



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2021 00102**

(22) Data de depozit: **09/03/2021**

(41) Data publicării cererii:
30/09/2021 BOPI nr. **9/2021**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR (INCDFM),
STR.ATOMIȘTILOR, NR.405A, CP.MG-7,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **ENACHE TEODOR ADRIAN, SAT NANOV,
COMUNA NANOV, TR, RO;**
• **DICULESCU VICTOR CONSTANTIN,
STR.NERVA TRAIAN, NR.16, BL.M35, SC.3,
ET.7, AP.88, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO**

(54) **DISPOZITIV AUTOMATIZAT CU DETECȚIE
ELECTROCHIMICĂ PENTRU PROBE MULTIPLE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un dispozitiv automatizat cu detecție electrochimică pentru probe multiple și la un procedeu de realizare a acestuia. Dispozitivul, conform invenției, cuprinde o pompă peristaltică (1), care alimentează continuu o celulă electrochimică (2) cu soluția tampon (3) dorită, între pompa peristaltică (1) și celula electrochimică (2) fiind prevăzută o valvă de injecție (4) ce permite introducerea probelor în flux printr-o seringă (5) acționată de un motor (6), seringă fiind conectată, prin intermediul valvei de injecție (4), la un braț de injecție (7) acționat de două motoare ce asigură posibilitatea deplasării acestuia atât pe verticală (8), cât și pe orizontală (9), și folosit și pentru spălarea acului de injecție (10) într-un suport de spălare (11), cu soluție de spălare (12), după fiecare injectare de probă dintr-un compartiment de probe (13), măsurătorile electrochimice fiind realizate de un potențiostat/galvanostat conectat la celula electrochimică (2) și controlat de un calculator.

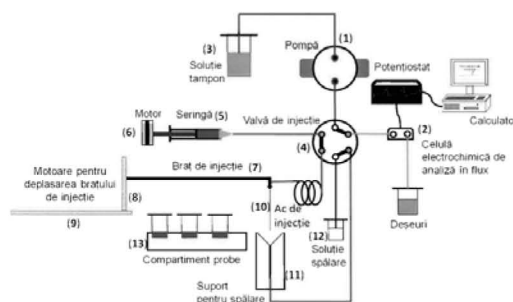
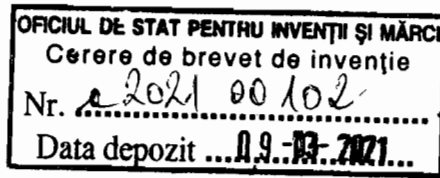


Fig. 2

Revendicări: 4
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).





Titlu:

DISPOZITIV AUTOMATIZAT CU DETECȚIE ELECTROCHIMICĂ
PENTRU PROBE MULTIPLE

Elaborat de:

TEODOR ADRIAN ENACHE, VICTOR CONSTANTIN DICULESCU

DESCRIERE

Prezenta invenție descrie un dispozitiv, sub forma unui ansamblu automatizat pentru detecție electrochimică în flux, pentru efectuarea de măsurători analitice electrochimice, și procedeul prin care se poate obține acesta. Conform invenției dispozitivul integrează un sistem automatizat pentru asigurarea fluxului și introducerea probelor și o celula electrochimică de analiză în flux pentru detecție. Detecția electrochimică se va face printr-un sistem de trei electrozi metalici, fabricați prin fotolitografie, pulverizare catodică cu magnetron în radiofrecvență și evaporare termică în vid, depuși pe un suport solid.

Ca regulă generală, indiferent de domeniul căruia se adresează, măsurătorile analitice necesită condiții experimentale optime în vederea obținerii sensibilității conforme normelor internaționale [1-3] și a diminuării efectelor nedorite. Îndeplinirea acestei reguli poate fi asigurată prin dezvoltarea unui montaj experimental adecvat ce va permite minimizarea erorilor experimentale menținând totodată o sensibilitate ridicată [4-6].

Utilizarea metodelor electrochimice pentru determinări analitice este avantajoasă datorită răspunsului rapid al acestora, posibilității de a detecta compuși la concentrații de nivel ato- și femto-molar și selectivității ridicate datorată discriminării compușilor chimici prin potențialul lor redox. Mai mult, folosirea unei celule electrochimice asistată de un sistem de flux permite realizarea de măsurători analitice multiple într-un timp scurt și cu costuri reduse [7-9].

Scopul invenției din prezenta cerere este de a fabrica un dispozitiv ce integrează un sistem automat de asigurare a unui flux între o seringă de introducere a probelor și o celulă electrochimică pentru detecție.

Conform invenției, sistemul de flux este acționat de o pompă peristaltică și este interconectat printr-o valvă de injecție cu o seringă acționată de un motor și utilizată pentru introducerea probelor în flux. Elementul de detecție al celulei electrochimice este reprezentat de un

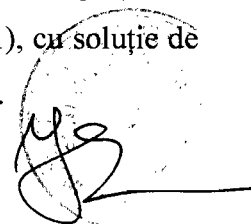
transductor electrochimic alcătuit din trei electrozi metalici de Ti/Au (electrodul de lucru), Ti/Pt (electrodul auxiliar) și Ti/Ag (electrodul de referință). Modul de funcționare al transductorilor electrochimici este foarte cunoscut în literatura de specialitate. Fabricarea transductorului se face prin fotolitografie, o tehnica convențională folosită în mod uzual în fabricarea circuitelor integrate complexe, care utilizează lumina și un polimer sensibil la aceasta pentru a transfera forme geometrice de pe o mască pe un substrat [10].

În cele ce urmează se prezintă un exemplu de realizare a invenției în legătură cu figurile 1 și 2 care reprezintă:

- figura 1: Etapele asamblării celulei electrochimice de analiză în flux;
- figura 2: Reprezentarea schematică a sistemului automatizat cuplat cu celulă electrochimică de analiză în flux.

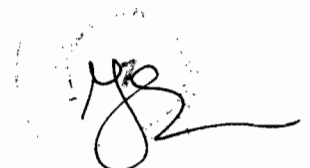
Realizarea invenției presupune fabricarea celulei electrochimice și a sistemului de flux. Într-o primă etapă se obține transductorul electrochimic (1) pe substraturi de Si/SiO₂ prin fotolitografie și tehnici de depunere de filme subțiri. Fotolitografia se realizează utilizând măști individuale pentru fiecare electrod, într-un laborator de tip cameră curată de clasa ISO 5 și implică acoperirea plachetelor de Si/SiO₂ cu un film subțire de fotorezist (polimer sensibil la lumină), iradierea plachetelor prin mască la o anumită lungime de undă, efectuarea unui tratament termic, iradierea plachetelor fără mască și developarea. Tehnicile de depunere de filme subțiri ce pot fi utilizate sunt pulverizarea catodică cu magnetron în radio-frecvență (RF) pentru filmul subțire de Ti și evaporarea termică în vid pentru filmele subțiri de Au, Pt și Ag. În final se va efectua un proces de îndepărtare a surplusului de fotorezist și metal numit uzual „*lift-off*”. În continuare, folosindu-se polimetilsiloxan (PDMS) se realizează cea de-a doua componentă a celulei, respectiv sistemul de intrare-ieșire a lichidului și canalul (2). Prin asamblarea celor două componente la temperatura de 90 °C se obține celula electrochimică (3), fig. 1.

Fluxul celulei este asigurat de o pompă peristaltică (1), fig. 2, care alimentează celula electrochimică (2) în mod continuu la o viteză presetată, cu soluția tampon (3) dorită. Între pompă (1) și celula electrochimică (2) se află o valvă de injecție (4) ce permite introducerea probelor în flux printr-o seringă (5) acționată de un motor (6). Prin valva de injecție (4), seringă (5) este conectată la brațul de injecție (7) acționat de două motoare care asigură posibilitatea deplasării acesteia atât pe verticală (8) cât și pe orizontală (9). Totodată, brațul de injecție (7) este folosit și pentru spălarea acului de injecție (10) în suportul de spălare (11), cu soluție de spălare (12), după fiecare injecție de probă din compartimentul de probe (13).



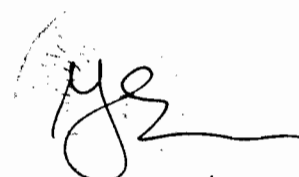
Măsurătorile electrochimice sunt realizate de un potențostat/galvanostat conectat la celula electrochimică (2) și controlat de un calculator.

Prin aplicarea prezentei invenții se obțin următoarele avantaje: (i) reducerea costurilor de analiză datorită numărului mare de probe ce pot fi măsurate consecutiv; (ii) reducerea timpului de analiză a unui număr mare de probe; (iii) costuri reduse de operare datorită folosirii metodelor electrochimice de detecție, (iv) posibilitatea integrării unei alte metode de detecție în fluxul instalației; și (v) posibilitatea montării în serie a mai multor sisteme de detecție.



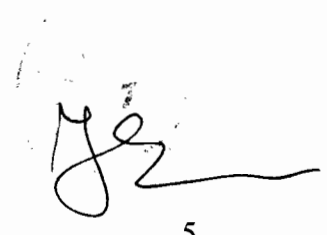
BIBLIOGRAFIE

- [1]. Giorgia Antonelli, Andrea Padoan, Ada Aita, Laura Sciacovelli, Mario Plebani, Verification of examination procedures in clinical laboratory for imprecision, trueness and diagnostic accuracy according to ISO 15189:2012: a pragmatic approach, *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 55:10 (2017) 1501-1508.
- [2]. Djamel Ghernaout, Mohamed Aichouni, Abdulaziz Alghamdi, Overlapping ISO/IEC 17025:2017 into Big Data: A Review and Perspectives; *International Journal of Science and Qualitative Analysis*, 4:3 (2018) 83-92.
- [3]. Juliana Monteiro Bastos da Silva, Jade Chaker, Audrey Martail, Josino Costa Moreira, Arthur David, Barbara Le Bot, Improving Exposure Assessment Using Non-Targeted and Suspect Screening: The ISO/IEC 17025: 2017 Quality Standard as a Guideline, *Journal of Xenobiotics*, 11:1 (2021) 1-15.
- [4]. Jürgen Heinze, Cyclic Voltammetry—"Electrochemical Spectroscopy". *New Analytical Methods, Angewandte Chemie International Edition*, 23 (1984) 831-847.
- [5]. Christoph Wagner, Sergio Armenta, Bernhard Lendl, Developing automated analytical methods for scientific environments using LabVIEW, *Talanta*, 80:3 (2010) 1081-1087.
- [6]. Anne-Catherine Bédard, Andrea Adamo, Kosi C. Aroh, M. Grace Russell, Aaron A. Bedermann, Jeremy Torosian, Brian Yue, Klavs F. Jensen, Timothy F. Jamison, Reconfigurable system for automated optimization of diverse chemical reactions, *Science*, 361 (2018) 1220-1225.
- [7]. Ana A. Folgueiras-Amador, Thomas Wirth, Perspectives in Flow Electrochemistry, *Journal of Flow Chemistry*, 7:3-4 (2017) 94-95.
- [8]. Snjezana Maljuric, Wolfgang Judl, C. Oliver Kappe, David Cantillo, Translating batch electrochemistry to single-pass continuous flow conditions: an organic chemist's guide, *Journal of Flow Chemistry*, 10 (2020) 181-190.
- [9]. Joseph Wang, Electrochemical detection for microscale analytical systems: a review, *Talanta*, 56:2 (2002) 223-231.
- [10]. B Gorzolnik, P Mela, M Moeller, Nano-structured micropatterns by combination of block copolymer self-assembly and UV photolithography, *Nanotechnology*, 17 (2006) 5027-5032.



REVEDICĂRI

1. Ansamblu automatizat pentru detecție electrochimică în flux a probelor redox caracterizat prin aceea că este alcătuit dintr-un sistem de pompe ce asigură fluxul de reagenți printr-o celulă electrochimică.
2. Procedeu de obținere a ansamblului descris în revendicarea 1 prin construirea unui dispozitiv mecanic format din pompe, motoare pentru deplasare, sistem și valve de injecție, conectat la o celulă electrochimică.
3. Procedeu de obținere a platformei din revendicarea 1 prin construirea unei celule electrochimice de analiză în flux, fabricată prin fotolitografie și tehnici de depunere de filme subțiri, cu electrodul de lucru din aur.
4. Procedeu de obținere a celulei electrochimice din revendicarea 3 caracterizat prin aceea că pot fi folosite diverse metale pentru fabricarea electrodului de lucru



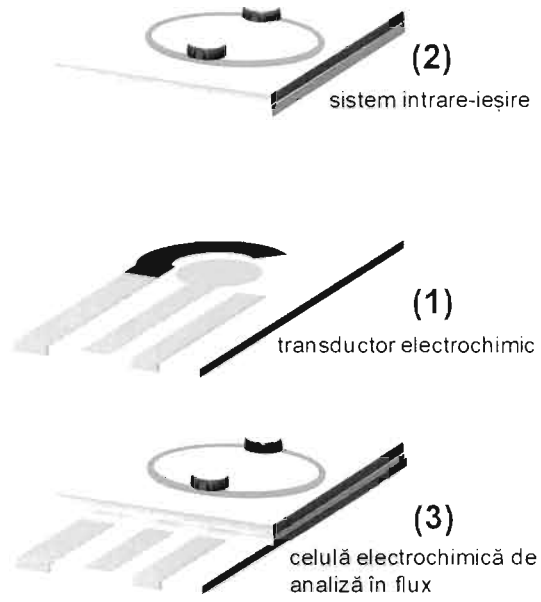


figura 1

Etapele asamblării celulei electrochimice de analiză în flux

A handwritten signature and a circular stamp are present in the bottom right corner of the page.

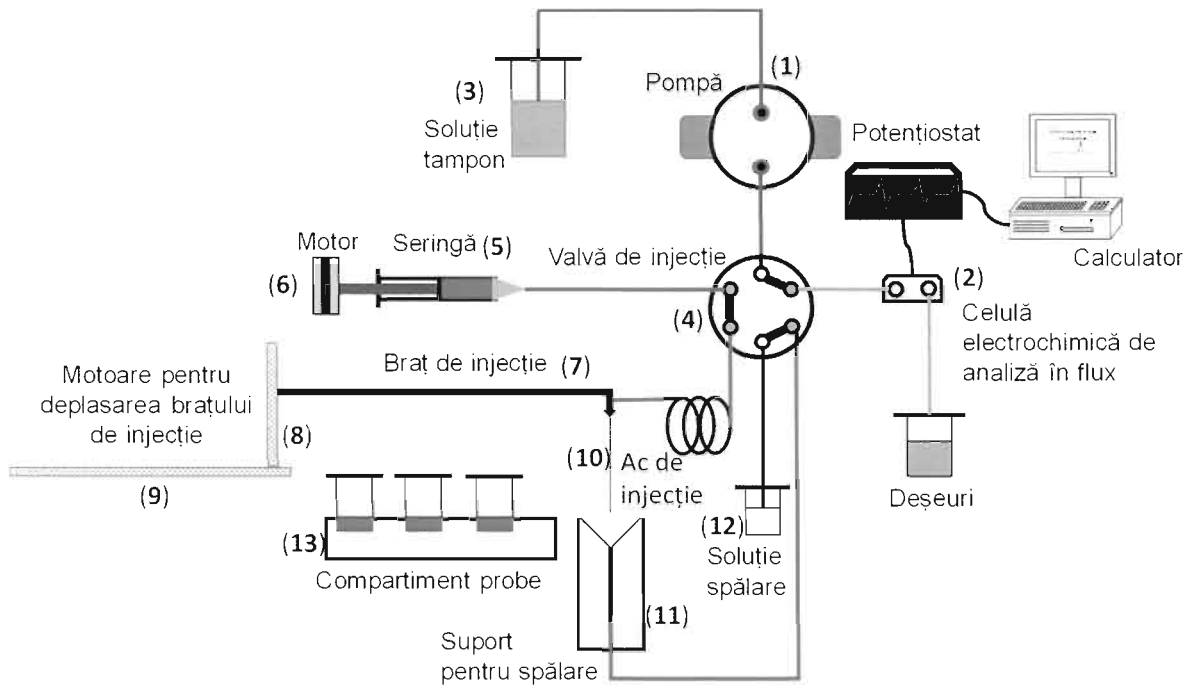


figura 2

Reprezentarea schematică a sistemului automatizat cuplat cu celula electrochimică de analiză în flux