



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2018 00995**

(22) Data de depozit: **29/11/2018**

(41) Data publicării cererii:
29/05/2020 BOPI nr. **5/2020**

(71) Solicitant:
• **UNIVERSITATEA "BABEȘ-BOLYAI" DIN
CLUJ-NAPOCA,
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.1,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(72) Inventatori:
• **BARABAS REKA, STR.BUCUREȘTI
NR.51, SC.2, ET.2, AP.34, CLUJ-NAPOCA,
CJ, RO;**
• **BARABAS LASZLO, STR.BUCUREȘTI
NR.51, SC.2, ET.2, AP.34, CLUJ-NAPOCA,
CJ, RO;**
• **BIZO LILIANA, STR.PLOPIILOR NR.60,
AP.14, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(54) **SISTEM DE MONITORIZARE LA DISTANȚĂ A UNOR
PARAMETRI DE REACȚIE PENTRU OBTINEREA
HIDROXIAPATITEI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un sistem de monitorizare la distanță a unor parametri de reacție pentru obținerea hidroxiapatitei prin reacții de coprecipitare. Sistemul, conform invenției, este constituit din obiecte fizice conectate prin senzori de pH și senzori de temperatură, cu ajutorul internetului, și prin care se poate interveni în cazul unui proces chimic în care parametrii nu corespund celor setați inițial, cuprinzând în plus o pompă peristaltică, care are rolul de a adăuga acid sau bază în funcție de indicațiile senzorului de pH, și o sursă de căldură gestionată prin releu, un dispozitiv Gateway, un broker de comunicație, o bază de date realizată cu ajutorul unei tehnologii MongoDB, un server în cloud, un Client Mobil și un Client Web, monitorizarea și controlul procesului fiind posibile atât prin telefon inteligent, cât și printr-un calculator legat la internet.

Revendicări: 1
Figuri: 2

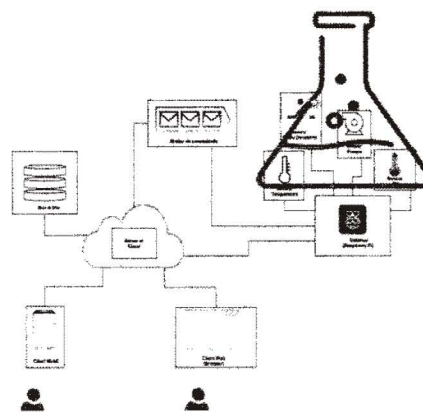


Fig. 1



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. A 2018 00995
Data depozit 2.9.11.2018

SISTEM DE MONITORIZARE LA DISTANȚĂ A UNOR PARAMETRI DE REACȚIE PENTRU OBTINEREA HIDROXIAPATITEI

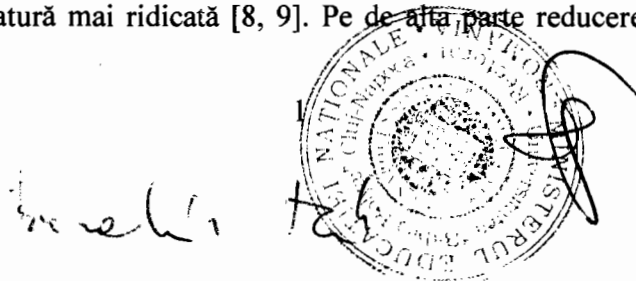
Invenția se refera la monitorizarea și controlul de la distanță cu ajutorul unui telefon inteligent sau a unui calculator portabil, a unor parametri ai procesului de obținere a hidroxiapatitei (pH și temperatură) prin reacții de coprecipitare, cu ajutorul unui sistem în care obiecte fizice sunt conectate prin senzori cu ajutorul internetului și prin care se poate interveni în cazul unui proces chimic în care parametrii nu corespund celor setați inițial.

Hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (HAP) este un mineral fosfatic, o componentă anorganică de bază a oaselor și dinților. Hidroxiapatita poate fi utilizată ca și material pentru implanturi, datorită proprietăților sale biocompatibile și bioactive, și, de asemenea, ca și material de suport pentru medicamente, deoarece este foarte bine tolerat de organismul uman [1, 2]. Materialele pe bază de HAP au atras multă atenție datorită aplicațiilor sale biomedicale, chimice și industriale (cromatografie, purificarea apelor, suport pentru fungicide și fertilizatori, etc.) [3-6]. Fiecare dintre aceste aplicații depinde de structura, morfologia, dimensiunea particulelor și cristalinitate, etc. În consecință este posibilă extinderea domeniului de aplicații a materialelor pe bază de hidroxiapatita printr-un control riguros al parametrilor de preparare, cum ar fi: temperatura, pH-ul, concentrația reactanților inițiali, viteza de omogenizare, etc.

Există numeroase referințe în ceea ce privește sinteza hidroxiapatitei. Pulberile de HAP pot fi preparate prin diverse metode [7]. Metodele de preparare pot fi clasificate după cum urmează:

- I. Metode uscate: reacții în fază solidă și metode mecano-chimice;
- II. Metode umede: reacții de precipitare; reacții de hidroliză, metoda sol-gel, metoda din emulsii, reacții hidrotermale, metode sono-chimice;
- III. Procese la temperaturi înalte: combustia, piroliza, sinteza din surse biogenice, metode combinate.

Precipitarea HAP are o importanță deosebită în procesele de biomineralizare, totuși, se cunoaște foarte puțin despre mecanismul de creștere a cristalelor. S-au studiat la scară de laborator cinetica precipitării și influența concentrației reactanților asupra mărimii particulelor de HAP: în cazul precipitării HAP, a fost observată o dependență puternică între distribuția mărimii cristalelor, concentrația reactanților și temperatură. Particule mici au fost obținute la suprasaturație și temperatură mai ridicată [8, 9]. Pe de altă parte reducerea timpului de reacție



poate fi obținută prin creșterea temperaturii și a pH-ului: la $\text{pH} = 12$ și $t = 50^\circ\text{C}$, timpul de reacție va fi de 6 ore în loc de 22 ore la $\text{pH} = 8,5$ și $t = 20^\circ\text{C}$. Gradul de cristalinitate al HAP crește odată cu creșterea temperaturii de sinteză și a concentrației reactanților [10, 11]. Prin urmare, s-ar putea concluziona că aceste condiții de preparare (temperatură, concentrație, pH) au o influență puternică asupra proprietăților HAP (gradul de cristalinitate, dimensiunea medie a particulei, compoziția fazală, etc.). Reproducibilitatea reacției, calitatea și proprietățile produsului de reacție pot fi îmbunătățite printr-o monitorizare continuă și printr-un control precis al reacției.

Problema tehnică pe care o rezolva inventia

Controlul strict al condițiilor de preparare este important atât pentru reproducibilitatea experimentelor cât și pentru obținerea unor materiale cu proprietăți bine definite. Reacția este sensibilă la pH și la temperatură. Studii preliminare au arătat că acești doi parametri influențează între altele mărimea și forma cristalelor, care determină implicit domeniul de aplicabilitate al acestui material [12]. Fiind o reacție de lungă durată (22 de ore la o temperatură constantă de 22°C și $\text{pH} = 11$), controlul și monitorizarea continuă a parametrilor de reacție este dificilă [13].

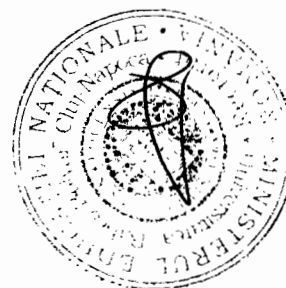
IoT (Internet of Things) ne dă o soluție pentru aceste probleme. IoT-ul presupune un sistem compact, în care obiecte fizice sunt conectate prin senzori cu ajutorul internetului [14]. Prin această metodă se poate monitoriza și controla reacția cu ajutorul unui smartphone sau laptop. Singura condiție este să existe conexiune la internet, unde accesând un cont cloud se poate citi pH-ul și temperatura în mediul de reacție și se pot ajusta valorile dorite. Aceasta poate fi o metodă de automatizare a reacțiilor în laborator, fiind o metodă emergentă, ieftină și ușor realizabilă. RaspberryPi este un computer de mărimea unui telefon, inventat pentru folosirea lui în educație, dar poate fi folosit și în laborator pentru realizarea sistemelor tip IoT [15].

Aplicarea invenției aduce următoarele avantaje:

- metodă ieftină și ușor realizabilă
- multe date salvate în cloud
- protecția muncii în laborator

Sistemul de monitorizare, conform invenției (vezi Figura 1), este constituit din:

1. Experimentul propriu-zis dotat cu senzori de pH și senzori de temperatură, o pompă peristaltică și o sursă de căldură gestionată prin releu; pompa peristaltică are rolul de a adauga acid sau bază în funcție de indicațiile sensorului de pH.



2. Dispozitiv Gateway, un Raspberry PI, care bazat pe logica aplicației transmite datele către server cu ajutorul tehnologiei Node.js.
3. Broker de comunicație: realizează alt canal de comunicare bazată pe mesaje, astfel încât să se asigure căi de comunicare eficiente între gateway și server, asigurând astfel siguranța și eficiența comunicării.
4. Baza de date: este realizată cu ajutorul tehnologiei MongoDB.
5. Server în cloud: are rolul de a prelua și administra datele experimentului, tehnologia folosită pentru realizarea serverului este bazată pe Node.js, Servicii Web și RESTful server.
6. Client Mobil și Client Web: au rolul de a asigura legătura între sistem și utilizator: pornirea experimentului, monitorizarea și controlul procesului se poate face atât prin telefon inteligent (Client Mobil) cât și printr-un calculator legat la internet.

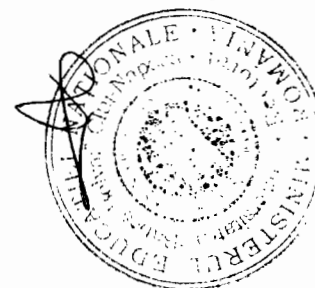
Comunicarea în sistem se realizează prin următoarele protocoale de comunicare:

- HTTP(S)
- Socket
- Message Queue

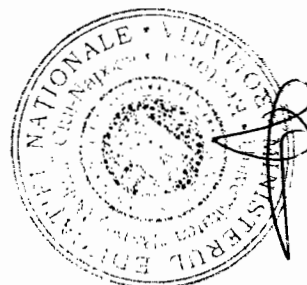
În continuare se dă un exemplu de realizare a sistemului și monitorizarea procesului de obținere a hidroxiapatitei prin coprecipitare, conform invenției.

Exemplul 1.

Cu ajutorul aplicației prezentate mai sus pornirea experimentului se realizează prin accesarea unei pagini web sau interfața grafică de pe telefonul mobil (vezi Figura 2), realizat special în acest scop, utilizatorul se loghează cu ajutorul unui ID și parolă. Parametrii procesului se fixează pe această pagină la începutul experimentului, de ex. durata procesului, pH-ul și temperatura necesară. După pornirea procesului senzorii colectează datele la un anumit interval de timp bine definit și setat tot de utilizator la începutul experimentului. Datele măsurate se transmit cu ajutorul internetului la serverul din cloud, unde sunt stocate și se pot accesa oricând astfel încât să se poată urmări, accesa și verifica ulterior istoricul procesului. Rolul releului în sistem este reglarea temperaturii: dacă temperatura depășește valoarea cerută cu ajutorul releului se poate opri procesul de încălzire. Intervalul de temperatură admis precum și intervalul de pH se poate seta tot la începutul experimentului. Pompa peristaltică ajută la reglarea pH-ului,



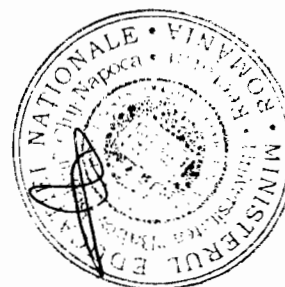
alimentând sistemul în funcție de cerințe cu o bază sau un acid. În cazul unei defecțiuni sistemul se oprește automat.



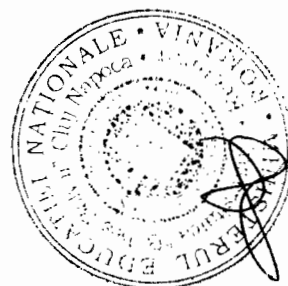
Bere L1 KL

Bibliografie:

- [1] N. Pramanik, S. Mohapatra, P. Bhargava, P. Pramanik, Chemical synthesis and characterization of hydroxyapatite (HAp)-poly (ethylene co vinyl alcohol) (EVA) nanocomposite using a phosphonic acid coupling agent for orthopedic applications, *Materials Science and Engineering: C* 29 (2009) 228-236.
- [2] Z.-H. Zhou, P.-L. Zhou, S.-P. Yang, X.-B. Yu, L.-Z. Yang, Controllable synthesis of hydroxyapatite nanocrystals via a dendrimer-assisted hydrothermal process, *Materials Research Bulletin* 42 (2007) 1611-1618.
- [3] L. J. Cummings, M.A. Snyder, K. Brisack, Protein chromatography on hydroxyapatite columns, *Methods Enzymol.* 463 (2009) 387-404.
- [4] J. Reichert, J. G. P. Binner, An evaluation of hydroxyapatite-based filters for removal of heavy metal ions from aqueous solutions, *Journal of Mat. Sci.* 31 (1996) 1231-1241.
- [5] V. Mitre, V. Miclaus, I. Mitre, S. Dragan, Al. Pop, R. Barabás, Romanian Patent (OSIM) no. 1053694, 2008.
- [6] R. Barabás, Al. Pop, Romanian Patent (OSIM) no. 1037610, 2009.
- [7] M. Sadat-Shojai, M.-T. Khorasani, E. Dinpanah-Khoshdargi, A. Jamshidi, Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures, *Acta Biomaterialia* 9 (2013) 7591-7621.
- [8] V. R. Dejeu, R. Barabás, A.-M, Cormoș, E. S. Bogy, P.-Ș. Agachi, Growth Rate Of Hydroxyapatite Crystals Obtained By Precipitation, *Studia UBB Chemia* 2 (2010) 179-188.
- [9] V. R. Dejeu, R. Barabás, A. Pop, E. S. Bogy, P.-Ș. Agachi, Mathematical modeling for the crystallization process of hydroxyapatite obtained by precipitation in aqueous solution, *Studia UBB Chemia* 3 (2009) 61-70.
- [10] N. S. Al-Qasas, S. Rohani, Synthesis of pure hydroxyapatite and the effect of synthesis conditions on its yield, crystallinity, morphology and mean particle size, *Sep. Sci. Technol.* 40 (2005) 3187-3224.
- [11] H. Elhendawi, R. M. Felfel, B. M. Abd El-Hady, F. M. Reicha, Effect of synthesis temperature on the crystallization and growth of in situ prepared nanohydroxyapatite in chitosan matrix, *Biomaterials* (2014) 897468.



- [12] F. Mohandes, M. Salavati-Niasari, M. Fathi, Z. Fereshteh, Hydroxyapatite nanocrystals: Simple preparation, characterization and formation mechanism, Mater Sci Eng C Mater Biol Appl. 45 (2014), 29-36.
- [13] S. S. A. Abidi, Q. Murtaza, Synthesis and characterization nano-hydroxyapatite powder using wet chemical precipitation reaction, U.P.B. Sci Bull. Series B 75 (2013), 1454-2331.
- [14] K. Rose, S. Eldridge, L. Chapin. The Internet of Things: An Overview Understanding the Issues and Challenges of a More Connected World, Internet Society, 2015 october.
- [15] E. Upton, G. Halfacree, Raspberry Pi User Guide, John Wiley & Sons Ltd, Southern Gate, UK, 2012.



7
Bere Li R

REVENDICARE

Sistem de monitorizare la distanță (bazat pe IoT) a unor parametri (pH și temperatură) ai procesului de obținere a hidroxiapatitei prin reacții de coprecipitare, caracterizat prin aceea ca este constituit din obiecte fizice care sunt conectate prin senzori cu ajutorul internetului și prin care se poate interveni în cazul unui proces chimic în care parametrii nu corespund celor setați inițial.



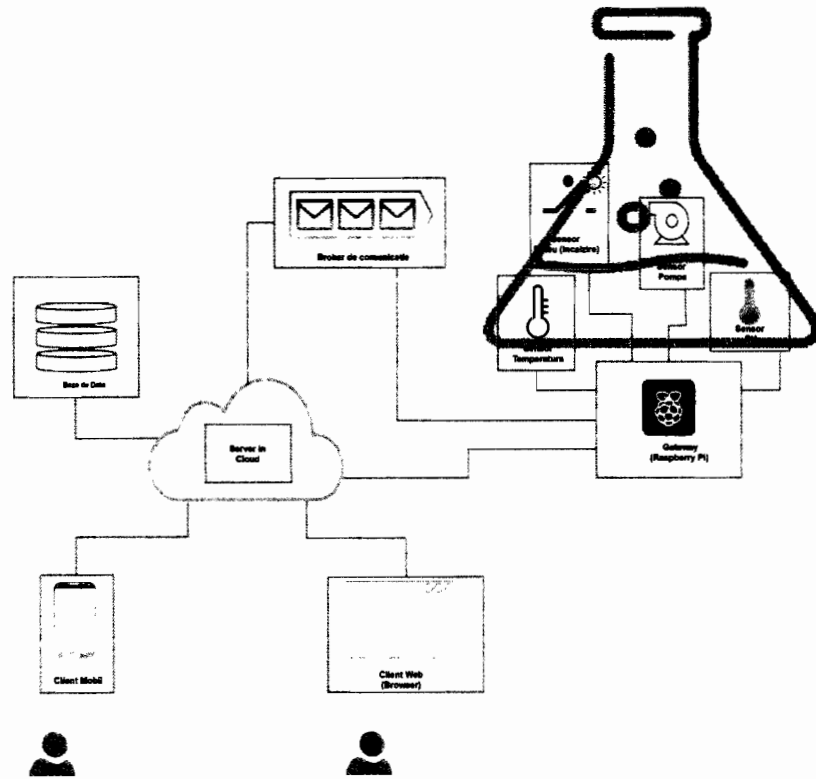


Figura 1.

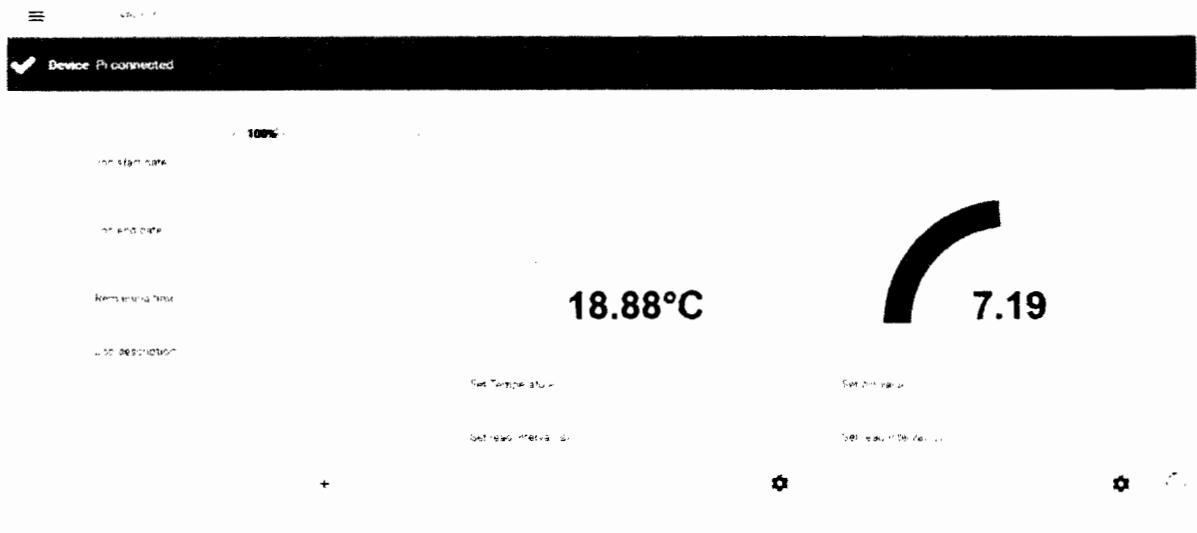


Figura 2.

Barceli R4

