



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00147**

(22) Data de depozit: **31/03/2021**

(41) Data publicării cererii:
29/11/2021 BOPI nr. **11/2021**

(71) Solicitant:

• **APEL LASER S.R.L.**,
*STR. VINTILĂ MIHĂILESCU NR.15, BL.60,
SC.A, AP.12, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;*
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
ECOLOGIE INDUSTRIALĂ - ECOIND,**
*DRUMUL PODU DÂMBOVIȚEI NR. 71-73,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO*

(72) Inventatori:

• **UDREA VIRGIL MIRCEA,**
*STR. VINTILĂ MIHĂILESCU, NR.15, BL.60,
SC.1, ET.1, AP.12, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;*
• **SURUPĂCEANU IONUȚ CRISTIAN,**
POCIOVALISTEA NR.732, NOVACI, GJ, RO;

• **CHIRICUȚĂ BOGDAN, STR. OȚELARILOR
NR. 29, BL. K, SC. 1, ET. 4, AP. 19, GALAȚI,
GL, RO;**
• **BECHERESCU BARBU DAN NICOLAE,**
*STR.NICHITA STĂNESCU NR.31G,
MOGOȘOAIA, IF, RO;*
• **BĂTRÎNESCU GHEORGHE,**
*STR.CALEA VITAN NR.123, BL.V2, SC.1,
ET, 6, AP.26, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;*
• **PASCU LEOANA FLORENTINA,**
*STR. PLUTONIER RADU GHEORGHE
NR.38, BL.VN8, PARTER, AP.3, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;*
• **SCUTARIU ROXANA-ELENA,**
*BD.MIHAI EMINESCU NR.49, ET.3, AP.16,
BOTOȘANI, BT, RO*

(54) **SISTEM INOVATIV DE IDENTIFICARE ȘI CARACTERIZARE
A MICROPLASTICELOR DIN APĂ PRIN SPECTROMETRIE
RAMAN**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un sistem de identificare și caracterizare a microplasticilor din apă prin spectrometrie Raman. Sistemul conform invenției cuprinde: un spectrometru cu număr focal f/3, prevăzut cu o lentilă optică tratată anti-reflex, destinată să reducă aberațiile optice sub limita de difracție și o rețea de difracție de tip VPH (Volume Phase Holographic) care reduce la minimum dependența de polarizare și împrăștierea internă, un

detector de tip CCD cu răcire termoelectrică, un laser care emite pe lungimea de undă de 785 nm cu o putere de 600mW și o probă Raman cuplată la laser și la spectrometru prin fibre optice și conexiune SMA.

Revendicări: 1
Figuri: 3

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).



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. 02021 00147
Data depozit 31-03-2021

27

12.2. DESCRIERE

SISTEM INOVATIV DE IDENTIFICARE SI CARACTERIZARE A MICROPLASTICELOR DIN APA PRIN SPECTROMETRIE RAMAN

Prezenta inventie se refera la un prototip pentru identificarea si caracterizarea microplasticelor din apa prin spectrometrie Raman.

Prezentare generala

În condițiile urbanizării și a industrializării continue, civilizația contemporană se caracterizează printr-un proces îngrijorător de deteriorare a echilibrului ecologic și de poluare a resurselor de apă. Managementul resurselor de apă este pus în dificultate nu atât din punct de vedere al cantității acestor resurse cât mai ales a calității lor, aceasta fiind afectată tot mai mult de diversele forme de poluare printre acestea regasindu-se și poluarea cu microplastice.

Apele naturale primesc în componenta lor ape uzate încărcate cu deșeuri precum microplasticele (din degradarea obiectelor din plastic mai mari, cum ar fi pungi, sticle sau plase de pescuit) sau „pierderile” care rezultă din activitățile umane, industriale, ceea ce alterează calitatea inițială a apei. În condițiile societății contemporane, caracterizată de ritmul accelerat al dezvoltării apare tendința unei accentuări periculoase a procesului de poluare cu microplastice a resurselor de apă, ajungând în anumite cazuri la situații total neconforme cu normele actuale.

Dintre obiectivele tipice al monitorizării poluării cu microplastice pot fi menționate următoarele: detectarea oricărui semn de deteriorare a apei și a calității acesteia, identificarea acelor mase de apă poluate cu microplastice, din ecosistem, care nu întrunesc condițiile și standardele prestabilite, privitoare la calitatea apei, identificarea zonelor contaminate, estimarea încărcăturii de factor poluant preluată de ecosistem sau de subsistem; determinarea extinderii și a efectelor microplasticelor, evaluarea eficacității unei intervenții de management al calității apei.

Proiectarea sistemului spectroscopic a fost făcută ținând cont de situația mondială actuală a poluării apelor cu microplastice atât din considerente cantitative (ca volum parțial de microplastice din volumul total de apă) și calitative (ca tipologie de material plastic), precum și de

incidenta raspandirii fenomenului in planurile zonale si nationale: zona de prelevare, bazine de acumulare sau statii de epurare. **O asemenea raspandire necesita un sistem de analiza Raman mobil, usor mutabil si necostisitor**, care sa determine, prin spectru Raman afisat liniile spectrale specifice diferitelor specii de material plastic.

Avand in vedere aplicatia de determinare a microplasticelor din apa si faptul ca semnalul Raman este un semnal foarte slab, fata de semnalul de excitare sau un semnal de fluorescenta spre exemplu am optimizat sistemul astfel incat acesta sa permita colectia unei cantitati cat mai mare de lumina.

Spectrometrul: numarul F sau raportul F (notat N), caracteristic unui spectrometru, defineste acest parametru si poate fi exprimat ca functie de distanta focala (f) si diametrul fizic al monocromatorului/spectrometrului (D):

$$N = \frac{f}{D}$$

In literatura de specialitate acest parametru este notat f/N si reprezinta eficienta de colectare a luminii a unui ansamblu optic. Cu cat numarul N este mai mic, cu atat eficienta optica este mai mare insa creste in acelasi timp si efectul aberatiilor.

Desi majoritatea sistemelor de profil au un numar N de $f/4$ ca si standard pentru configuratia actuala am utilizat un sistem $f/3$ pentru a avea o cantitate de lumina incidenta mai mare, fapt care asigura un raport semnal / zgomot mai bun si de asemenea un timp de achizitie mai mic.

De asemenea, inconvenientul aberatiilor induse de utilizarea unui design $f/3$ pot fi contracarate prin utilizarea unor elemente optice care sa minimizeze la maxim efectul acestora:

- o lentila optica de inalta eficienta pentru domeniul spectral de interes tratata anti-reflex care reduce aberatiile optice sub limita de difractie

- retea de difractie de tip VPH (Volume Phase Holographic) care minimizeaza dependenta de polarizare si imprastierea interna

Reteaua VPH functioneaza in modul de reflexie ca o retea de difractie conventionala inasa isi schimba total proprietatile in modul de transmisie. Are o structura de faza periodica, cu scopul fundamental de a difracta diferite lungimi de unda de la intrarea comuna in iesiri angulare distincte.

Este formata dintr-un strat de material transmisiv, sigilat intre 2 straturi de quart. Faza luminii incidente este modulata la trecerea prin filmul optic cu indice de refractie modificat intr-o structura periodica, spre deosebire de retelele de difractie conventionale la care modularea luminii incidente se face prin diferenta de adancime a structurilor periodice de pe suprafata retelei.

Ambele elemente mentionate mai sus sunt integrate in sistem.

Detectorul folosit in sistem este de tip CCD, cu racire termoelectrica. Racirea are ca scop marirea domeniului dinamic al detectorului si optimizarea raportului semnal zgomot.

Racirea se poate face pana la -10°C si mentinuta ca stabilizare termica, detectorul avand un chip de 1054×58 pixeli.

Timpul de integrare al detectorului este din domeniul milisecundelor pana la un minut, acoperind prin excelenta un domeniu suficient de integrare, inclusiv pentru semnale slabe.

Modulul de excitare laser folosit are lungimea de unda de 785 nm si o putere de 600 mW .

Aceasta lungime de unda a fost aleasa din mai multe considerente:

- are o adancime de penetrare mare
- are o contributie minima la producerea fenomenul concurent de fluorescenta

Desi lungimea de unda este considerata in NIR si semnalul Raman este shiftat spre rosu fata de lungimea de unda de excitare, exista inca un domeniu spectral suficient asigurat de chipul de Siliciu al detectorului pentru acoperirea semnalelor de interes a speciilor de plastic urmarite.

Cuparea la monocromator/spectrometru este facuta printr-o fibra optica, pentru a evita pierderea de semnal si din motive de siguranta laser.

Fibra optica de la laser la proba Raman are urmatoarele caracteristici:

Apertura numerica	0.22 ± 0.02
Transmisibilitate – domeniu lungimi de unda	$250 \text{ nm} - 1200 \text{ nm}$
Nucleu	Siliciu
Protectie	Acril / extern Metalic
Temperatura de operare	$- 40$ la 85°C
Latime de banda	$15 \text{ MHz} \cdot \text{km}$
Atenuare	Max. 8 dB/km
Diametru nucleu	$105 \mu\text{m} \pm 2\%$

Fibra optica de la proba Raman la spectrometru are urmatoarele caracteristici:

Apertura numerica	0.39 ± 0.02
Transmisibilitate – domeniu lungimi de unda	$400 \text{ nm} - 2200 \text{ nm}$
Nucleu	Siliciu
Protectie	Polimer dur TECS / extern Metalic
Temperatura de operare	$- 40$ la 85°C

Diametru nucleu	600 $\mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$
-----------------	--------------------------------------

Laserul este stabilizat si are o latime de banda la semi-inaltime mai mica de 100 MHz, respectiv $<0.2 \text{ pm}$ sau $<0.005 \text{ cm}^{-1}$.

DESCRIEREA INVENTIEI

Prototipul integreaza:

- un spectrometru cu numar focal $f/3$, detector tip CCD cu 1054×58 pixeli, stabilizat termic si retea de difractie tip VPH (Volume Phase Holographic)
- un laser cu emisie la 785 nm si putere de 600 mW
- o proba Raman cuplata la laser si spectrometru prin fibre optice si conexiune SMA
- software de control care ruleaza sub Windows si care poate fi customizat prin LabView, VBA pentru Excel, C-SDK sau Delphi Pascal; pentru normalizarea spectrala este folosita functia celor mai mici patrate, adaptata iterativ.

Reprezentarea schematica a echipamentului este data in fig.1

In figura 2 sunt prezentate dimensiunile echipamentului exterioare si interioare, vedere laterala.

In figura 3 sunt prezentate dimensiunile echipamentului exterioare si interioare, vedere superioara.

12.3. REVENDICARI

Prototip pentru identificare si caracterizare a microplasticelor din apa prin spectroscopie Raman caracterizat de:

1. Sistem portabil
2. Lungime de unda 785 nm, putere 600 mW
3. Monocromator cu numar $f/3$, domeniu spectral 200 - 3500 cm^{-1}
4. Retea de difractie tip VPH (Volume Phase Holographic)
5. Detector CCD stabilizat termoelectric in temperatura, 1024x58 pixeli
6. Proba Raman cuplata pe fibra optica SMA905

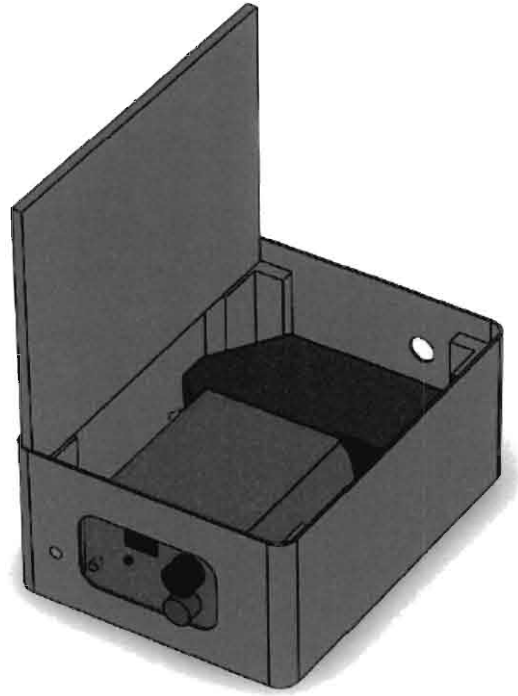


Figura 1

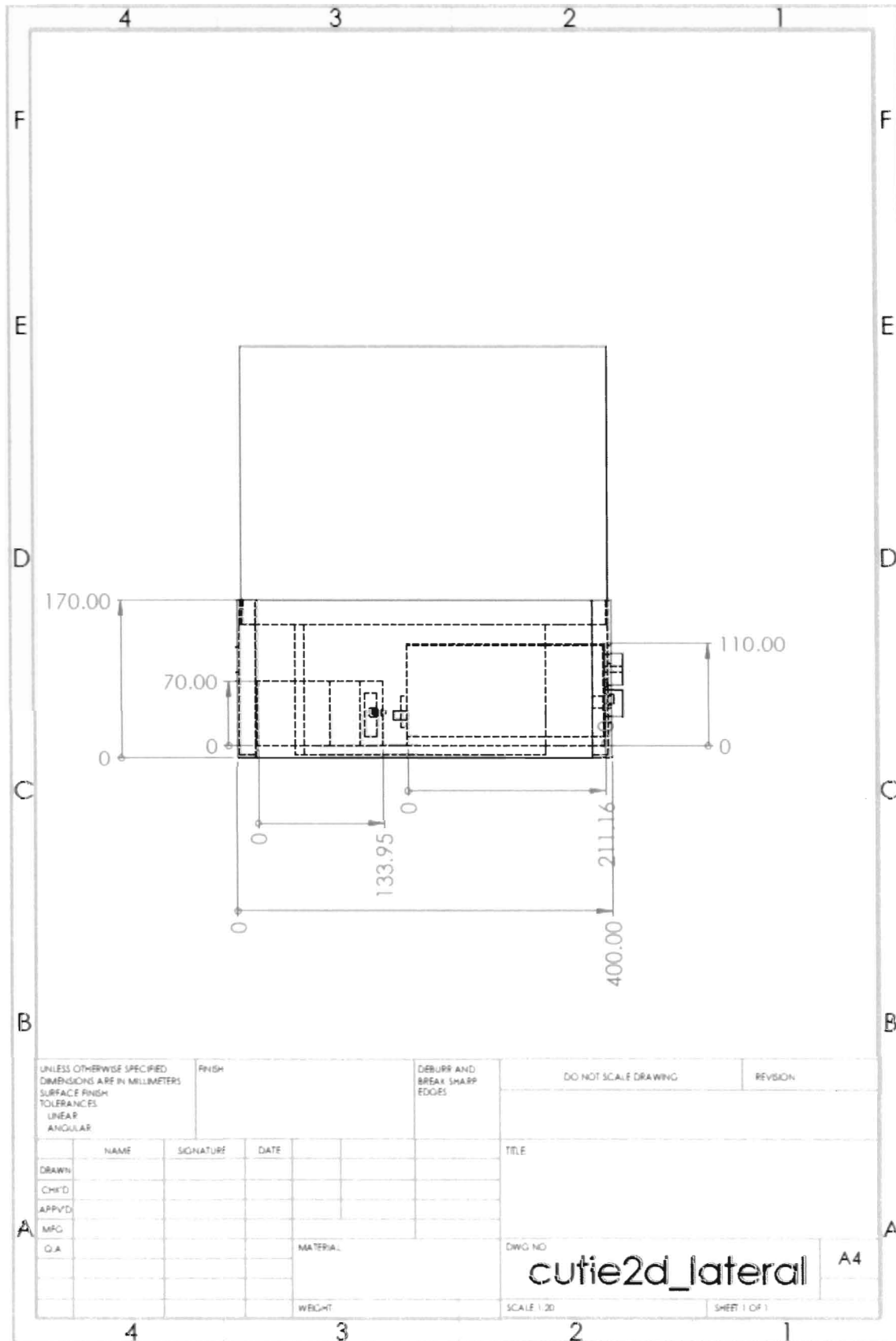


Figura 2

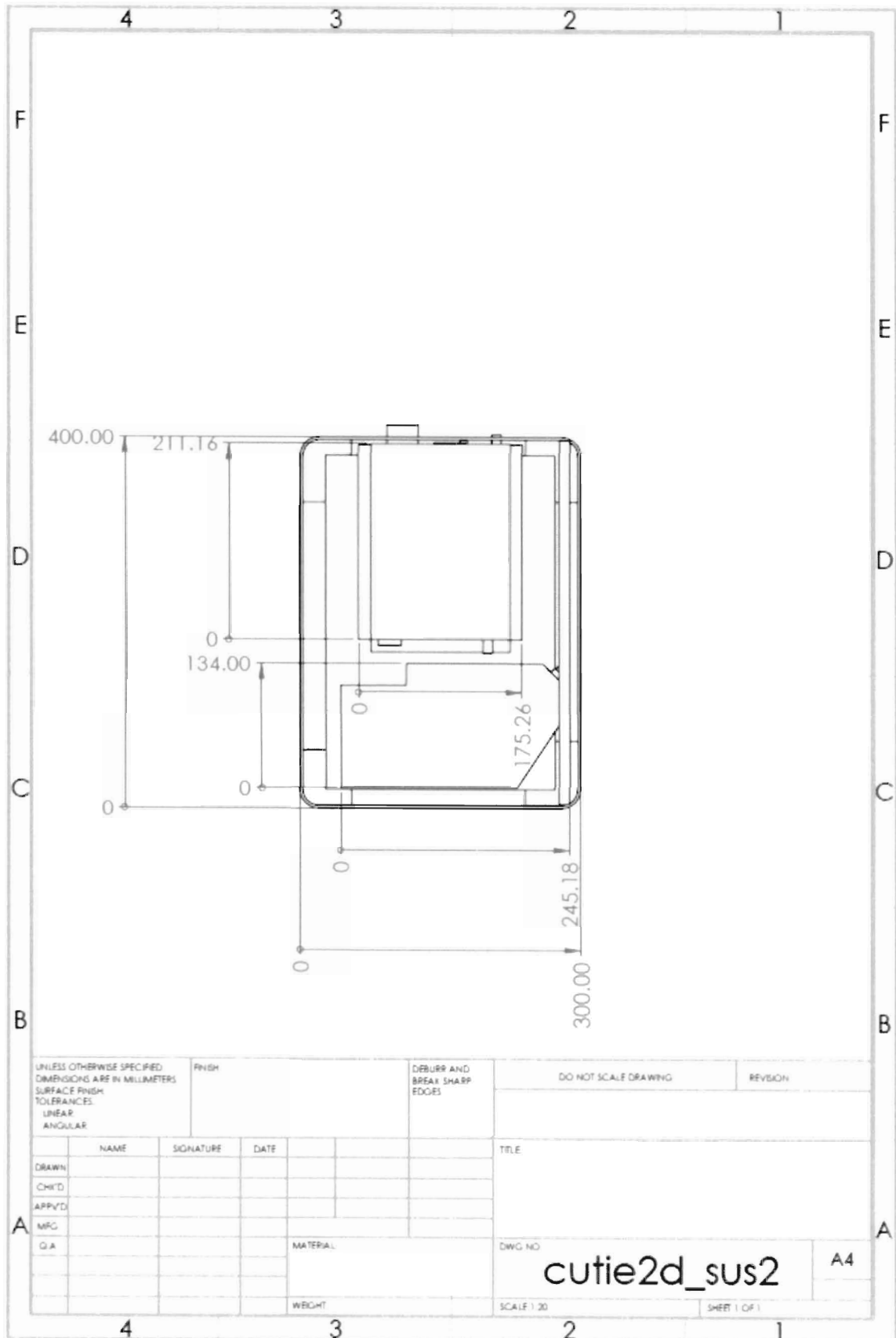


Figura 3