



(11) **RO 129593 B1**

(51) **Int.Cl.**

G01J 3/44 (2006.01),

G02B 21/00 (2006.01),

G01N 21/64 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00960**

(22) Data de depozit: **05/12/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/07/2019** BOPI nr. 7/2019

(41) Data publicării cererii:
30/06/2014 BOPI nr. 6/2014

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"**
DIN SUCEAVA, STR. UNIVERSITĂȚII NR. 13,
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:
• **AMARIEI SONIA, STR. TIPOGRAFIEI**
NR. 4, BL. A5, SC. C, AP. 11, SUCEAVA,
SV, RO;

• **GUTT GHEORGHE, STR. VICTORIEI**
NR. 61, SAT SFÂNTU ILIE, SV, RO;
• **TODIRICĂ FLORIN SORIN,**
STR. POȘTA VECHIE NR. 1A, BOTOȘANI,
SV, RO;
• **BUCULEI AMELIA, STR. STAȚIUNII NR. 1,**
BL. E1, SC. A, AP. 11, SUCEAVA, SV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 127683 A2; RO 126706 A2;
RO 122599 B1

(54) **SPECTROMICROSCOP MODULAR COMPLEX**



Invenția se referă la un spectromicroscop modular, cu o structură complexă, liber configurabilă ca număr de aplicații spectrometrice, care permite, concomitent și în același loc, studiul microscopic, analiza spectrală de emisie atomică în domeniul spectral ultraviolet - vizibil - infraroșu apropiat (UV-VIS-NIR), analiza spectrală de absorbție moleculară în domeniul spectral ultraviolet-vizibil (UV-VIS), analiza spectrală de absorbție moleculară în domeniul infraroșu apropiat (NIR), analiza spectrală de fluorescență, analiza spectrală fotoacustică și analiza spectrală Raman, a materiei care se găsește la un moment dat în punctul focal al unui obiectiv optic aparținând microscopului din compunerea spectromicroscopului.

Autorilor nu le sunt cunoscute soluții conceptive sau constructive apropiate sau identice cu soluțiile propuse în invenție.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în posibilitatea de a realiza concomitent și în același loc studiul microscopic alături de alte sașe tipuri de analize spectrale destinate determinării compoziției chimice și concentrației speciilor chimice din probă.

Obiectivul principal urmărit prin acest echipament este acela de a realiza, în condițiile unor costuri relativ mici, explorări avansate și performante, rezultatele obținute fiind folosite pentru caracterizarea avansată a materiei studiate.

Spectromicroscopul modular conform invenției, într-o primă variantă constructivă, folosește o structură optoelectronică modulară formată dintr-o sursă de radiație policromatică cu emisie în domeniul spectral vizibil, o sursă de excitație laser termică NY-YAG de medie putere, cu emisia pe lungimea de undă de 1064 nm, o sursă de excitație laser de mică putere de tip Diode-Array, având emisie continuă și emisie pulsatorie pe mai multe lungimi de undă din domeniul spectral NIR, un detector piezoelectric, un multiplexor optoelectronic, una, două sau trei unități spectrometrice cu rețeaua de difracție fixă și detector de tip Diode-Array, un analizor spectral în domeniul spectral ultrasonor, o unitate microscopică echipată cu achiziție opto-electronică de imagine, un calculator electronic cu soft dedicat și o imprimantă electronică.

Spectromicroscopul modular conform invenției, într-o altă variantă constructivă, este constituit dintr-o structură modulară optoelectronică descrisă mai sus, la care se adaugă opțional două sau chiar trei spectrometre cu rețea de difracție fixă și detector Diode Array pentru spectrometria optică. Materializarea primei variante duce la un preț de cost mai scăzut, însă, în schimb, nu poate asigura limite de detecție (determinarea concentrațiilor foarte mici) scăzute pentru spectrometria de analiză spectrală de emisie de fluorescență și pentru analiza spectrală de absorbție moleculară. Materializarea celei de-a doua variante duce la un preț de cost mai ridicat, dar permite, în schimb atingerea unor performanțe superioare din punct de vedere al sensibilității de măsurarea și a sporirii limitei de detecție.

Prin aplicarea invenției se realizează un aparat cu o structură complexă care permite, în condiții științifice și tehnice ridicate, precum și la un preț de cost relativ scăzut, studiului microscopic, precum și folosirea concomitentă a opt tipuri diferite de analize spectrale ale materiei care se găsește, la un moment dat, în punctul focal al obiectivului optic al spectromicroscopului complex. Studiul microscopic și analizele spectrometrice facilitate de echipamentul conform invenției sunt:

- studiul video-microscopic;
- analiza spectrală calitativă și cantitativă de emisie atomică în domeniul UV-VIS-NIR;
- analiza spectrală calitativă și cantitativă de emisie Raman;
- analiza spectrală cantitativă de emisie de fluorescență;
- analiza spectrală calitativă și cantitativă de absorbție moleculară în domeniul spectral UV-VIS;

- analiza spectrală calitativă și cantitativă de absorbție moleculară în domeniul spectral NIR; 1

- analiza spectrală calitativă și cantitativă fotoacustică, și, după caz, și tomografia fotoacustică a țesuturilor vegetale animale sau umane. 3

Se dau, în continuare, niște exemple de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...3, care reprezintă: 5

- fig. 1, exemplificări de structuri microscopice și spectrograme, așa cum apar pe ecranul calculatorului sau pe buletinul de analiză tipărit; 7

- fig. 2, schema de principiu și funcțională a spectromicroscopului complex, cu folosirea unui singur spectrometru, având rețea de difracție fixă și detector Diode Array, pentru toate aplicațiile de analiză spectrometrică; 9 11

- fig. 3, schema de principiu și funcțională a spectromicroscopului complex cu folosirea unor spectrometre diferite, având rețea de difracție fixă și detector Diode Array, pentru aplicațiile de analiză spectrometrică individuale specifice. 13

Spectromicroscopul complex conform primei variantei constructive, fig. 2, este format 15

dintr-o unitate **1** microscopice de reflexie și/sau o structură microscopice de transmisie echipate, 17

în partea inferioară, cu un obiectiv **2** optic, ce înglobează, la partea inferioară, un senzor **3** 19

piezoelectric destinat aplicației de spectrometrie fotoacustică, o sursă **4** laser de mică putere de tip Diode-Array, ale cărei diode laser emit fiecare pe altă lungime de undă, destinată analizei 19

spectrometrice moleculare UVA/IS, analizei spectrometrice moleculare NIR, analizei spectro- 21

metrice de fluorescență, și analizei spectrometrice fotoacustice, o sursă **5** laser de medie putere de tip NY-YAG cu emisie pe lungimea de undă 1064 nm, destinată analizei spectrometrice de 21

emisie atomică în domeniul spectral UVA/IS-NIR și analizei spectrometrice Raman, o sursă **6** 23

de radiație policromatică folosită pentru iluminarea probei la studiul video-microscopic al acesteia, un alt divizor **8** optic, o cameră **9** video pentru achiziție optoelectronică de imagine 25

microscopice, un spectrometru **10** cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array, având fanta dimensionată pentru sensibilitate medie, care să acopere satisfăcător toate analizele spectrale 27

enumerate mai sus, un calculator **11** electronic cu soft specializat pentru studiul microscopice optoelectronic și pentru analizele spectrale specifice care se pot efectua cu spectromicroscopul 29

conform invenției, o imprimantă **12** electronică ce permite imprimarea structurii microscopice și a spectrogramelor alături de alte informații referitoare la compoziția și concentrația speciilor 31

chimice din materia **13** studiată, precum și o rețea de fibre **14, 15, 16, 17, 18, 19, 20** optice, care face legătura între diferitele unități optice modulare ale spectromicroscopului. 33

Spectromicroscopul complex, conform celei de-a doua variante constructive, fig. 3, 35

conține, în plus, un spectrometru **14'** cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array cu fantă îngustă care asigură o rezoluție optică mare necesară la analizele spectrale de emisie atomică, 37

un spectrometru **15'** cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array cu fantă largă pentru sensibilitate ridicată, specifică analizelor de fluorescență, un multiplexor **21** optic comandat 39

pentru citirea selectivă a informației spectrale de către calculatorul **11** electronic și niște fibre **16/a, 22, 23, 24, 25, 26** și **27**, optice folosite pentru realizarea conexiunilor între unitățile optice 41

ale spectromicroscopului. 41

În fig. 1 sunt reprezentate imagini microscopice metalografice sau imagini microscopice biologice, alături de diferite tipuri de spectrograme, așa cum apar pe ecranul calculatorului **11** 43

electronic sau pe buletinul de analiză tipărit de imprimanta **12** electronică. Aceste imagini apar alături de alte informații referitoare la compoziția și concentrația speciilor chimice din materia 45

13 studiată, fiind folosite la caracterizarea avansată a acesteia. 45

Principiul de funcționare a acestei structuri constă în iradierea continuă a materiei examinate cu un fascicul de radiație policromatică, peste care se suprapune un fascicul laser de excitație termică de medie putere, provenit de la o sursă **6** laser de tip NY-YAG, și un alt fascicul laser de excitație de mică putere, provenit de la o sursă **4** de excitație laser de tip Diode-Array, ale căror diode laser emit fiecare pe altă lungime de undă, fasciculele laser de mică putere fiind comutate regulat și cu frecvență constantă de către un multiplexor **7** optoelectronic comandat spre materia **13** studiată. Răspunsul materiei studiate la iradierea cu acest fascicul de radiație complex este atât un semnal optic complex, precum și un semnal ultrasonor complex, cel din urmă fiind generat pe baza efectului fotoacustic. Semnalul optic complex, reflectat sau trecut prin materia analizată, conține informații imagistice (folosite la analiza video-microscopică) și informații spectrale (folosite pentru identificarea speciilor chimice și a concentrației acestora în materia analizată). Semnalul ultrasonor complex conține informații fotoacustice spectrale (folosite pentru identificarea speciilor chimice și a concentrației acestora în materia analizată, precum și pentru realizarea de imagistică tomografică a structurii materiei în punctul examinat).

Semnalele de răspuns sunt preluate și interpretate de detectori și senzori specifici, după cum urmează:

- fasciculul de radiație policromatică recepționat este folosit pentru obținerea imaginii microscopice a materiei de sub ocularul optic microscopic, folosind în acest scop microscopul optic echipat cu detector optoelectronic de tip CCD, calculator și soft de analiză de imagine. De menționat că echipamentul conform invenției permite atât studiul microscopic prin transmisie (microscopie biologică), cât și studiul microscopic prin reflexie (microscopie metalografică);

- fasciculul de radiație policromatică, recepționat în domeniul UV-VIS-NIR, ca urmare a excitației termice a materiei cu un fascicul laser continuu la lungimea de undă de 1064 nm, provenită de la Laserul NY-YAG de medie putere, este folosit pentru *analiza spectrală de emisie atomică*, în vederea determinării din spectrul optic obținut a elementelor chimice și a concentrației acestora în materia studiată. În acest scop, este folosit un spectrometru cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array de mare rezoluție, conectat la structura spectromicroscopului complex prin fibră optică;

- fasciculul de radiație pulsator și multilungimi de undă recepționat, din domeniul spectral NIR, ca urmare a excitației materiei cu un fascicul monocromatic laser, ca urmare a excitației termice a materiei cu un fascicul laser continuu la lungimea de undă de 1064 nm, provenită de la Laserul NY-YAG de medie putere, este folosit pentru *analiza spectrală de emisie Raman*, în vederea determinării din spectrul Raman a compoziției chimice calitative și cantitative a materiei studiate. În acest scop, este folosit același spectrometru ca cel folosit la analiza spectrală UV-VIS-NIR, acesta fiind conectat la structura spectromicroscopului complex prin fibră optică;

- fasciculul de radiație continuu și monolungime de undă recepționat, din domeniul spectral VIS sau NIR, ca urmare a excitației materiei cu un fascicul monocromatic laser emis în domeniul spectral NIR și provenit din sursa laser de tip Diode-Array, este folosit pentru *analiza spectrală de emisie de fluorescență*, în vederea determinării cantitative concentrației unei specii fluorescente din materia studiată;

- fasciculul de radiație pulsator și multilungimi de undă recepționat, din domeniul spectral UV-VIS, ca urmare a excitației materiei cu un fascicul de lumină emis în domeniul spectral UV-VIS, provenit de la sursa de lumină policromatică, care asigură iradierea probei și pentru studiul microscopic, este folosit pentru *analiza spectrală de absorbție moleculară*, în vederea determinării din spectru a compoziției chimice calitative și cantitative a materiei studiate. În acest scop, este folosit același spectrometru ca cel folosit la analiza spectrală de emisie atomică elementală UV-VIS-NIR;

- fasciculul de radiație continuu și multilungimi de undă recepționat, din domeniul spectral infraroșu apropiat NIR, ca urmare a excitației materiei cu un fascicul monocromatic laser emis tot în domeniul spectral NIR și provenit din sursa laser de tip Diode-Array, este folosit pentru *analiza spectrală de absorbție moleculară* în acest domeniu spectral, în vederea determinării din spectru a compoziției chimice calitative și cantitative a materiei studiate;

- undele ultrasonore recepționate de detectorul piezoelectric și generate ca urmare a efectului fotoacustic la impactul fasciculului laser monocromatic pulsator, ca urmare a excitației materiei cu un fascicul monocromatic laser emis în domeniul spectral NIR și provenit din sursa laser de tip Diode-Array, sunt folosite pentru obținerea unui spectru ultrasonor complex, din care se determină, prin *analiză spectrală fotoacustică*, natura și concentrația speciilor chimice din materia analizată. În acest scop, este folosit un detector piezoelectric specific, descris în invenția **"Sistem senzorial pentru tomografia fotoacustică"**, **Brevet RO 127802/2012, autori Sonia Gutt, Gheorghe Gutt, Andrei Gutt**, dar nerevendicat în actuala propunere, precum și un soft specializat pentru analiza spectrală ultasonoră, instalat pe calculatorul electronic.

Revendicări

1. Spectromicroscop modular complex ce are în componere un microscop optic, un spectrometru cu rețea de difracție fixă și detector de tip Diode-Array, un calculator electronic cu soft dedicat și o imprimantă electronică, **caracterizat prin aceea că**, în vederea asigurării unor cercetări avansate de natură microscopică și spectroscopică, realizate în același loc și în același timp asupra materiei (13) studiate, este constituit dintr-o structură modulară optoelectronică, liber configurabilă de către utilizator ca număr de aplicații, care cuprinde o unitate (1) microscopică de reflexie și/sau de transmisie, un obiectiv (2) optic ce înglobează, la partea inferioară, un senzor (3) piezoelectric destinat aplicației de spectrometrie fotoacustică, o sursă (4) laser de mică putere de tip Diode-Array, ale cărei diode laser emit fiecare pe altă lungime de undă, destinată analizei spectrometrice moleculare UV/VIS, analizei spectrometrice moleculare NIR, analizei spectrometrice de fluorescență, analizei spectrometrice Raman și analizei spectrometrice fotoacustice, o sursă (5) laser de medie putere de tip NY-YAG cu emisie pe lungimea de undă 1064 nm, destinată analizei spectrometrice de emisie atomică în domeniul spectral UV/VIS-NIR, o sursă (6) de radiație policromatică folosită pentru iluminarea probei la studiul video-microscopic al acesteia, un alt divizor (8) optic, o cameră (9) video pentru achiziție optoelectronică de imagine microscopică, un spectrometru (10) cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array având fanta dimensionată pentru sensibilitate medie care să acopere toate analizele spectrale enumerate mai sus, un calculator (11) electronic pentru studiul microscopic optoelectronic și pentru analizele spectrale specifice, o imprimantă (12) electronică care permite imprimarea structurii microscopice și a spectrogramelor alături de alte informații referitoare la compoziția și concentrația speciilor chimice din materia (13) studiată, precum și o rețea de fibre (14, 15, 16, 17, 18, 19, 20) optice care face legătura între diferitele unități optice modulare ale spectromicroscopului.

2. Spectromicroscop modular complex ce are în componere un microscop optic și mai multe spectrometre cu rețea de difracție fixă și detector de tip Diode-Array, un calculator electronic cu soft dedicat și o imprimantă electronică, **caracterizat prin aceea că**, în vederea asigurării unor cercetări avansate de natură microscopică și spectroscopică, în condițiile unor înalte performanțe optice și analitice, realizate în același loc și în același timp asupra materiei (13) studiate, este constituit dintr-o structură modulară optoelectronică, liber configurabilă ca număr de aplicații de către utilizator, care cuprinde o unitate (1) microscopică de reflexie și/sau de transmisie, un obiectiv (2) optic ce înglobează, la partea inferioară, un senzor (3) piezoelectric destinat aplicației de spectrometrie fotoacustică, o sursă (4) laser de mică putere de tip Diode-Array, ale cărei diode laser emit fiecare pe altă lungime de undă, destinată analizei spectrometrice moleculare UV/VIS, analizei spectrometrice moleculare NIR, analizei spectrometrice de fluorescență, analizei spectrometrice Raman și analizei spectrometrice fotoacustice, o sursă (5) laser de medie putere de tip NY-YAG cu emisie pe lungimea de undă 1064 nm, destinată analizei spectrometrice de emisie atomică în domeniul spectral UV/VIS-NIR, o sursă (6) de radiație policromatică folosită pentru iluminarea probei la studiul video-microscopic al acesteia, un alt divizor (8) optic, o cameră (9) video pentru achiziție optoelectronică de imagine microscopică, un spectrometru (10) cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array, având fanta dimensionată pentru sensibilitate medie, care să acopere toate analizele spectrale enumerate mai sus, și mai cuprinde un spectrometru (14') cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array cu fantă îngustă, care asigură o rezoluție optică ridicată pentru analizele spectrale de emisie atomică în domeniul spectral UV-VIS-NIR, un spectrometru (15') cu rețea de difracție fixă și detector Diode-Array cu fantă largă pentru asigurarea unei sensibilități ridicate la analizele spectrale de fluorescență, un multiplexor (21) optic comandat pentru citirea selectivă a informației spectrale de către calculatorul (11) electronic și niște fibre (16/a, 14...20, 22...27) optice folosite pentru realizarea conexiunilor între unitățile optice ale spectromicroscopului.

(51) Int.Cl.

G01J 3/44 (2006.01),

G02B 21/00 (2006.01),

G01N 21/64 (2006.01)

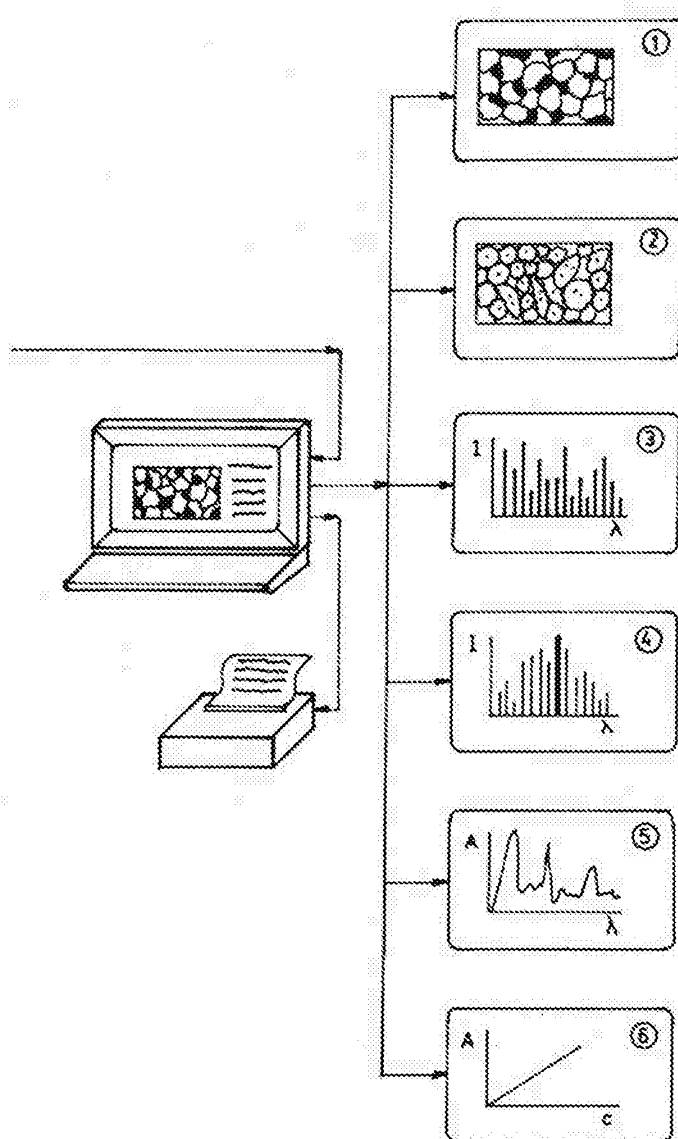


Fig. 1

(51) Int.Cl.

G01J 3/44 (2006.01),

G02B 21/00 (2006.01),

G01N 21/64 (2006.01)

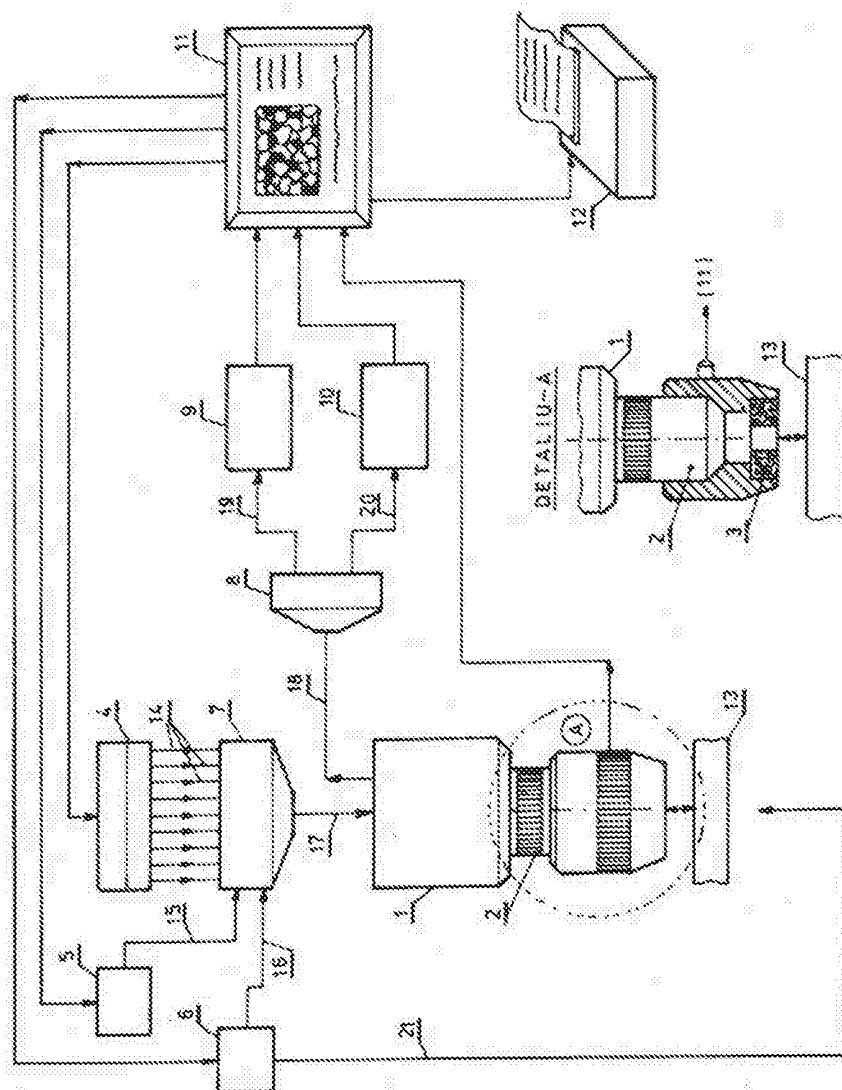


Fig. 2

(51) Int.Cl.

G01J 3/44 (2006.01),

G02B 21/00 (2006.01),

G01N 21/64 (2006.01)

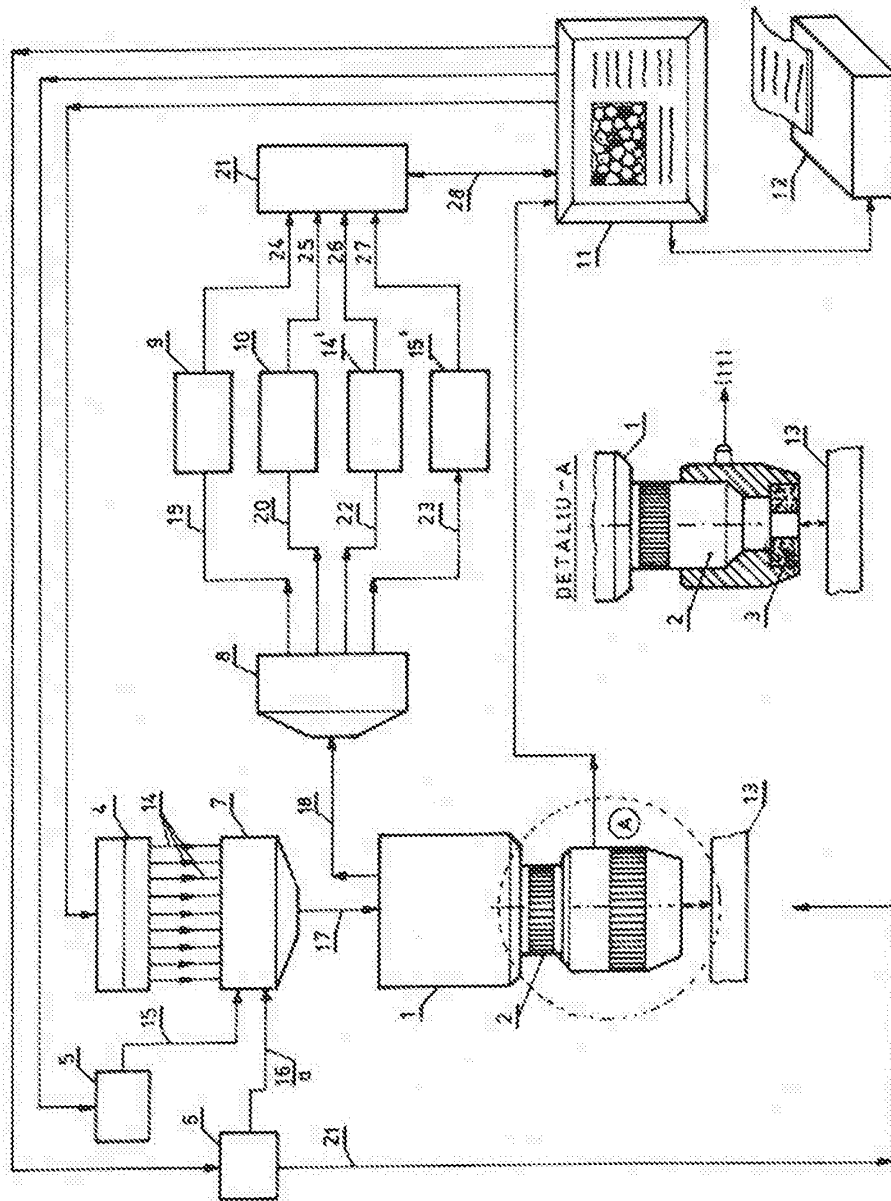


Fig. 3



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 260/2019