



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 01020

(22) Data de depozit: 17.12.2012

(41) Data publicării cererii:  
30.06.2014 BOPI nr. 6/2014

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

(72) Inventatori:  
• GUTT GHEORGHE, STR. VICTORIEI  
NR. 61, SAT SF.ILIE, SV, RO

(54) ANALIZOR DE PARTICULE ȘI GRANULE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un aparat optoelectronic destinat studiului microscopic și analizei spectrometrice Raman a unui amestec de natură diferită, de particule sau de granule. Aparatul conform invenției este compus dintr-un sistem de marcare precisă a particulei sau granulei analizate, care aparține unei probe (1) cercetate, de structură și compoziție chimică variată, ce permite suprapunerea unui fascicul laser roșu, din domeniul spectral invizibil, peste un fascicul laser de excitație, din domeniul spectral infraroșu vizibil, injecția fasciculului laser roșu într-o fibră (14) optică centrală a unui spectrometru (4) Raman realizându-se prin intermediul unei alte fibre (12) optice a unei lentile (8) de focalizare, și a unui divizor (18) optic.

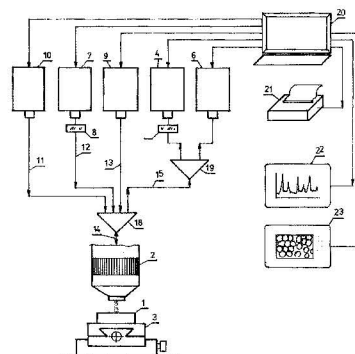
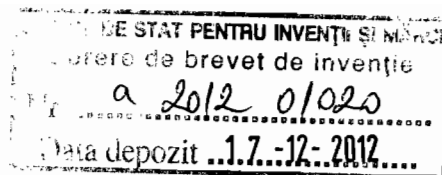


Fig. 1

Revendicări: 1  
Figuri: 2

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





21

## ANALIZOR DE PARTICULE SI GRANULE

Invenția se referă la un aparat optoelectronic destinat studiului microscopic și analizei spectrometrice Raman a unui amestec, de natură diferită, de particule (entități circulare cu diametrul situat în domeniul zecilor sau sutelor de  $\mu\text{m}$ ) sau de granule (entități circulare cu diametrul situat în domeniul sutelor de  $\mu\text{m}$  până la dimensiuni milimetrice).

Studiul microscopic și macroscopic se efectuează prin prisma dimensiunii, a formei și a distribuției particulelor sau granulelor pe suprafața din câmpul vizual al obiectivului optic al unui microscop sau a unui stereomicroscop (la granule).

Analiza spectrometrică Raman are loc concomitent cu studiul microscopic sau stereomicroscopic pentru fiecare particulă sau granula în parte și are ca scop determinarea naturii chimice a fiecărei particule sau granule, iar în unele situații, atunci când particula sau granula este multicomponent, pe lângă compoziția chimică a granulei are loc și determinarea automată a concentrației fiecărui component.

În scopul studierii concomitente a structurii microscopice și a naturii și concentrației speciilor chimice ce compun materia analizată sunt folosite așa numite spectromicroscopice Raman care reprezintă o combinație unitară dintr-un microscop optic cu analiză optoelectronică automată de imagine și un spectrometru Raman, ambele examinând în același timp structura și compoziția suprafeței unei pete circulare, de dimensiuni milimetrice, care se găsește sub obiectivul optic al microscopului și în punctul focal al acestuia.

Rezultatul examinării microscopice este o imagine video a suprafeței de sub obiectivul optic la nivel dimensional de micrometrii precum și informații despre numărul, perimetrul, perimetrul mediu, aria, aria medie, distribuția componentelor microscopice din câmpul vizual, ultimele informații enumerate fiind obținute prin analiză optoelectronică a structurii cu ajutorul unui program de calcul specializat.

Rezultatul examinării spectrometrice de tip Raman este o spectrogramă Raman ce oferă prin lungimile de undă specifice Stokes și anti Stokes informații despre natura speciilor prezente în probă, iar prin înălțimea vârfurilor (peak-urilor) spectrogramei informații despre concentrația fiecărei specii chimice prezente în punctul examinat. Cu specificația că acest punct este foarte mic (mult submilimetric) și corespunde punctului focal al fascicului Laser în infraroșu apropiat cu ajutorul cruia se face excitația probei în vederea provocării emisiei spectrului Raman. Dat fiind faptul că la spectrometria Raman excitația cu Laser se face în domeniul spectral infraroșu, invizibil ochiului omenesc, este imposibilă cunoașterea poziției acestui punct focal în conturul ce descrie această suprafață.

În cazul probelor cu o compoziție chimică omogenă, de regulă de formă lichidă, rezultatele analizei spectrometrice calitative și cantitative Raman se realizează cu o precizie ridicată. În cazul probelor cu o compoziție chimică neomogenă intervin limitări în precizia măsurării atât în analiza calitativă (

identificarea speciilor chimice) cât și în cea cantitativă (determinarea concentrației fiecărei specii din probă). Erorile de măsurare sunt cauzate de faptul că o măsurătoare efectuată pe o suprafață mică, corespunzătoare punctului focal al fascicului laser, este considerată reprezentativă pentru toată suprafața de sub obiectivul optic, și în final, după repetarea în două-trei puncte diferite a măsurătorii, rezultatele medii ale acestora sunt considerate reprezentative chiar pentru întreaga probă.

Un alt dezavantaj al spectromicroscopelor Raman actuale îl constituie faptul că acestea nu permit analiza spectrometrică de identificare chimică individuală a speciilor chimice a particulelor submilimetrice dintr-un amestec de compoziție chimică complexă sau a compoziției chimice individuale a granulelor tot din amestecuri complexe. Acest neajuns exclude spectrometriile Raman de la Analiza spectrometrică a pulberilor și granulelor domeniu analitic deosebit de important.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui analizor optoelectronic de particule care permite în același timp pe lângă studiul microscopic de natură numerică, dimensiunală și de distribuție a particulelor din câmpul vizual al obiectivului optic și analiza spectrometrică Raman a fiecărei particule în parte fiind astfel posibilă stabilirea individuală, pe baza spectrului Raman de emisie, a naturii chimice a acestora. În cazul în care o particulă individuală examinată este un compus chimic în compunerea căruia intră două sau mai multe specii chimice pe lângă natura speciilor componente se determină și concentrația acestora prin analiza spectrală semicantitativă automată a spectrului Raman a acelei particule.

Rezolvarea practică a problemei tehnice se realizează prin suprapunerea peste fasciculul laser de excitație termică din domeniul infraroșu apropiat (invizibil) a unui fascicul laser focalizat de culoare roșie situat în domeniul spectral vizibil fiind astfel posibilă "țintirea" exactă a locului de pe particulă pe care cade fasciculul laser de excitație. Pentru analiza Raman a unui anumit număr de particule, sau chiar a tuturor particulelor din câmpul vizual asigurat de obiectivul optic al microscopului, acestea sunt aduse pe rând în dreptul fascicului laser roșu, cu ajutorul sistemului de deplasare orizontală a mesei microscopului, centrarea acestuia pe particulă urmărindu-se vizual alături de structura microscopică pe monitorul ecranului calculatorului care gestionează analizorul de particule. În situația în care microscopul este echipat cu un sistem de deplasare automată în coordonate x-y a mesei microscopului, atunci pe baza unui soft specializat se pot analiza un număr mult mai mare de particule din probă, realizându-se în final un câmp de distribuție a naturii și concentrației speciilor (mapping de compoziție și de concentrație) care este deosebit de util pentru caracterizarea avansată a întregii materii din care provine zona examinată.

Din punct de vedere constructiv problema tehnică se rezolvă foarte simplu folosind pentru excitație laser o fibră optică cu bifurcație care permite pe una din fibre injecția fascicului laser roșu peste fasciculul laser infraroșu de excitație care este injectat la rândul lui pe cealaltă fibră. De menționat că pe traseul fibrei optice care transmite radiația laser roșu există o lentilă miniaturală de

focalizare cu scopul de a scădea diametrul petei focale laser la dimensiuni micronice. Pentru a nu arde materia cercetată diametrul petei focale a fascicului laser infraroșu are la spectreometrele Raman o valoare mai mare decât cel al fascicului laser de țintire din domeniul spectral roșu vizibil fiind situat în domeniul zecilor de micrometri, putând ajunge chiar până la valoare milimetrică. Reglarea acestui diametru se face prin intermediul soft-ului și a calculatorului care gestionează funcționarea aparatului. Această realitate vine în avantajul propunerii de invenție dând garanția că punctul focal roșu, bine vizibil pe materia cercetată, se poate aduce precis în zona centrală a particulei cercetate (vizibilă pe monitor) oferind prin aceasta și garanția că fasciculul laser de excitație cade în interiorul conturului ce descrie circumferința exterioară a particulei sau granulei cercetate.

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- pe lângă analiza microscopică imagistică și dimensională complexă a pulberilor și granulelor este posibilă și determinarea compoziției chimice individuale ale acestora
- atunci când particula submilimetrică sau granula studiată este formată din două sau mai multe specii chimice pe lângă stabilirea exactă a naturii acestora, folosind metoda spectrometrică semicantitativă de cuantificare, este posibilă stabilirea concentrațiilor speciilor ce compun particula sau granula analizată
- se poate determina polimorfismul structurii analizate
- este posibilă analiza rapidă a compoziției unui minereu
- face posibilă determinarea rapidă a compoziției chimice a unui contaminant prezent în particulă sau granulă
- echiparea analizorului de particule și granule cu un sistem automat de deplasare a mesei microscopului în coordonate x-y permite studiul microscopic și analiza spectrometrică a tuturor particulelor prezente în câmpul vizual al obiectivului optic al microscopului sau chiar pe un câmp mai mare de ordinul zecilor de mm<sup>2</sup> realizându-se distribuția de suprafață (mapare) a naturii și concentrației unui număr foarte mare de particule sau de granule studiate.

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

- Fig.1. - Schema de principiu a unui analizor de particule conform invenției
- Fig.2. - Detaliu privind distribuția petei focale a fascicului laser roșu și a petei focale a fascicului laser infraroșu pe suprafața particulei sau granulei examinate situate în câmpul vizual al obiectivului optic al analizorului de particule

Analizorul conform invenției reprezintă un ansamblu unitar și compact, în componența căruia intră o structură o structură complexă de tip spectro-microscopică pentru studiul microscopic și analiza spectrometrică, de tip Raman, a particulelor (entități circulare de materie cu diametrul cuprins între câțiva μm și zecimi de mm) sau o structură spectro-stereomicroscopică, de tip Raman, pentru studiul stereo-microscopic și analiza spectrometrică a granulelor (entități circulare de materie cu diametrul cuprins între câteva zecimi

de mm și ordinul mm. Elementele principale din compunerea analizorului sunt proba **1** de analizat, obiectivul optic **2** al microscopului sau stereomicroscopului, masa **3** de deplasare în coordonate x-y a microscopului sau stereomicroscopului, un spectrometru **4** Raman, un filtru **5** optic de interferență pentru discriminarea liniei Rayleigh din spectrul Raman, o camera **6** video, un laser **7** de excitație în domeniul spectral infraroșu (IR), o lentilă **8** de focalizare pentru fasciculul laser IR, un laser **9** de țintire și intrare ce emite în domeniul spectral roșu vizibil, o sursă **10** de radiație policromatică ce emite în domeniul spectral vizibil, folosită pentru studiul microscopic, niște fibre optice **11,12,13,14,15,16 și 17** folosite pentru transmiterea informațiilor optice, două divizoare **18 și 19** optice pentru unirea respectiv scindarea informațiilor optice, un calculator **20** electronic și o imprimantă **21** electronică folosite pentru achiziția prelucrarea, afișarea și respectiv tipărirea buletinelor de analiză. Reperele **22** și **23** reprezintă exemplificări ale imaginii microscopice și ale spectrogramei Raman așa cum apar ele pe ecranul monitorului calculatorului **19** electronic alături de alte date explicative oferite de soft și care contribuie toate la o caracterizare avansată a materiei purvelulente sau granulare examinate.

## REVENDICARE

Invenția Analizor de particule, care cuprinde o structură complexă de tip spectro-microscopică, de tip Raman, pentru studiul microscopic și analiza spectrometrică a particulelor (entități circulare de materie cu diametrul cuprins între câțiva  $\mu\text{m}$  și zecimi de mm) sau o structură spectro-stereomicroscopică, de tip Raman, pentru studiul stereo microscopic și analiza spectrometrică a granulelor (entități circulare de materie cu diametrul cuprins între câteva zecimi de mm și ordinul mm), precum și un calculator electronic și o imprimantă electronică pentru achiziția prelucrarea, afișarea și tipărirea datelor, caracterizat prin aceea că în vederea centrării precise a fasciculului laser de excitație din domeniul infraroșu pe o anumită particula sau granula aparținând probei (1) cercetate, de structură și compoziția și variată, cu scopul studierii pe lângă structura microscopică și a compoziției chimice pe fiecare entitate de tip particulă sau granulă în parte, peste fasciculul laser de excitație din domeniul spectral infraroșu invizibil este suprapus un fascicul laser roșu, din domeniul spectral vizibil, injecția fasciculului laser roșu în fibra (14) optică centrală a spectrometrului (4) Raman realizându-se prin intermediul unei alte fibre (12) optice a unei lentile (8) de focalizare și a unui divizor (18) optic

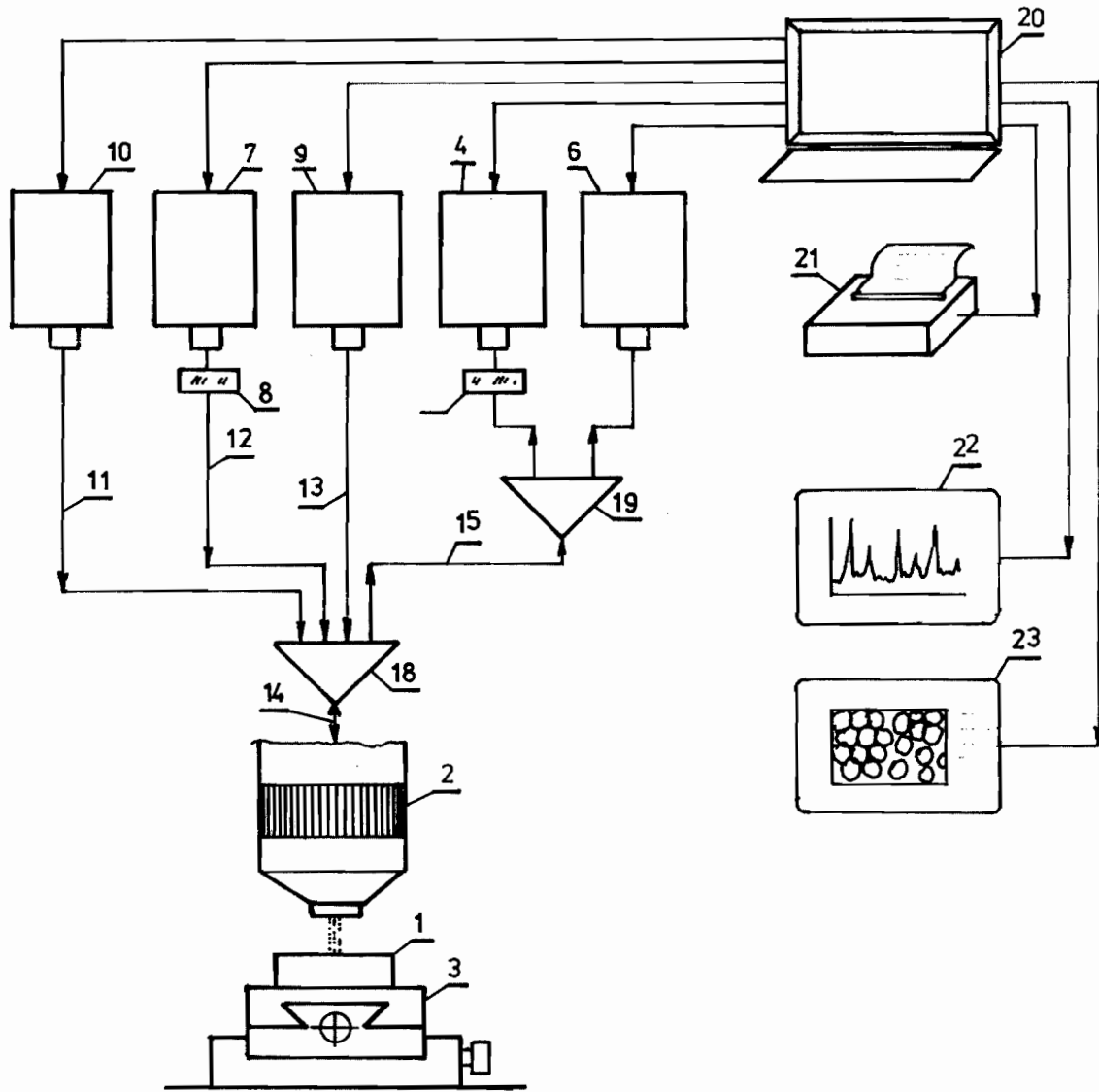


FIG. 1

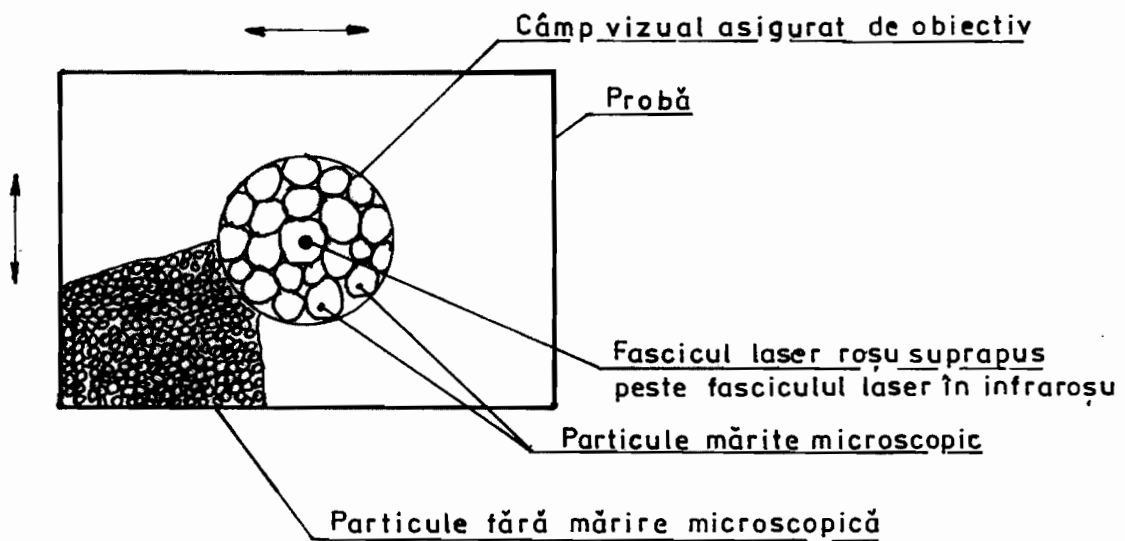


FIG. 2