



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00961**

(22) Data de depozit: **05.12.2012**

(41) Data publicării cererii:
30.06.2014 BOPI nr. **6/2014**

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

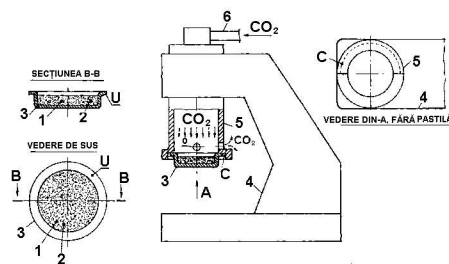
(72) Inventatori:
• AMARIEI SONIA, STR. TIPOGRAFIEI
NR. 4, BL. A5, SC. C, AP. 11, SUCEAVA,
SV, RO;
• GUTT ANDREI, STR. VICTORIEI NR. 61,
SAT SF. ILIE, SV, RO

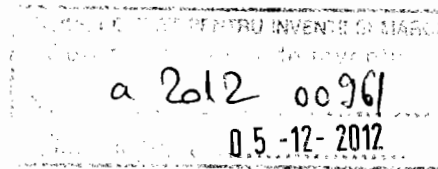
(54) PROCEDEU PENTRU PREPARAREA PROBELOR DE SOL ÎN VEDEREA ANALIZEI SPECTROMETRICE DE EMISIE ATOMICĂ CU ABLAȚIE LASER

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu folosit pentru obținerea probelor de sol destinate determinării naturii și concentrației metalelor grele din sol prin spectrometrie de emisie atomică, folosind, ca sursă de excitație termică, un fascicul laser cu densitate energetică ridicată. Procedeu conform invenției constă în realizarea de pastile cilindrice care includ pulberea de sol de analizat într-o matrice (1) de sticlă solubilă de puritate analitică, tot precis cântărită, urmată de depunerea masei păstoase rezultate, într-o tăviță (3) metalică de înălțime mică, cuplată ulterior, în vederea solidificării probei, la un cilindru (5) metalic alimentat dintr-o butelie cu bioxid de carbon de înaltă puritate.

Revendicări: 1
Figuri: 1





18

PROCEDEU PENTRU PREPARAREA PROBELOR DE SOL ÎN VEDEREA ANALIZEI SPECTROMETRICE DE EMISIE ATOMICĂ CU ABLAȚIE LASER

Invenția se referă la un procedeu folosit pentru obținerea probelor de sol destinate determinării naturii și concentrației metalelor grele din sol prin spectrometrie de emisie atomică folosind ca sursă de excitație termică un fascicul laser cu densitate energetică ridicată.

La ora actuală, evoluția în domeniul laserelor de mică putere a dus la folosirea acestora tot mai des ca mijloc important de excitație atomică primară în domeniul spectrometriei de emisie atomică cu plasmă cuplată inductiv și analizor spectrometru de masă (spectrometrie LASER-ICP-MS). Înainte de apariția laserului, analiza spectrometrică ICP-MS se efectua după ce în prealabil probele erau transformate în soluții apoase de săruri cu ajutorul unor acizi de înaltă puritate, soluțiile obținute fiind injectate sub forma unor aerosoli fini în plasma termică a spectrometrului. Tehnica prin ablație laser permite folosirea probelor solide, ca atare temperatura înaltă în zona de lucru duce la obținerea de vapori atomici ai mediului analizat care sunt injectați direct în plasma termică a spectrometrului.

Aplicarea tehnicii spectrometrice LASER-ICP-MS la analiza solurilor, în vederea determinării naturii și concentrației metalelor grele, folosind în acest scop pastile de sol obținute prin presare, vezi și propunerea de invenție intitulată procedeu și echipament de obținere a pastilelor de sol sau de minereu destinate analizei spectrometrice cu raze X și studiului microscopic, autori: Amariei Sonia, Gutt Gheorghe, Gutt Andrei, Buculei Amelia nu este posibilă la spectrometrele de emisie atomică cu ablație laser deoarece solul supus analizei trebuie să fie lipsit complet de parte organică întrucât la ablația probei se produce fum, rezultat din carbonizarea părții organice, care este absorbit în spectrometru împreună cu vaporii atomici ai elementelor chimice din probă influențând negativ precizia determinărilor. De asemenea, nu este posibilă nici ablația laser directă a probei de sol pulverulent rezultat după ce în prealabil partea organică din probă a fost îndepărtată într-un cuptor de calcinare, deoarece pulberea fină rezultată după calcinare este împrăștiată în spațiul de lucru ca urmare a efectului mecanic care însoțește orice fascicul laser de densitate energetică ridicată la impactul acestuia cu un mediu solid sau granular. Încercarea de agregare prin presarea pulberilor de sol obținute după calcinare în pastile cilindrice nu dă rezultat deoarece, în lipsa părții organice, care are și rol de liant, pastilele se dezintegrează imediat după extragerea lor din matriță.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unor pastile solide ce includ pulberea de sol de analizat într-o matrice de sticlă. La rândul lor, pastilele solide sunt obținute prin înglobarea unor cantități precis cântărite de pulbere de sol analizat, din care partea organică a fost îndepărtată

În prealabil prin calcinare avansată, într-o matrice de soluție de 30% sticlă solubilă pe bază de carbonat de sodiu sau carbonat de potasiu de puritate analitică, urmată de depunerea masei păstoase rezultate într-o tăviță metalică de înălțime mică, conectată ulterior la o incintă închisă, inundată cu bioxid de carbon pentru solidificarea rapidă a sticlei solubile. În urma aplicării acestui procedeu rezultă o pastilă cilindrică solidă, cu matrice de bioxid de siliciu, care fixează pulberea de sol pentru analizat sub forma unei dispersii uniforme. În urma ablației laser rezultă vapori atomici atât ai matricei cât și ai materiei analizate, discriminarea efectului de matrice din rezultatul final fiind făcută automat prin soft, folosind în acest scop o pastilă cu sticlă solubilă fără adaos de sol.

Prin aplicarea invenției se obține următorul avantaj:

Se realizează pastile cilindrice compacte, cu matrice de bioxid de siliciu, ce includ sub forma unei dispersii uniforme particulele fine de sol supuse analizei spectrometrice de emisie atomică prin metoda LASER-ICP-MS.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu Fig.1 și Fig.2 care reprezintă:

- Fig.1- Vederea pastilei de sol cu matrice bioxid de siliciu și a camerei de tratare a pastilelor cu bioxid de carbon
- Fig.2 - Organigrama de lucru folosită la obținerea pastilelor destinate analizei spectrometrice a naturii și concentrației metalelor grele din sol prin metoda LASER-ICP-MS

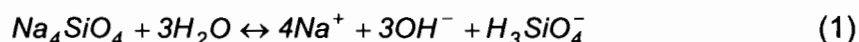
Proba de sol conform invenției este formată dintr-o matrice 1 de bioxid de siliciu, ce conține componentele 2 anorganice de sol sub forma unor dispersii uniforme de pulbere și o tăviță 3 metalică de înălțime mică. Camera de tratare a pastilelor de sol cu bioxid de carbon este montată pe un batiu 4 metalic și se compune dintr-un cilindru 5 metalic, racordat printr-un furtun 6 din cauciuc siliconic la o butelie cu bioxid de carbon de înaltă puritate. În partea inferioară camera de tratare dispune de trei orificii O, dispuse simetric pe circumferință, pentru eliminarea bioxidului de carbon și de un canal C în care se împinge umărul U al tăviței 3 metalică, de înălțime mică.

Modul de preparare a pastilelor de sol pe bază de matrice din sticlă solubilă are loc în modul următor:

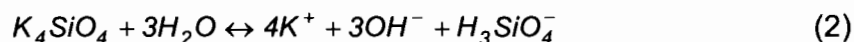
După calcinarea avansată a probei de sol la temperatura de 700°C și răcirea acesteia, se cântărește pe balanța analitică un gram de probă, după care se prepară o soluție de 30% sticlă solubilă pe bază de ioni de sodiu sau de potasiu. În acest scop se folosesc 3 grame de sticlă solubilă solidificată, cântărite tot la balanța analitică, dizolvate în cca 7 ml de apă bidistilată, ultrapurificată, încălzită la 90°C și se adaugă proba cântărită de pulbere de sol în timpul amestecării suspensiei la temperatura de 85-90°C cu un agitator cu pastilă magnetică până când se obține un amestec uniform (cca 1 minut, dar nu înainte de dizolvarea completă a sticlei solubile) după care se toarnă gelul cu suspensia obținută într-o tăviță metalică de înălțime mică. Procesul fizico-chimic care are loc la obținerea pastilelor de sol este următorul:

În fază solidă, sticla solubilă se prezintă sub forma unui amestec de bioxid de siliciu cu oxid de sodiu sau de potasiu. Avantajul folosirii sticlei

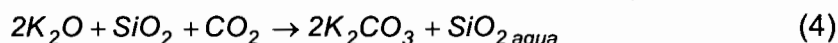
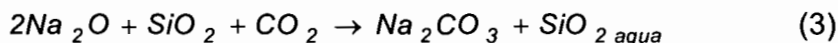
solubile pe baza de oxid de sodiu, față de sticla solubilă pe baza de oxid potasiu sodiu, constă în solubilitatea mai bună în apă a primei, în schimb și prețul de cost al acesteia este ceva mai ridicat. Sticlă solubilă pe bază de sodiu are compoziția: $2Na_2O + SiO_2$, iar sticlă solubilă pe bază de potasiu are compoziția: $2K_2O + SiO_2$. Prin hidroliza în apă fierbinte a amestecului sticlei solubile pe bază de oxizi de sodiu sau potasiu rezultă:



sau :



Acidul silicic eliberează ionii de hidrogen care se combină cu ionii hidroxil rezultând apă, iar bioxidul de siliciu în soluție apoasă ($SiO_{2\text{ aqua}}$):



condensează într-un gel silicic care se întărește în prezență de bioxid de carbon într-o structură moleculară de sticlă solidă ce are la bază tetraedre de SiO_4 . Tratarea probei cu bioxid de carbon se face în cilindrul 5 metalic racordat în partea superioară prin furtunul 6 din cauciuc siliconic la o butelie de bioxid de carbon de puritate analitică, tăvița 3 metalică de înălțime mică montându-se prin introducerea umărului U al acesteia în canalul C al cilindrului. După polimerizarea în prezență de bioxid de carbon, proba se expune într-o etuvă de încălzire unde se ține timp de 30 minute la o temperatură de $85^{\circ}C$ pentru eliminarea completă a apei. Gelul silicic, întărit și deshidratat, în care sunt dispersate particulele anorganice de sol, formează pastila folosită în continuare, fără a fi scoasă din tavița metalică, pentru analiza spectrometrică a metalelor grele din sol folosind metoda LASER-ICP-MS

REVENDICARE

Invenția, Procedeu pentru prepararea probelor de sol în vederea analizei spectrometrice a naturii și concentrației metalelor grele prin metoda LASER-ICP-MS caracterizat prin aceea că sunt realizate niște pastile cilindrice ce includ pulberea de sol de analizat într-o matrice de sticlă solubilă, obținerea pastilelor având loc prin înglobarea unor cantități precis cântărite de pulbere (2) de sol de analizat, într-o matrice (1) de sticlă solubilă de puritate analitică, tot precis cântărită, urmată de depunerea masei păstoase rezultate într-o tăviță (3) metalică de înălțime mică, cuplată ulterior, în vederea solidificării probei, la un cilindru (5) metalic, alimentat dintr-o butelie cu bioxid de carbon de înaltă puritate.

