de termostatare prescrise după care, prin acționarea butonului **2** se coboară încet, prin intermediul coloanei **4** cu cremalieră, oscilatorul **22** spre suprafața lichidului **8** de cercetat pînă cînd apare o avertizare sonoră ce indică atingerea suprafeței libere a lichidului **8** de cercetat de către suprafața de jos a oscilatorului **22** piezoelectric. După care, coloana **4** se rigidizează cu șurubul **5** de blocare și se inițiază ciclul de măsurare prin pornirea motorului **11** electric prin sistemul **27** electronic central. Pe parcursul ciclului de măsurare se stochează de către sistemul electronic **27** central în mod automat perechile de valori: forță **F** - determinate din relația (4),(5) și deplasare **D** - determinate din semnalul senzorului **12** fotoelectric rotativ incremental, pînă în momentul în care are loc ruperea filmului de lichid **8** analizat de pe oscilatorul **22** piezoelectric, moment care este sesizat automat de către sistemul **27** electronic central prin revenirea valorii frecvenței **f** de oscilație la valoarea frecvenței **f₀** de rezonanță. Pentru calculul tensiunii superficiale cu relația (3) se ia în calcul valoarea maximă a forței **F**, valoare sesizată tot automat cu ajutorul derivelei a I-a conform relației (7).

Pentru a acoperi o gamă largă de valori de tensiune superficială, în condițiile unei sensibilități și precizii ridicate aparatul dispune de un set de patru oscilatoare (**22,23,24 și 25**) piezoelectrice de diferite diametre, dar de aceeași

grosime pentru a păstra aceeași frecvență de rezonanță. Schimbarea unui oscilator cu altul se face ușor deșurubînd doar piulița **17** randalinată și extrăgînd tija corespunzătoare (**18,19,20 și 21**) **forței maxime** cu cei doi pini **26** proprii de contact din piulița **15** mobilă, după care se montează în același fel noul oscilator piezoelectric. Reprezentarea grafică a unui ciclu de măsurare arată ca în figura 5, iar efectuarea de măsurători ale tensiuni superficiale la același lichid, dar la temperaturi diferite, duce la o familie de curbe aşa ca în figura 6. Atunci cînd are loc modificarea compoziției chimice a lichidului **8** analizat, ca urmare a unei reacții chimice sau biochimice, se poate înregistra și interpreta cinetica evoluției în timp a tensiunii superficiale, figura 7. Analiza externă, printr-un sistem în regim bay-pass, a compoziției chimice a lichidului analizat, ce se găsește intr-o transformare chimică sau biochimică, poate duce la interpretări mult mai avansate ale dependenței dintre tensiunea superficială, concentrație și temperatură (fără reprezentare grafică în descrierea propunerii de invenție).

REVENDICĂRI

1. Invenția Metoda și aparat pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor, exprimată ca raport între forța F_{max} de desprindere a lichidului cercetat de pe un dispozitiv de ridicare și înălțimea de ridicare D_{max} corespunzătoare, este folosită o metodă caracterizată prin aceea că forța F_{max} la care are loc desprinderea lichidului de pe suprafața circulară a unui oscilator (22),(23),(24) și (25) piezoelectric se determină din valoarea abaterii Δf de frecvență de la frecvența f_0 de rezonanță a unuia din cele patru oscilatoare piezoelectrice menționate mai sus, iar înălțimea de ridicare se determină din semnalele electrice ale unui senzor (12) fotoelectric rotativ incremental.

2. Invenția Metoda și aparat pentru măsurarea și studiul tensiunii superficiale a lichidelor caracterizată prin aceea că aparatul se compune dintr-o unitate (A) de măsurare și o unitate (B) electronică, la rîndul ei unitatea (A) este formată dintr-un batiu (1) rigid, pe care este montat un sistem de poziționare compus la rîndul lui dintr-un buton (2) de acționare, un pinion (3) dințat, o coloană (4) cu cremalieră, un șurub (5) de blocare, un corp (6) transversal, precum și dintr-un vas (7) ce conține lichidul (8) cercetat, o cămașă (9) termostat, de tip Peltier, un senzor (10) de temperatură, un electromotor (11) de curent continuu echipat cu un senzor (12) fotoelectric rotativ incremental, un reductor (13) de turăție, un sistem de transformare a mișcării de tip șurub (14)-piuliță (15), și niște tije (18),(19),(20) și (21), interschimbabile, prevăzute în partea inferioară cu niște oscilatoare (22),(23),(24) și (25) piezoelectrice de diferite diametre, dar de aceeași grosime care se fixează și se strâng cu o piuliță (17) randalinată pe piuliță (15) mobilă.

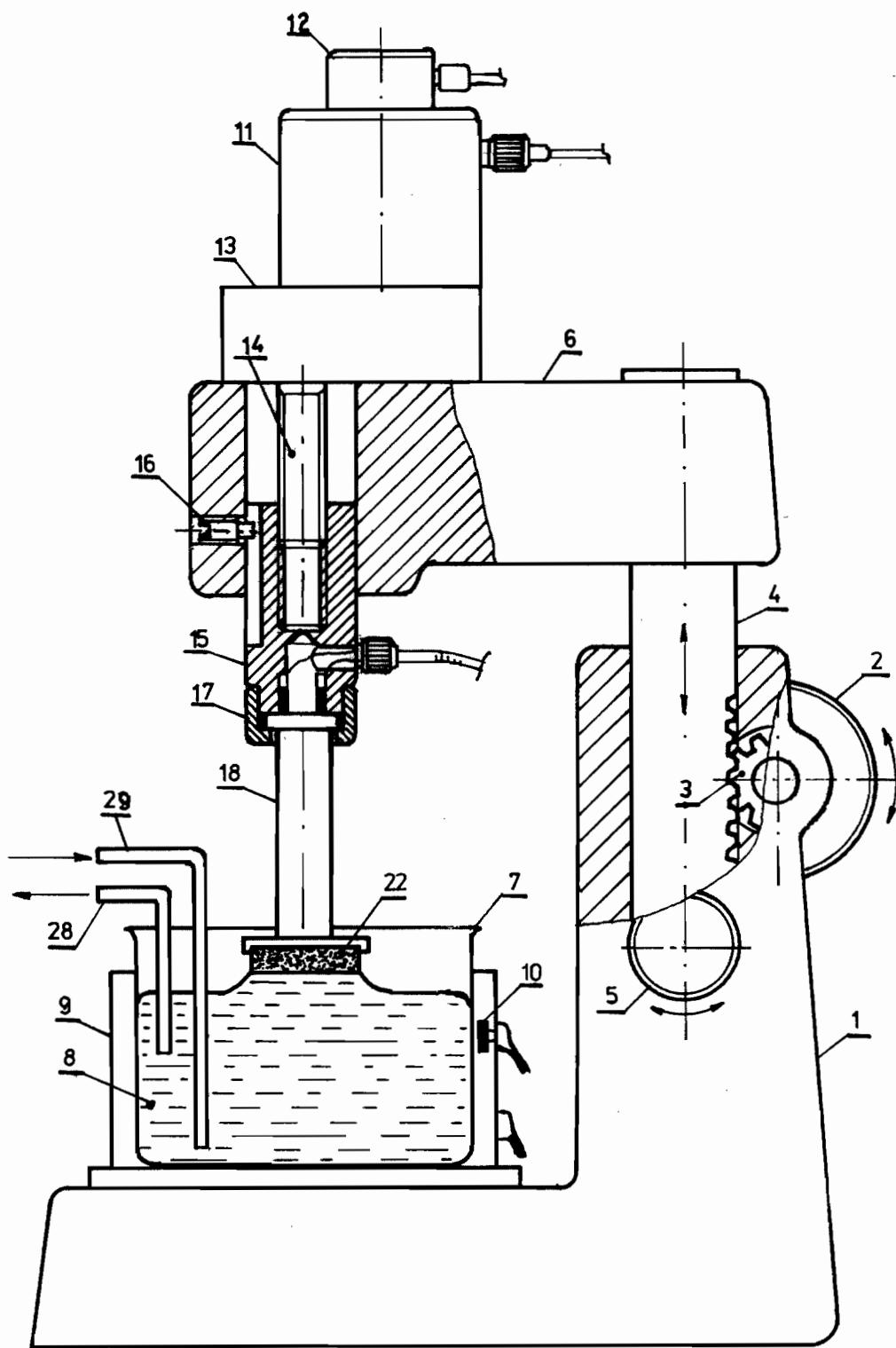


FIG. 1

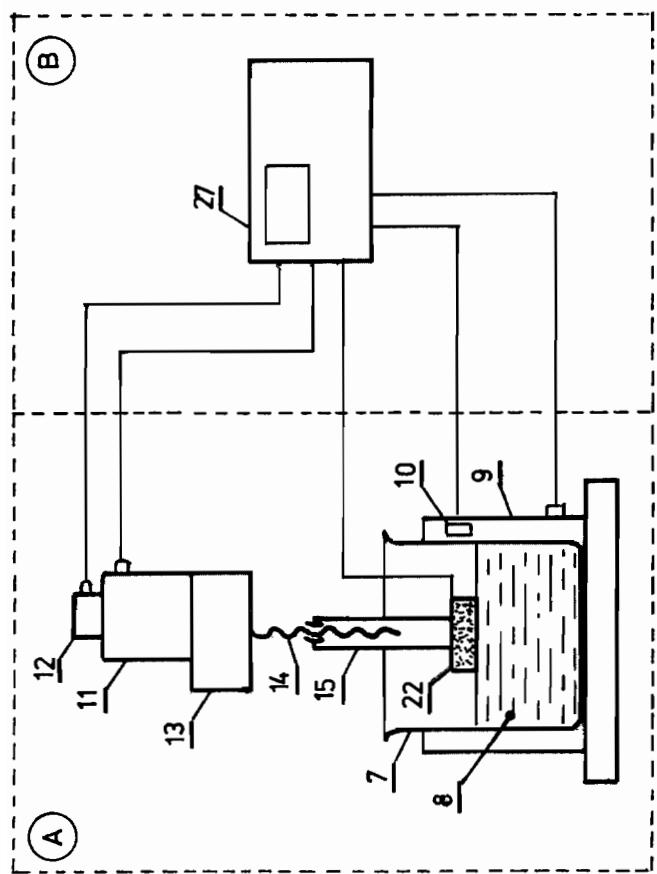


FIG. 4

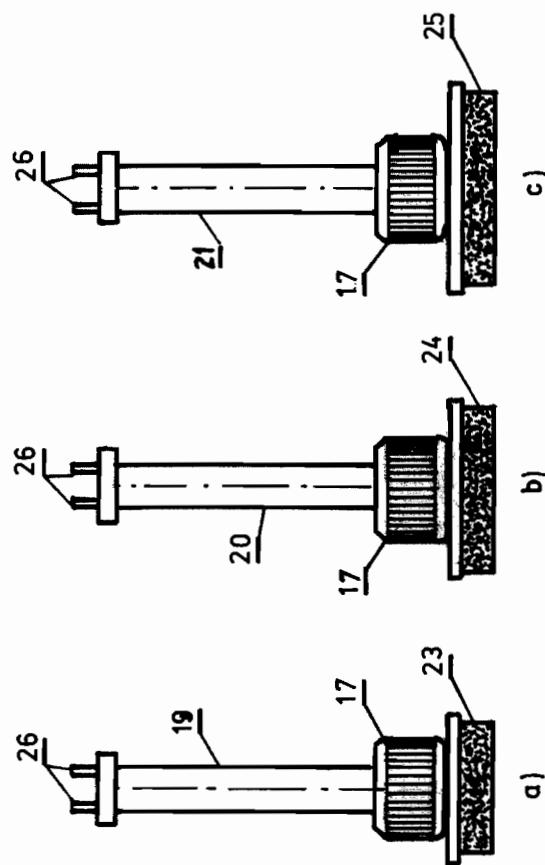


FIG. 3

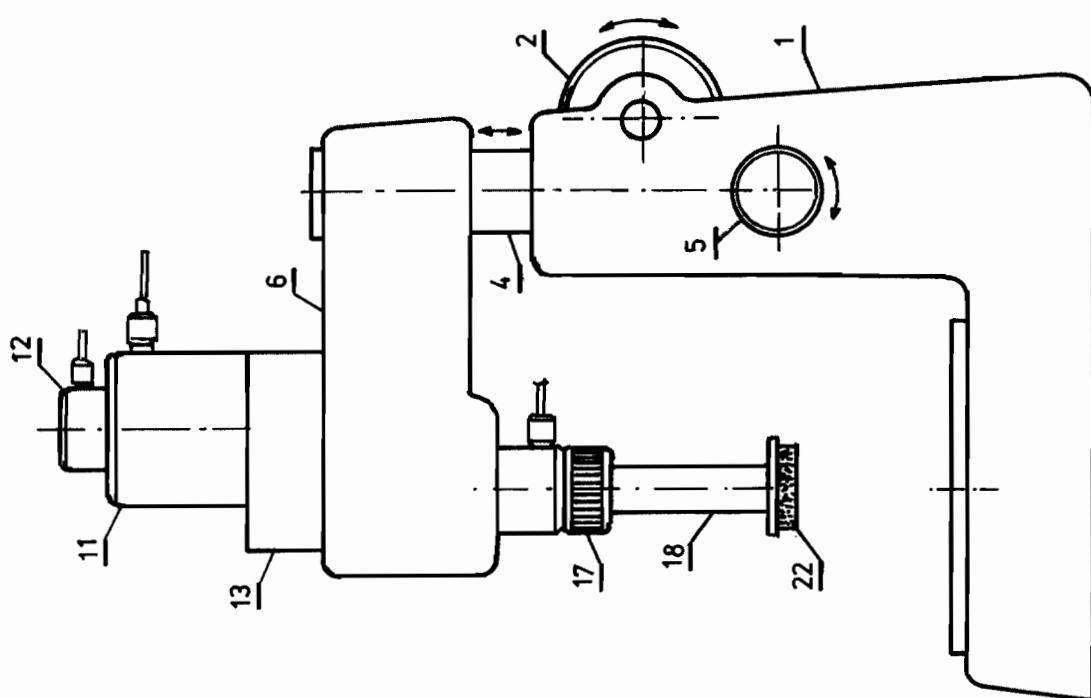


FIG. 2

09-07-2012

2012-00509-23

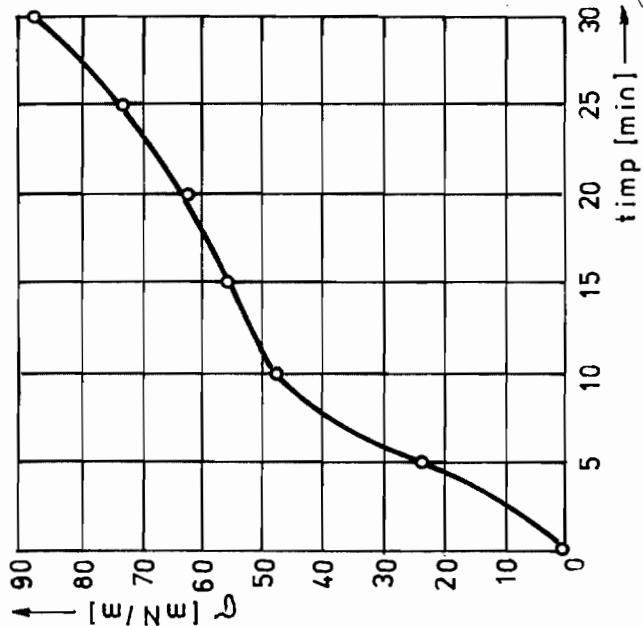


FIG. 7

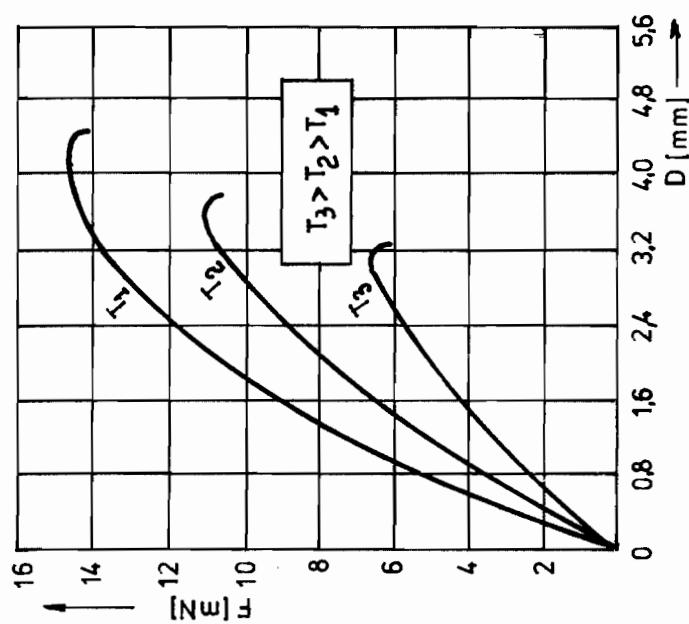


FIG. 6

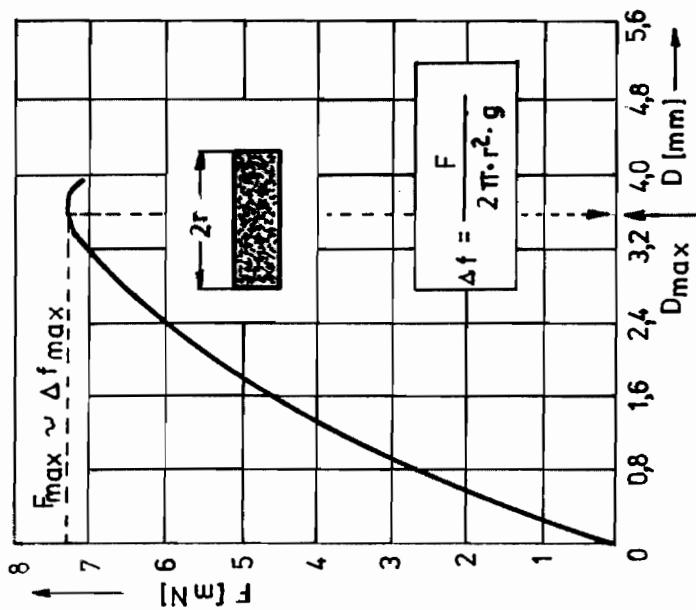


FIG. 5