



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2022 00726

(22) Data de depozit: 15/11/2022

(41) Data publicării cererii:
30/05/2024 BOPI nr. 5/2024

(71) Solicitant:
• EPI-SISTEM S.R.L., STR.LIVEZII, NR.17A,
SĂCELE, BV, RO

(72) Inventatori:
• EPURE PETRU, BD. GRIVIȚEI NR.56,
BL.10, SC.B, AP.16, BRAȘOV, BV, RO

(54) PLATFORMĂ DE DETERMINARE A ALDEHIDELOR DIN AER
LA TEMPERATURI RIDICATE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o platformă de determinare a aldehydelor din aer la temperaturi ridicate. Platforma, conform invenției, este un ansamblu de măsură integrat, compus dintr-o unitate de control (a), care permite integrarea funcționării fiecărui modul, un modul de măsură electrochimică multicanal (b) cuplat la niște electrozi serigrafiați (c), un modul de încălzire (d) pentru incintele termostatate, un bloc de senzori de temperatură (e) asociați cu toate zonele de termoreglare (f) și un modul de fluidică (g) cu rol de eșantionare a probelor de aer, iar apoi de condiționare și transfer către incintele de măsură, unitatea de control (a) fiind în legătură cu un laptop pentru controlul parametrilor de funcționare prin intermediul comunicațiilor digitale, furnizarea rezultatului de concentrație privind aldehydele fiind făcută pe baza unor curbe de calibrare obținute anterior și prelucrate prin metode statistice chemometrice.

Revendicări: 8
Figuri: 5

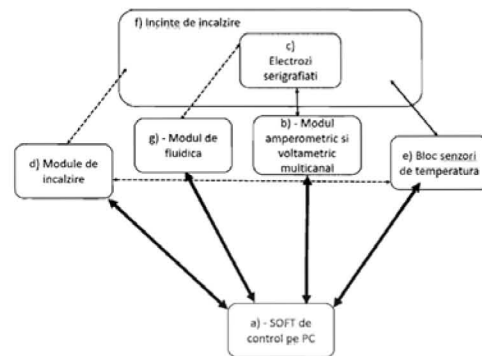


Fig. 1



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Centru de Brevet de invenție
Nr. <u>a 2022 00726</u>
Data depozit <u>15-11-2022</u>

30

Platforma de determinare a aldehydilor din aer la temperaturi ridicate

Invenția se referă la o platforma de determinare a aldehydilor din aer la temperaturi ridicate.

Platforma de determinare este utilizată în laborator dar și în mediul industrial și poate determina concentrația unor anumiți compuși din aer, în acest caz e vorba de determinarea aldehydei. Proba se preluadează din mediu, este condiționată la o anumită temperatură în incinte termostatare iar apoi este măsurată electrochimic cu ajutorul a trei electrozi serigrafiati printr-o metoda amperometrica la temperatura stabilita.

Determinarea acetaldehydei se face în acest caz pe baza unei reacții enzimatică la o anumită temperatură iar selectivitatea este asigurată prin funcționalizarea specifică a celor trei electrozi serigrafiati. Aceasta funcționalizare se poate face în mai multe moduri și conduce la o ușurință sporită în procesul de pregătire a detecției pe baza unor accesorii pregătite anterior, păstrate la rece și umectate cu un buffer fosfat. Există variante de determinare cu echipamente cromatografice HPLC care separă compușii iar apoi asigură determinarea la anumite lungimi de undă. Există și variante electrochimice de determinare cu electrozi sau substraturi active electrochimic, care pun în evidență curentul catodic rezultat ce este proporțional cu concentrația totală de aldehyde din aer fără a furniza o selectivitate pentru fiecare tip de alhida.

În prezent sunt cunoscute metodele de detecție cromatografice și optice cu determinarea concentrației de aldehyde în laborator sau metode electrochimice cu determinarea concentrației totale de aldehyde în laborator bazate pe potențiostate, fără însă a fi posibilă cuantificarea pe fiecare tip de alhida sau determinarea pe teren.

Determinarea electrochimică a concentrației de aldehyde este o metodă alternativă la determinările cromatografice și colorimetrice.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție constă în determinarea electrochimică, selectivă, a concentrației de aldehyde în aer, cuantificarea pe anumite tipuri importante de aldehyde și transmiterea către un punct de acces la distanță a rezultatelor obținute.

Această problemă tehnică este rezolvată cu ajutorul unei platforme de măsură conform invenției, echipamente de condiționare și măsură care se prezintă sub forma a cinci cutii cu dimensiuni mici 260x180x65mm și o greutate de 6 kilograme, cu arhitectura funcțională ca în Fig. 1, conectate la un laptop pentru afișarea parametrilor de funcționare și a datelor măsurate, unde comanda se face prin intermediul interfețelor grafice, platforma fiind compusă dintr-o unitate de control a funcționării fiecărui modul, un modul de măsură electrochimică multicanal ce este cuplat la patru electrozi serigrafiați funcționalizați, un modul de alimentare pentru incintele cu temperatura controlată, o rețea de șapte senzori de temperatură pentru asigurarea uniformității probelor și a mediului de lucru, mai multe incinte de condiționare a probelor și a electrozilor de măsură și un pachet software de control capabil să transmită alarme în cazul unor concentrații periculoase.

Avantajele acestui dispozitiv constau în:

- Măsurarea pe teren a concentrației de aldehide;
- Evaluarea rezultatelor obținute se face într-un timp scurt;
- Se scurtează timpul de alertă la concentrații ridicate;
- Se poate localiza zona afectată;
- Permite selectivitatea pe tipuri de aldehide ;
- Abordările electrochimice sunt eficiente din punct de vedere al costurilor, susceptibile de a fi miniaturizate și de a fi aplicate pe teren.

În cele ce urmează este prezentat un exemplu de realizare a invenției în legătură și cu figurile 1-5 anexate, care reprezintă:

Fig 1 arhitectura funcțională a platformei de măsură

Fig. 2 Vedere generală a platformei de determinare cu șase incinte termostate

Fig. 3 Vedere frontală a platformei de determinare a aldehydelor

Fig. 4 Detaliu din meniul de măsurare și salvare date

Fig. 5 Vedere frontală a platformei de determinare cu patru incinte termostate



Platforma de determinare a aldehydelor la temperaturi ridicate conform invenției este de tip echipament modular și este destinată determinării în laborator și pe teren a concentrației de aldehide din aer.

Ea este formată din cinci cutii cu dimensiuni reduse, de aproximativ 260x180x65mm, conform fig. 2, ansamblu ce asigură cu ajutorul unui laptop controlul parametrilor de funcționare și a datelor măsurate. Comanda platformei de determinare se face prin intermediul meniurilor grafice afișate pe ecranul laptopului.

La rândul ei, platforma este compusă dintr-o unitate de control **a** ce permite integrarea funcționării mai multor module încorporate și anume, un modul de măsură amperometrică multicanal și unul de măsură voltametrică **b**, ce sunt cuplate la patru electrozi serigrafiați **c**, un modul de încălzire programabil **d** în vederea încălzirii incintelor **f**, cu ajutorul setului de senzori de temperatură **e** ce asigură încălzirea uniformă, un modul de fluidică ce asigură prelevarea și pregătirea probelor pentru determinare **g**.

Unitatea de control **a** este compusă PC sau laptop, reconfigurabil hardware și software, care asigură integrarea modulelor componente astfel încât să poată monitoriza și controla activitatea întregii platforme prin intermediul comunicațiilor digitale. Integrarea este realizată cu un software de control realizat în limbajul C pentru instrumentație. Furnizarea rezultatului de concentrație privind aldehidele se face în baza unor curbe de calibrare obținute anterior și prelucrate prin metode statistice avansate.

Modulul electrochimic de măsură **b** este prevăzut cu patru microcontrolere specializate care au implementate metodele electrochimice de tip amperometrie și voltametrie ciclică ce pot fi utilizate alternativ, în condiții specifice cu parametrii fixați. Pachetul software de control permite utilizarea și măsurarea simultană a celor patru canale de măsură precum și reprezentarea grafică în timp real a semnalelor măsurate.

Electrozii serigrafiați **c** sunt fixați în poziție orizontală într-un suport montat în cutia de condiționare. Aceștia sunt niște senzori electrochimici de dimensiuni mici 33x10x0.7mm care au electrodul de lucru și electrodul auxiliar din carbon iar electrodul de referință din argint, fiind precondiționați și funcționalizați cu enzime specifice. Electrozii



sunt amplasați în incinte termostatate la temperatura potrivita pentru reacția enzimatică specifică.

Modulul de încălzire **d** permite alimentarea selectivă a încălzitoarelor care acționează în 4-6 incinte cu volum de 50ml destinate condiționării la temperatura constantă a 3 probe distincte și a 1-3 camere de măsură electrochimică, după caz. Alimentarea încălzitoarelor se face pe zone, programabil, prin algoritmi combinați de tip PID și PWM.

Blocul de senzori de temperatura **e** este format din 7 senzori analogici de temperatura, cu precizie de 0.1 grade Celsius, asociați cu fiecare zonă de încălzire vizibile în Fig. 3 și care permit o evaluare corectă a evoluției stabilizării termice conform protocolului de lucru.

Incintele de încălzire **f** au rolul de a aduce probele la stare gazoasă prin echilibru dinamic iar în incinta de măsură asigură condiționarea electrozilor la temperatura specifică pentru enzima utilizată pentru asigurarea selectivității.

Modulul de fluidică **g** este compus din pompe peristaltice, pompa de gaze și valve cu trei căi capabile prin integrare funcțională să asigure fluxul de probă către incintele de măsură precum și golirea și aerisirea incintelor utilizate. Traseele fluidice sunt realizate cu ajutorul unor tuburi cu proprietăți superioare de impermeabilitate la gaze în condiții de temperatură ridicată.

Utilizarea platformei de determinare a aldehydelor

Principiul de analiză a aldehydelor este bazat pe înregistrarea răspunsului a 3 senzori enzimatici modificați cu enzime diferite: alcool dehidrogenază ADH și două aldehyd dehidrogenaze, S2-ALDH și F-ALDH: alura curbelor amperometrice de intensitate a curentului în funcție de timp este diferită pentru fiecare senzor, corespunzător reacției catalizate și enzimei folosite. Prin combinarea răspunsului celor 3 senzori se obține un răspuns unic pentru proba de analizat care este interpretat chemometric pentru a calcula concentrația aldehydei de interes din proba analizată. Electrozii sunt funcționalizați cu ajutorul unor membrane pregătite anterior cu cele 3 enzime specifice iar apoi păstrate în mediu controlat de temperatură. Înainte de a începe un set de determinări membranele

se amplasează pe suprafață electrozilor serigrafiați și se umectează cu 10 microlitri de buffer fosfat ușor acid. În acest fel se creează condițiile necesare realizării reacțiilor enzimatiche.

După ce electrozii sunt fixați în suporturi se închide incinta de măsură și se lansează procesul de încălzire la temperatura fixată, de exemplu 35 de grade Celsius. În paralele probele sunt și ele încălzite la aceeași temperatură cu ajutorul modulelor de încălzire. După stabilizarea temperaturilor în toate incintele conform celor stabilite în protocol se pornește imediat o metodă amperometrică cu polarizare la 500mV pe toți cei 3 electrozi aflați în incinta încălzită.

Se înregistrează evoluția curentului pentru 300-500 de secunde iar apoi se determină diferența de intensitate a curentului între linia de baza și finalul reacției. Datele se prelucrează cu ajutorul modulului chemometric. Sistemul poate furniza rezultatul în unități de concentrație.

Se pregătesc probele și electrozii serigrafiați de lucru conform metodei iar apoi se pornește măsurătoarea din meniu (butonul START MTH , Fig. 4).

După evaluarea rezultatelor, se transferă datele către secțiunea de prelucrare chemometrică (butonul TRANSFER DATASET , Fig. 4).

În cazul măsurătorilor pe teren există posibilitatea de a înregistra poziția GPS a platformei de determinare a aldehydelor conform invenției și se notează timpul la care s-a efectuat transmisia prin înregistrarea în fișierul datelor măsurate. În acest fel, pe baza datelor transmise către punctul de acces, se pot face reconstituiri ale evoluției concentrației de aldehidă în anumite zone geografice sau puncte de interes.

De menționat că electrozii serigrafiați se înlocuiesc cu alții noi, după două sau trei zile de determinare, în funcție de numărul de membrane utilizate sau a nivelului de concentrație a aldehydelor .

Abordarea, care combină membrane enzimatiche, electrozi de carbon serigrafiați și amperometria cu potențial constant, a permis identificarea concentrației de aldehidă din aer în aproximativ 5-8 minute.

REVEDICĂRI

1. Platforma de determinare a aldehydelor din aer la temperaturi ridicate de pana la 80 de grade Celsius, **caracterizata prin aceea că** se prezintă sub forma unui ansamblu de cinci cutii cu dimensiuni mici 260x180x65mm si greutate de 6.5kilograme, cu arhitectura funcțională, ansamblu ce asigura cu ajutorul unui laptop controlul parametrilor de funcționare și a datelor măsurate prin intermediul meniurilor grafice afișate pe ecranul laptopului, platforma compusa dintr-o unitate de control (a) care permite integrarea funcționarii fiecărui modul, un modul de măsură electrochimica multicanal (b) cuplat la electrozi serigrafiați (c), un modul de încălzire (d) pentru toate incintele termostatate, un bloc de senzori de temperatura (e) asociați cu toate zonele de termoreglare (f) si un modul de fluidica cu rol de eșantionare a probelor iar apoi de condiționare si transfer către incintele de măsură.
2. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizata prin aceea că** unitatea de control (a), are în compunere un laptop sau un PC de mici dimensiuni, reconfigurabil hardware și software, care asigura integrarea modulelor componente astfel încât să poată monitoriza si controla activitatea întregii platforme prin intermediul comunicațiilor digitale iar furnizarea rezultatului de concentrație privind alhidele sa fie făcută în baza unor curbe de calibrare obținute anterior si prelucrate prin metode statistice avansate, chemometrice.
3. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizata prin aceea că** modulul de măsură electrochimică (b) este bazat pe 4 microcontrolere specializate care au implementate metodele electrochimice de tip amperometrie și voltametrie ciclică ce pot fi utilizate simultan sau succesiv, în condiții specifice cu parametrii fixați.
4. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizata prin aceea că** electrozii serigrafiați (c) sunt niște senzori electrochimici de dimensiuni mici 33x10x0.7mm care au electrodul de lucru și electrodul auxiliar din carbon iar electrodul de referință din argint, amplasați in incinte termostatate la temperatura



potrivita pentru reacția enzimatică specifică, condiționați și funcționalizați corespunzător.

5. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** modulul de încălzire (d) permite alimentarea selectivă a încălzitoarelor care acționează în 4-6 încălzitoare cu volum de 50ml destinate condiționării la temperatura constantă a 3 probe distincte și a 1-3 camere de măsură electrochimică, după caz, iar alimentarea încălzitoarelor se face pe zone, programabil, prin algoritmi combinați de tip PID și PWM.
6. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** blocul de senzori de temperatură (e) este format din 7 senzori analogici de temperatură, cu precizie de 0.1 grade Celsius, asociați cu fiecare zonă de încălzire, senzori care permit o evaluare corectă a evoluției stabilizării termice conform protocolului de lucru.
7. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** încălzitorii (f) au rolul de a aduce probele la stare gazoasă prin echilibru dinamic iar în încălzitorii de măsură asigură condiționarea electrozilor la temperatura specifică pentru enzima utilizată pentru asigurarea selectivității.
8. Platforma de determinare a aldehydelor din aer conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** modulul de fluidică (g) este compus din pompe peristaltice, pompa de gaze și valve cu trei căi capabile prin integrare funcțională să asigure fluxul de probă către încălzitorii de măsură precum și golirea și/sau aerisirea încălzitoarelor utilizate, modul care asigură trasee fluidice realizate cu ajutorul unor tuburi cu proprietăți superioare de impermeabilitate la gaze în condiții de temperatură ridicată



Fig. 1 Arhitectura funcțională a platformei de măsură

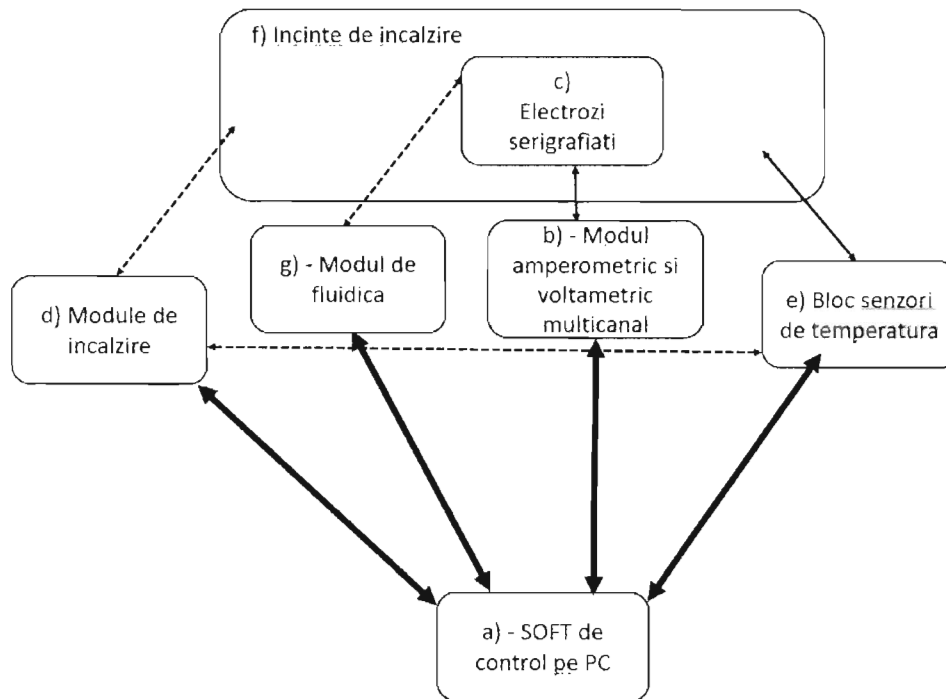
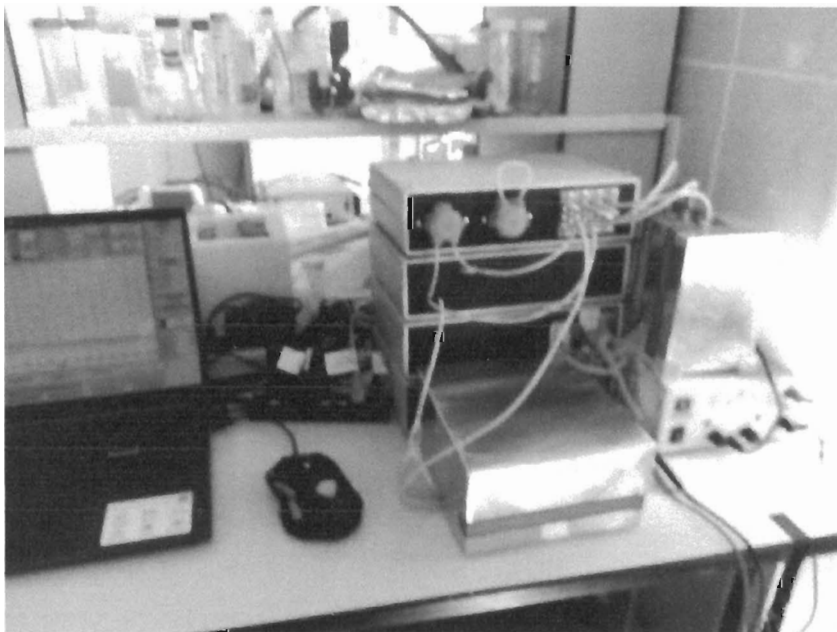


Fig. 2 Vedere generala a platformei de determinare cu șase incinte termostatate



22

Fig. 3 Vedere frontala a platformei de determinare a aldehydelor

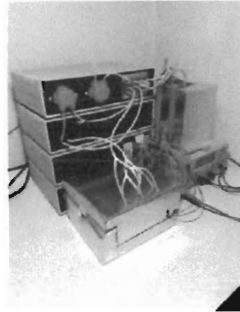


Fig. 4 Detaliu din meniul de măsurare și salvare date

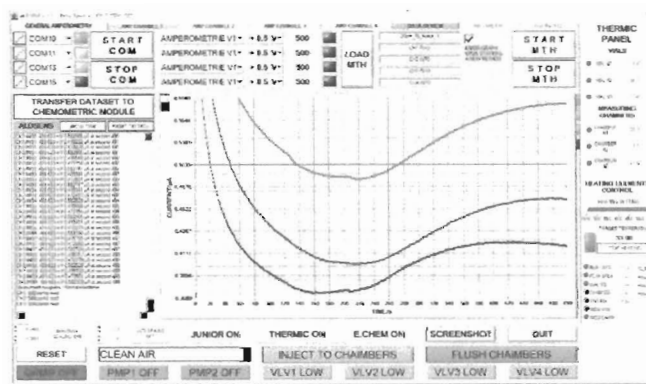


Fig. 5 Vedere frontala a platformei de determinare cu patru incinte termostatate

