



(11) RO 138283 A2

(51) Int.Cl.

G01N 27/28 (2006.01),

G01N 27/30 (2006.01),

G01N 21/03 (2006.01)

(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2022 00827**

(22) Data de depozit: **22/12/2022**

(41) Data publicării cererii:  
**28/06/2024** BOPI nr. **6/2024**

(71) Solicitant:  
• **NANOM-MEMS S.R.L., STR.G.COŞBUC,  
NR.9, RÂŞNOV, BV, RO**

(72) Inventatori:  
• **GHEORGHE MARIN, STR.FLORILOR  
NR.26, RÂŞNOV, BV, RO**

### (54) DISPOZITIV APICAT CUVELOR FOTOSPECTROFOTOMETRICE PENTRU EFECTUAREA DE MĂSURATORI ELECTROCHIMICE ȘI PROCEDEU DE REALIZARE A ACESTUIA

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un dispozitiv care, aplicat la o cuvă spectrofotometrică, face posibilă efectuarea de măsurători electrochimice asupra unei soluții din cuvă. Dispozitivul conform inventiei este constituit dintr-un suport (5) confectionat din material dielectric în care sunt inserați și fixați etanș trei electrozi (2, 3 și 4): un electrod (2) de lucru, un contraelectrod (3) și un electrod (4) de referință prevăzuți cu niște conectori (6) de legătură pentru a asigura conexiunea acestora cu un circuit exterior de măsură al unei stații electrochimice, în care doi dintre electrozi (2 și 3) sunt confectionați din microfir de Au, Pt, Pd sau Ir, iar electrodul (4) de referință este confectionat dintr-un microfir de Ag, având acoperită suprafațăcare vine în contact cu soluția de analizat cu un strat de AgCl, toți cei trei electrozi (2, 3 și 4) având la capăt o formă microsferică confectionată din același material cu electrodul respectiv.

Revendicări: 3

Figuri: 4

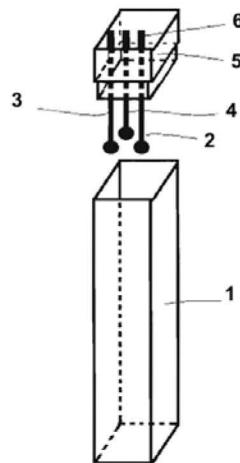


Fig. 1

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



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENTII SI MARCI	RO 138283 A2
Cerere de brevet de inventie	
Nr. .... a 2022 00 827	22 -12- 2022
Data depozit .....	

21

## DISPOZITIV APLICAT CUVELOR SPECTROFOTOMETRICE PENTRU EFECTUAREA DE MASURATORI ELECTROCHIMICE SI PROCEDEU DE REALIZARE A ACESTUIA

### Descrierea inventiei

Analiza spectrofotometrica este o metoda utilizata pe scara larga in diverse domenii ale tehnologiei contemporane, cu ajutorul careia se pot caracteriza in special o serie de parametri cum ar fi compozitia lichidului supus analizei, interacțiunea dintre diverse substante prin intermediul reactiilor chimice (cinetica reactiilor) etc. Spectrofotometrele sunt echipamente complexe in care se utilizeaza aceasta metoda. Majoritatea acestor echipamente utilizeaza cuve spectrofotometric, confectionate din sticla, quartz, polimeri etc., in care este stocata substanta care trebuie analizata. Constructia cuvelor spectrofotometric este descrisa in numeroase patente.

Astfel, in patentul SUA nr. 5 570 471 este descrisa constructia unei cuve spectrofotometric, confectionata dintr-un material plastic transparent , care are doua fete plan paralele prin care este directionata radiatia emisa de sursa spectrofotometrului.

In patentul SUA nr. 6 157 456 este descrisa o cuva spectrofotometrica confectionata din sticla sau material plastic utilizata pentru determinari spectrofotometric.

In patentul SUA nr. 9 279 761B1 este descrisa o cuva de unica folosinta pentru mentinerea unei probe de lichid in vederea analizei spectrofotomerice.

Dezavantajul solutiilor tehnice propuse in cele trei brevete prezentate mai sus si aplicate in constructia acestor cuve consta in faptul ca proba de lichid stocata in aceste cuve (containere) poate fi analizata exclusiv prin masuratori spectrofotometric.

In multe situatii, suplimentar analizei spectrofotometric, atat in practica de laborator cat si in cea industriala curenta, sunt necesare si alte tipuri de masuratori, unul important dintre acestea reprezentandu-l metodele electrochimice de analiza (voltametrie ciclica, sinteze electrochimice, spectroscopie electrochimica de impedante, culometrie, amperometrie etc.). Datele obtinute prin aceste metode sunt complementare datelor obtinute prin spectrofotometrie si de multe ori sunt necesare a fi efectuate ambele tipuri de masuratori (spectrofotometric si electrochimice) asupra aceiasi proba.

Prezenta inventie inlatura dezavantajul prezentat in brevetele mentionate anterior, prin aceea ca, la cuva spectrofotometrica se aplica dispozitivul descris in prezenta inventie, permitand astfel efectuarea de analize electrochimice ale solutiei care este stocata in cuva spectrofotometrica, suplimentar masuratorilor spectrofotometric.

Avantajele pe care le prezinta prezenta inventie sun urmatoarele:

- Utilizarea dispozitivului permite o mai buna caracterizare a probei analizate prin cresterea numarului de parametri masurati.
- Dispozitivul propus are o constructie simpla si nu perturba procesul de caracterizare spectrofotometrica a solutiei din cuva.

Se prezinta in continuare un exemplu de realizare a inventiei, in legatura cu figurile 1...4, care reprezinta:

- figura 1 – schita de ansamblu a dispozitivului;
- figura 2 – schema fabricarii electrodului de referinta (vedere in sectiune transversala);
- figura 3 – schema fabricarii electrodului de lucru (este identica cu cea a fabricarii contraelectrodului, vedere in sectiune transversala);
- figura 4 – schita, reprezentand ansamblul celor 3 electrozi (vedere in sectiune transversala).

Se realizeaza prin frezare un suport din teflon [5], potrivit ca dimensiuni cu cele ale cuvei spectrofotometrice [1]. Se efectueaza 3 gauri in suport pentru insertia celor 3 electrozi: electrodul de lucru [2], contraelectrodul [3] si electrodul de referinta [4]. Acesteia sunt fixati ferm in suport prin lipire cu rasina epoxidica.

Fabricarea electrodul de referinta este prezentata schematic in Figura 2, in sectiune transversala. Acesta este confectionat dintr-un microfir de Ag [7], acoperit cu un strat de sticla [8], avand o lungime de aprox. 3 cm. Se indeparteaza stratul de sticla pe o portiune de aprox. 5 mm la ambele capete ale microfirului prin dizolvarea acestuia intr-o solutie de 10 % HF - figura 2 b). Unul din capetele firului se conecteaza prin lipire sau sudura la conectorul [6]. Celalalt capat al microfirului de Ag se topeste cu o flacara oxihidrica si in acest fel acesta adopta o forma sferica [9] - figura 2 d). Se masoara cu un multimetru rezistenta electrica a microfirului de Ag intre conector si microsfera, care trebuie sa fie mai mica de  $1 \Omega$ . Urmeaza clorurarea microsferei de Ag care se realizeaza prin anodizare intr-o solutie 1N HCl si un curent de 1 mA care este trecut prin microsfera de Ag [9] (prin aplicarea unui potential electric intre conectorul electrodului de Ag si un electrod inert , timp de 20 s). In urma acestei operatii, microsfera de Ag [9] se acopera cu un strat uniform de AgCl [10]. In mod similar cu fabricarea electrodului de referinta, se confectioneaza si ceilalti 2 electrozi (electrodul de lucru [2] si contraelectrodul [3], care sunt identici din punct de vedere constructiv). Operatiile de fabricatie sunt prezentate schematic in figura 3. Pentru fabricatia acestora se utilizeaza un microfir din Au [11] acoperit cu un strat de sticla [8]. Rezistenta electrica masurata intre conector [6] si microsfera metalica de Au [12] trebuie sa fie mai mica de  $1 \Omega$ . Dupa confectionarea celor 3 electrozi, acestia sunt insertati si fixati etans cu rasina epoxidica [13] in cele trei gauri ale suportului [5]. In Figura 3 este prezentata o sectiune transversala a celor 3 electrozi fixati in suportul . Forma microsférica a capetelor electrozilor favorizeaza uniformizarea campului electric care se formeaza intre electrod si contraelectrod in procesul masurarii electrochimice a solutiei de analizat din cuva spectrofotometrica. Pentru obtinerea microfirelor din metal nobil utilizate pentru aceasta aplicatie se poate utiliza metoda Taylor-Ulitovsky, microfirele obtinute prin aceasta metoda fiind acoperite cu un strat de sticla avand o grosime comparabila cu diametrul microfirului de metal nobil (de ordinul zecilor de  $\mu\text{m}$ ).

**Bibliografie**

Patent SUA nr. 5 570 471/1996

Patent SUA nr. 6 157 456/2000

Patent SUA nr. 9 279 761B1/2016

**Revendicari**

1. Dispozitiv electrochimic conform inventiei caracterizat prin aceea ca acesta este alcătuit dintr-un suport dielectric si 3 electrozi (electrod de lucru, contraelectrod si electrod de referinta), dispozitiv care, adaugat la o cuva spectrofotometrica, face posibila efectuarea de masuratori electrochimice asupra solutiei existente in cuva.
2. Dispozitiv electrochimic conform pct. 1, in care cei 3 electrozi sunt confectionati prin metoda Taylor-Ulitovsky, dupa cum urmeaza: 2 dintre acestia sunt confectionati din microfire Au, Pt, Pd sau Ir, iar electrodul de referinta este alcătuit dintr-un microfir de Ag, avand acoperita suprafata sa care este in contact cu solutia de analizat cu un strat de AgCl
3. Dispozitiv electrochimic conform pct. 1, in care cei 3 microelectrozi au la un capat o forma microsférica ( din metalul din care este confectionat microelectrodul).

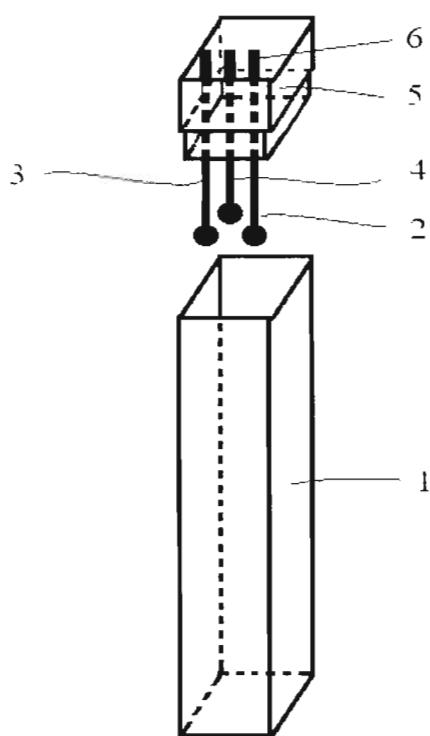


Figura 1

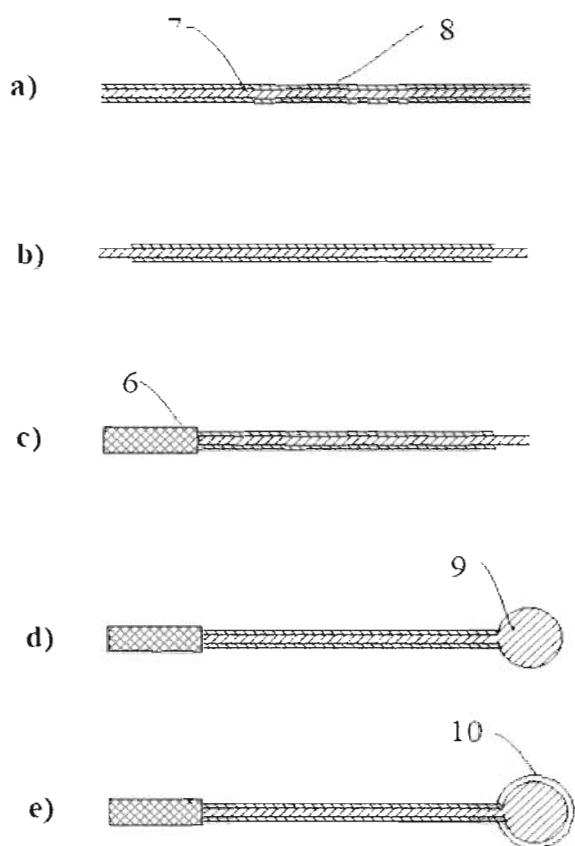


Figura 2

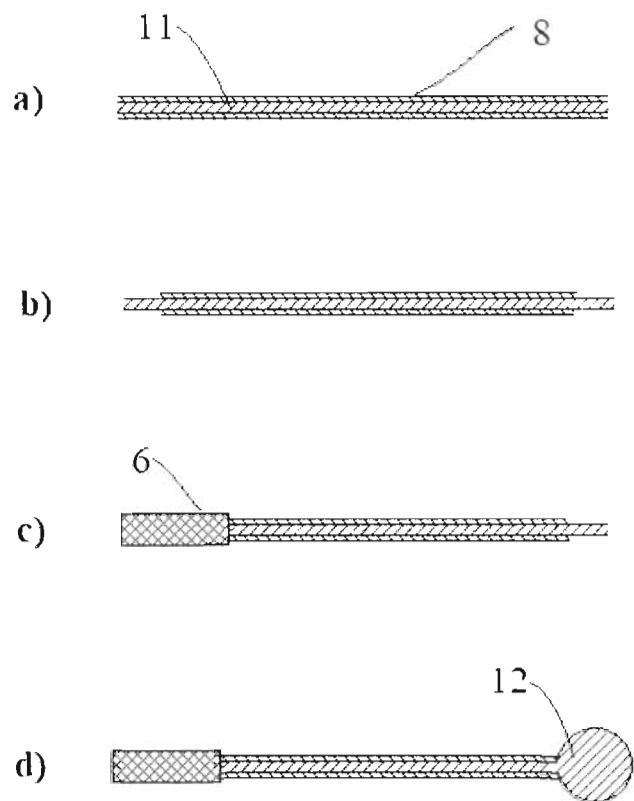


Figura 3

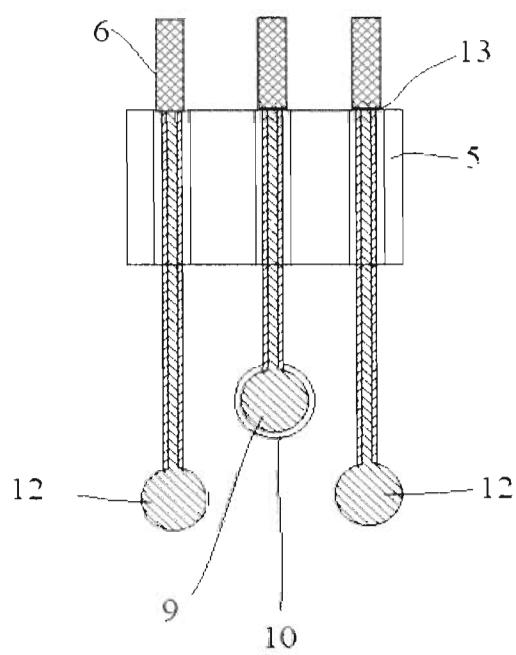


Figura 4