



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00464

(22) Data de depozit: 13.05.2011

(41) Data publicării cererii:
28.12.2012 BOPI nr. 12/2012

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"
DIN SUCEAVA, STR. UNIVERSITĂȚII NR. 13,
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:
• AMARIEI SONIA, STR. VICTORIEI NR. 61,
SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO

(54) SPECTROMICROSCOP RAMAN PORTABIL

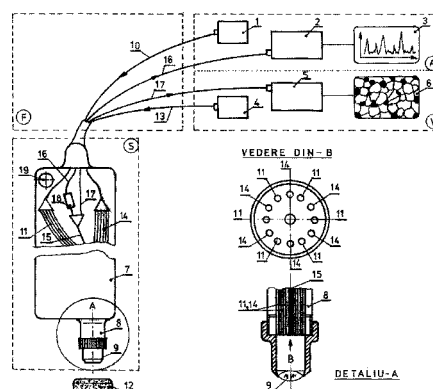
(57) Rezumat:

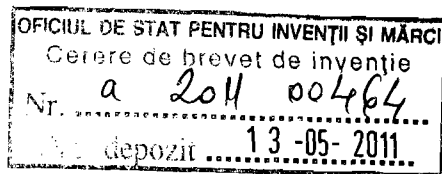
Invenția se referă la un spectromicroscop Raman portabil, care permite efectuarea de analize calitative și cantitative *in situ* prin spectrometrie Raman, concomitent cu urmărirea și înregistrarea videomicroscopică a zonei examinate. Spectromicroscopul conform invenției este o structură modulară formată dintr-un analizor (R) Raman și o unitate (V) video, montate într-o carcasă comună, precum și dintr-o sondă (S) optică externă, conectată prin niște fibre optice (F) la analizorul (R) Raman și la unitatea (V) video, în care analizorul (R) Raman este alcătuit dintr-o sursă (1) laser, o unitate (2) spectrometrică, prevăzută cu rețea de difracție fixă și detector de tip Diode-Array, și o unitate (3) electronică de prelucrare date; unitatea (V) video este alcătuită dintr-o sursă (4) de radiație policromatică în domeniu vizibil, un sistem (5) video cu detector CCD și o unitate (6) electronică de prelucrare date, iar sonda (S) externă este alcătuită dintr-un corp (7) metalic, prevăzut, la partea inferioară, cu un terminal (8) cilindric ce are înfiletat la extremitate un obiectiv (9) optic, iar la partea superioară intră un pachet de patru fibre optice, dintre care o fibră optică (10), ce se divide în interiorul corpului (7) în șase fibre optice (11), aduce radiația laser de excitație Raman spre o probă (12) de analizat, o altă fibră optică (13), ce se divide în interiorul corpului (7) în șase fibre optice (14), aduce radiația policromatică de iluminare spre proba (12) de analizat, iar o altă fibră optică (15) transmite informația optică

spectrală și informația optică video, prin intermediul a două fibre optice (16 și 17) rezultate prin divizare, spre analizorul (R) Raman și, respectiv, spre unitatea (V) video, în interiorul corpului (7), pe traseul fibrei optice (16), este montat un filtru (18) optic de interferență, care elimină linia spectrală de emisie a laserului din spectrul Raman.

Revendicări: 1

Figuri: 1





SPECTROMICROSCOP RAMAN PORTABIL

Invenția se referă la un echipament portabil ce permite efectuarea de analize calitative și cantitative in situ prin spectrometrie Raman concomitent cu urmărirea și înregistrarea videomicroscopică a zonei examinate.

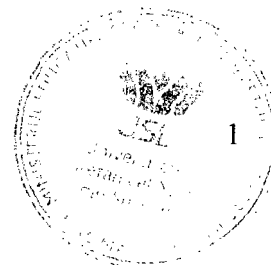
În vederea efectuării concomitente a analizei spectrometrice Raman cu examinarea microscopică a zonei examinate se folosesc așa numite Spectromicroscope Raman care nu sînt altceva decît microscopice optice clasice sau confocale la care se adaptează optic un analizor spectrometric Raman. Avantajul principal al folosirii unei structuri combinate de tip spectromicroscop față de situația folosirii separate a unui analizor spectrometric Raman și a unui microscop rezultă din faptul că în cazul unui spectromicroscop în mod sigur compoziția chimică dată de spectrometrul montat pe microscop reprezintă zona vizualizată microscopic ceea ce nu este cazul la folosirea independentă a celor două echipamente. Un alt avantaj este dat de productivitatea analitică mărită a unui spectromicroscop față de structuri de analiză și examinare separate. Dezavantajul major al structurilor spectromicroscopice actuale de tip Raman îl reprezintă însă faptul că sînt structuri de laborator care nu se pot deplasa pe teren pentru analiza in situ în principal din cauza prezenței în structură lor a microscopului optic, analizorului Raman existînd la ora actuală sub forma portabilă modulară sau chiar monobloc avînd dimensiuni mici. La dezavantajele menționate se adaugă și cel al prețului de cost ridicat al unei structuri combinate de tip spectromicroscop de laborator. În susținerea afirmațiilor de mai sus se găsesc atașate la această propunere de invenție cîteva fotografii cu spectromicroscopele de laborator existente pe piața mondială împreună cu trimiterile la producător.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui aparat portabil combinat de tip spectromicroscop Raman destinat analizei in situ a lichidelor, gelurilor, pulberilor și suprafeței corpurilor solide. Spectromicroscopul conform invenției este format dintr-o structură modulară portabilă compusă dintr-un sistem analizor Raman și un sistem video microscopic, ambele fiind cuprinse într-o carcasă comună, precum și dintr-o sondă optică externă legată de structura spectromicroscopică comună printr-un pachet de fibre optice.

Analizorul Raman se compune dintr-o sursă de radiație monocromatică LASER, cu emisie continuă la lungimea de undă de 785 nm (domeniu spectral NIR tipizat pentru analiza Raman) și o unitate spectrometrică miniaturală echipată cu rețea de difracție fixă și detector spectral de tip Diode-Array precum și dintr-o parte electronică de procesare date și afișare spectrogramă.

Sistemul video se compune dintr-o sursă de radiație policromatică, o unitate video cu detector de imagine de tip CCD și o parte electronică de procesare date și afișare imagine microscopică.

Sonda optică externă este reprezentată de un corp metalic ce se ține în mînă și care în partea inferioară prezintă un element cilindric străpuns de un grup de fibre optice de iluminare cu radiație laser monocromatică și radiație policromatică, dispus în jurul unei fibre optice centrale de preluarea informațiilor spectrale și optice, în continuarea terminațiilor fibrelor optice corpul cilindric are înfiletat un obiectiv optic care poate fi schimbat după dorință cu un obiectiv optic cu alt ordin de mărire.



Informațiile spectrale sînt rezultatul emisiei unui spectru Raman ca urmare a excitației probei cu radiație laser monocromatică, iar informațiile de imagistică microscopică sînt rezultatul iradierii probei cu radiație policromatică și a reflexiei acestei radiații de pe suprafața probei cu informații despre microtopografia acesteia. Sistemul de obținere a informațiilor spectrale și videomicroscopice este următorul: proba de analizat este iradiată concomitent cu o radiație laser monocromatică la lungimea de undă de 785 nm în domeniul spectral infraroșu apropiat (NIR) și cu o radiație policromatică în domeniul spectral vizibil (VIZ). În acest scop, din cele două surse de radiație pornesc câte o fibră optică care se divide în sonda mobilă în câte șase fibre optice dispuse radial în jurul fibrei optice centrale destinată culegerii informațiilor optice transmise de proba de analizat. Dispunerea celor douăsprezece fibre optice în sonda este alternantă astfel încît pe circumferința cercului de distribuție să existe șase perechi de fibre de iluminare de tip VIZ-NIR. După culegerea informației optice de pe proba analizată, fibra centrală se divide în două fibre optice, una făcînd legătura cu sistemul videomicroscopic și una făcînd legătura cu unitatea spectrometrică a analizorului Raman pe cel din urmă găsindu-se montat, tot în interiorul sondei, un filtru optic de interferență acordat pe lungimea de undă de emisie a radiației Laser (785 nm), filtru care realizează eliminarea acestei lungimi de undă de mare intensitate (așa numita linie Rayleigh) din spectrul Raman, cu scopul mării rezoluției celorlalte linii spectrale.

Prin aplicarea invenției se obține următorul avantaj :

Se realizează un spectromicroscop Raman portabil pentru analiza spectrometrică și microscopică concomitentă și in situ a materiei cercetate.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu figura 1 care reprezintă schema de principiu a spectromicroscopului.

Echipamentul conform invenției reprezintă o structură modulară formată dintr-un analizor **R** Raman și o unitate **V** video montate într-o carcasă comună precum și dintr-o sondă **S** optică externă conectată prin niște fibre optice **F** la analizorul **R** Raman și sistemul **V** video. Analizorul **R** Raman se compune dintr-o sursă **1** LASER cu emisie pe lungimea de undă de 785 nm și o unitate spectrometrică **2** prevăzută cu rețea de difracție fixă și detector diode-array, o unitate electronică **3** de procesare date spectrometrice. Unitatea **V** video se compune dintr-o sursă **4** de radiație policromatică în domeniul vizibil, un sistem **5** video cu detector CCD, o unitate electronică **6** de procesare date videomicroscopice. Sonda **S** externă se compune dintr-un corp **7** metalic și un terminal **8** cilindric ce are înfiletat la extremitate un obiectiv **9** optic de un anumit ordin de mărire. În partea superioară a corpului sondei intră un pachet de patru fibre optice din care fibra optică **10**, care se divide în șase fibre optice **11**, aduce radiația LASER de excitație Raman spre proba **12** de analizat, fibra optică **13**, care divide în șase fibre optice **14**, aduce radiația policromatică de iluminare spre proba **12** de analizat, iar fibra optică **15** transmite informația optică spectrală și informația optică video prin intermediul a două fibre **16** și **17** optice rezultate din divizare spre analizorul **R** Raman, respectiv spre sistemul **V** video. În corpul sondei **S** optice externe, pe traseul fibrei **16** optice se găsește montat un filtru **18** optic de interferență, acordat pe lungimea de undă de 785 nm, care elimină linia spectrală de emisie a LASER-ului din spectrul Raman. Butonul **19** de pe peretele sondei este destinat declanșării memorării spectrogramei Raman și a structurii video microscopice.



Modul de operare este manual și extrem de simplu. După pornirea aparatului și asigurarea timpului minim de încălzire se apropie încet obiectivul 9 optic de suprafața probei 12 examinate și se urmărește imaginea video de pe ecranul alfanumeric al aparatului. Atunci când imaginea videomicroscopică a structurii este clară se apasă butonul 19 de achiziție date de pe sondă *S*, rezultatul este introducerea în baza de date a imaginii microscopice vizualizate și a spectrului Raman corespunzător materiei din zona achiziției imaginii video precum și afișarea acestora pe cele două ecrane. În situația în care ordinul de mărire pentru imaginea video microscopică nu este satisfăcător se desfilează obiectivul 9 optic de pe corpul 8 cilindric al sondei *S* și se înlocuiește cu un alt obiectiv optic ce prezintă un ordin de mărire mai mare sau mai mic după dorința operatorului. Atunci când operatorul s-a fixat asupra unui anumit ordin de mărire optică, pe care dorește să-l folosească la un număr mai mare de măsurători, setează dintr-un buton de pe frontul aparatului activarea citirii automate a imaginii videomicroscopice și a informației spectrometrice. Din acest moment pentru orice citire și achiziție de date operatorul apropie încet sonda *S* de probă 12 de analizat nefiind necesară urmărirea imaginii video pe ecran. Memorarea optimă a imaginii microscopice și a spectrului are loc în mod automat atunci când fotocurentul de pe traseul videomicroscopic are valoarea maximă. Această situație corespunde cu prezența probei 12 de examinat în punctul focal al obiectivului 9 optic al sondei *S* ceea ce din punct de vedere microscopic corespunde cu o claritate maximă a imaginii video microscopice și din punct de vedere spectrometric cu o densitate energetică maximă a radiației LASER. Comanda automată a achiziției informațiilor imagistice și spectrometrice în punctul focal se realizează prin intermediul derivatei a 1-a a fotocurentului (*I*) în funcție de timpul (*t*) de apropiere (depărtare) a sondei de probă :

$$\xrightarrow{\text{maxim}} \frac{dI}{dt} = 0 \quad (1)$$

La maximul fotocurentului valoarea acesteia derivate este zero.



REVENDICARE

Invenția Spectromicroscop Raman portabil, caracterizată prin aceea că în vederea realizării in situ a analizei spectrometrice de tip Raman concomitent cu vizualizarea și examinarea video-microscopică a zonei analizate este folosită o structură modulară portabilă formată dintr-un analizor (**R**) Raman și o unitate (**V**) video precum și dintr-o sondă (**S**) optică externă conectată prin niște fibre optice (**F**) la analizorul (**R**) Raman și sistemul (**V**) video, la rândul lui analizorul (**R**) Raman se compune dintr-o sursă (**1**) Laser cu emisia pe lungimea de undă de 785 nm, și dintr-o unitate spectrometrică (**2**) prevăzută cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array, o unitate electronică (**3**) de procesare date spectrometrice, unitatea (**V**) video se compune dintr-o sursă (**4**) de radiație policromatică în domeniul vizibil, un sistem (**5**) video cu detector CCD, o unitate electronică (**6**) de procesare date spectrale, iar sonda (**S**) externă se compune dintr-un corp (**7**) metalic și un terminal (**8**) cilindric ce are înfiletat la extremitatea de jos un obiectiv (**9**) optic, în partea superioară a corpului corpul sondei intră un pachet de patru fibre optice din care, fibra optică (**10**) aduce radiația LASER de excitație Raman spre proba (**12**) de analizat, fibra optică (**13**) aduce radiația policromatică de iluminare spre proba (**12**) de analizat, iar fibra optică (**15**) transmite informația optică spectrală și informația optică video prin intermediul a două fibre (**16**) și (**17**) optice spre analizorul (**R**) Raman respectiv spre sistemul (**V**) video, în corpul sondei (**S**) optice externe, pe traseul fibrei (**16**) optice se găsește montat un filtru (**18**) optic de interferență, acordat pe lungimea de undă de 785 nm.



