



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00964**

(22) Data de depozit: **06/12/2012**

(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;
• **BUCULEI AMELIA, STR. STAȚIUNII NR. 1,**
BL. E1, SC. A, AP. 11, SUCEAVA, SV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
CN 201532330 (U); JPH 0623596 (A);
RO 109555 B1

(54) **PROCEDEU ȘI ECHIPAMENT DE OBTINERE A PASTILELOR
DE SOL SAU DE MINEREU DESTINATE ANALIZEI
SPECTROMETRICE CU RAZE X ȘI STUDIULUI
MICROSCOPIC**



RO 129604 B1

1 Invenția se referă la un procedeu și un echipament de obținere a pastilelor de sol sau
de minereu, ranforsate metalic, folosite la analiza calitativă și cantitativă a metalelor cu ajutorul
3 spectrometriei dispersive de energie cu raze X (spectrometrie EDX), a microscopiei electronice
cu scanare (SEM), precum și a microscopiei electronice combinate cu spectrometria dispersivă
5 de energie cu raze X (SEM-EDX).

La ora actuală, spectrometria dispersivă de energie cu raze X este una din cele mai
7 folosite metode spectrometrice, inclusiv pentru analiza elementală a solului și minereurilor
potențial exploatabile sau în exploatare. Pe lângă o serie de avantaje nete ale acestei metode
9 de analiză față de alte metode figurează și faptul că acest tip de spectrometrie permite analiza
automată atât a materiei solide, cât și a celei lichide și pulverulente într-un timp extrem de scurt
11 și fără a fi necesar un mod preparativ scump și de durată a probelor. Dat fiind faptul că principiul
metodei este bazat pe măsurarea intensității fluorescenței razelor X, ca expresie a concentrației
13 unui anumit element chimic, pentru asigurarea unei precizii ridicate de măsurare, suprafața
probei examinate trebuie să fie cât mai uniformă. Această condiție este asigurată automat la
15 lichide, poate fi realizată relativ ușor la solide prin planizare și șlefuire, dar necesită un efort mai
mare în cazul materiei pulverulente, precizia determinărilor fiind cu atât mai mare cu cât
17 densificarea materiei supuse analizei este mai avansată.

Atât solul agricol, cât și minereurile se cer examinate la ora actuală și prin microscopie
19 electronică. Interesul pentru acest tip de analiză a crescut mult de când microscopia electronică
SEM se practică concomitent cu analiza spectrometrică dispersivă de energie cu raze X a
21 materiei exact în punctul în care se face și studiul microscopic al acesteia. La aceste tipuri de
investigații, folosirea probelor de granulație fină nu este posibilă ca atare, pe de-o parte datorită
23 faptului că microscopiele electronice lucrează în zona probei cu vacuum înalt, ceea ce duce
la antrenarea particulelor fine de sol sau minereu în pompa de vacuum, iar pe de altă parte,
25 microscopia electronică nu este posibilă decât la materia ce prezintă o conductivitate electrică
bună sau medie. Materia anorganică din sol sau minereu prezintă o conductivitate electrică
27 medie, ceea ce, la tensiunile de excitare mari ale fasciculului electronic (de ordinul zecilor de
KV), asigură imagini microscopice excelente până la ordine mari de mărire. Materia organică,
29 în schimb, prezintă și ea mai ales în probele de sol agricol, nu conduce electric suficient de
bine, ceea ce duce la imagini microscopice neclare la ordine mari de mărire. Conductivitatea
31 electrică necorespunzătoare a probei duce și la erori spectrometrice deoarece intensitatea
radiației X, care stă la baza analizei spectrometrice dispersive de energie, este dată de
33 intensitatea fasciculului de electroni de excitație de mare energie, asigurat de tunul electronic
al microscopului și, ca atare, depinde direct de intensitatea acestuia, care, la rândul ei, variază
35 dacă variază și conductivitatea electrică a probei analizate. Atunci când intensitatea fasciculului
de electroni scade ca urmare a faptului că acesta cade pe o zonă de pe probă slab
37 conducătoare electric sau pe un gol între mai multe particule libere, scade și intensitatea emisiei
de raze X, dând impresia falsă a unor concentrații mai mici ale elementelor chimice decât cele
39 reale din zona examinată.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unor pastile din pulberi
41 de sol agricol sau din pulberi de minereu, de formă cilindrică, destinate efectuării analizei
spectrometrice cu raze X, precum și studiul microscopic al materialelor respective, sol agricol
43 sau minereu.

Această problemă tehnică se rezolvă printr-un procedeu și un echipament de obținere
45 a pastilelor de sol sau de minereu destinate analizei spectrometrice cu raze X și studiului
microscopic.

RO 129604 B1

- Procedeul conform invenției este constituit din următoarele etape: 1
- se toarnă proba fin măcinată în matrița metalică formată din două semicorpuri, pe fundul căreia se găsește amplasat un disc cilindric, din plasă metalică fină, având suprafața de 2 cm²; 3
 - se vibrează proba electromagnetic, cu o frecvență de 20 Hz și o amplitudine de 1 mm, timp de 5 s; 5
 - se presează matrița cu ajutorul unei prese hidraulice de 200 KN, cu acționare manuală, către un poanson cu o presiune specifică de 100 KN/cm² timp de 5 min; 7
 - se extrage matrița din carcasa metalică cilindrică, înfiletându-se în orificiul carcasei un șurub cu cap randalinat; 9
 - se extrag, prin presare, semicorpurile matriței prin îndepărtare manuală, unul față de celălalt, eliberându-se astfel pastila cilindrică, compactă, din sol agricol sau minereu care, în partea inferioară, este ranforsată cu discul (2) cilindric, din plasă metalică fină. 11 13
- Echipamentul pentru obținerea pastilelor de sol sau minereu, pentru aplicarea procedurii conform invenției, este compus dintr-o presă hidraulică acționată manual, formată dintr-un batiu din fontă, un cilindru hidraulic, o pompă hidraulică, două coloane cilindrice din oțel, o traversă mobilă, o traversă fixă și un șurub vertical, caracterizat prin aceea că mai conține un dispozitiv de vibrație destinat vibrării probelor de sol sau de minereu, care este compus dintr-un corp din oțel, secționat pe o latură pe toată lungimea sa, pentru împiedicarea închiderii liniilor de câmp magnetic, un miez mobil din oțel feritic, acționat de o bobină electrică alimentată printr-un conector electric, o carcasă nemetalică de protecție, un arc de compresiune, un inel opritor, o piuliță hexagonală, precum și o carcasă metalică cilindrică în care se găsește o matriță formată din două semicorpuri. 15 17 19 21 23
- Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:
- se realizează pastile compacte de sol sau minereu care asigură o precizie ridicată în cazul spectrometriei dispersive de energie cu raze X; 25
 - se realizează pastile compacte de sol sau minereu ranforsate cu o plasă de sârmă care asigură o conductivitate electrică superioară, necesară în cazul microscopiei electronice și a microscopiei electronice combinate cu spectrometria dispersivă de energie cu raze X, și care asigură totodată și o rezistență mecanică mai avansată a pastilelor. 27 29
- Procedeul și echipamentul conform invenției asigură obținerea unor pastile, din pulberi de sol agricol sau din pulberi de minereu, de formă cilindrică, compacte, cu grosimea de circa 3 mm și diametrul de 16 mm (suprafața unei fețe drepte = 2 cm²), de mare densitate și izotrope, ranforsate pe un suport din plasă de sârmă. Pastilele de sol sau minereu sunt destinate efectuării în condiții de precizie crescută a analizelor spectrometrice dispersive de energie cu raze X (EDX), a examenului de microscopie electronică de scanare cu excitație cu fascicul de electroni de mare energie (SEM) și a examenului combinat între microscopie electronică cu excitație cu fascicul de electroni de mare energie și spectrometrie dispersivă cu raze X (SEM-EDX). Caracterul izotrop și de densitate ridicată a pastilelor este asigurat prin vibrarea probelor de pulberi în cavitatea matriței de pastilare, iar compactitatea ridicată a acestora se asigură prin agregarea pulberilor în matriță cu presiuni foarte ridicate de circa 100 KN/cm² peste o plasă de sârmă, cea din urmă conferind, pe lângă o compactare bună și o rezistență mecanică mare, dar și o conductivitate electrică superioară necesară în cadrul examinărilor cu microscopie electronică cu sau fără analiză spectrală cu raze X. 31 33 35 37 39 41 43
- În acest scop, este folosită o presă hidraulică manuală, echipată cu o matriță specială vibrată electrodinamic cu frecvențe de 20 Hz și amplitudini de circa 0,7...1 mm. În prima fază are loc vibrarea pulberii timp de 5 s, după care se apasă cu o presă manuală hidraulică matrița 45 47

RO 129604 B1

1 cu pulbere spre un poanson cilindric, urmărindu-se pe manometru atingerea forței maxime de
200 KN. La atingerea acestei presiuni, se oprește presarea și se lasă pastila 5 min sub această
3 presiune. După scurgerea acestui timp, se extrage din matriță pastila de sol sau minereu fixată
în partea inferioară în ochiurile discului metalic din plasă de sârmă. La folosirea pastilelor de sol
5 sau minereu pentru analiză spectrometrică cu ablație laser, plasa de sârmă asigură rezistența
mecanică a pastilei, iar în cazul folosirii pastilelor de sol sau minereu pentru microscopie
7 electronică sau microscopie electronică combinată cu spectrometria cu raze X dispersivă de
energie, plasa de sârmă asigură atât rezistența mecanică, cât și conductivitatea electrică a
9 probei.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...5 care
11 reprezintă:

- fig. 1, vederea de ansamblu a presei și a matriței cu vibrație folosite pentru obținerea
13 pastilelor de sol sau de minereu cu suport metalic;

- fig. 2, secțiune parțială cu detalii ale sistemului de vibrație și a matriței folosite pentru
15 obținerea pastilelor de sol și minereu cu suport metalic;

- fig. 3, secțiune prin sistemul de vibrație;

- fig. 4, vedere cu secțiune a matriței;

- fig. 5, fazele extragerii din matriță a pastilelor de sol sau de minereu cu suport metalic.

19 Echipamentul pentru obținerea pastilelor 1 cilindrice de sol sau de minereu presate pe
un disc 2 cilindric din plasă metalică fină, având diametrul de 20 mm, obținut prin ștanțare, este
21 format dintr-o presă hidraulică cu acționare manuală, un dispozitiv de vibrație electrodinamică
și o matriță de presare. Presa hidraulică se compune dintr-un batiu 3 din fontă, un cilindru 4
23 hidraulic și un piston prevăzut la capăt cu o tijă 5 filetată, o pompă 6 hidraulică, un braț 7 de
acționare, un manometru 8, două coloane 9 și 10 cilindrice din oțel, o traversă mobilă 11, o
25 traversă fixă 12, o roată 13 cu manivelă, și un șurub 14 vertical pe care este înfiletat un poanson
15 de presare. Dispozitivul de vibrație electromagnetică este format dintr-un corp 16 din oțel,
27 secționat pe o latură pe toată lungimea pentru împiedicarea închiderii liniilor de câmp magnetic
în scurtcircuit, un miez 17 mobil din oțel feritic, având secțiune variabilă, o bobină 18 electrică,
29 un conector 19 electric, o carcasă 20 nemetalică de protecție, un arc 21 de compresiune, un
inel 22 opritor și o piuliță 23 hexagonală. Matrița de presare se compune din două semicorpuri
31 24 și 25, o carcasă 26 metalică cilindrică și un șurub 27 randalinat pentru extragerea matriței
de presare din carcasa 26 cilindrică. Orificiul O este folosit pentru blocarea cu un știft a rotației
33 tijei 5 filetate atunci când se demontează sistemul de vibrație, iar F reprezintă fanta rezultată din
secționarea corpului 16 din oțel, pe o latură, pe toată lungimea acestuia.

35 Modul de lucru este următorul:

Se introduce discul 2 cilindric din plasă metalică fină pe fundul matriței, formată din cele
37 două semicorpuri 24 și 25, peste care se toarnă 2,5 g de sol sau minereu uscat și măcinat, după
care carcasa 26 metalică, ce conține matrița și materialul pulverulent, se așază pe dispozitivul
39 de vibrație electrodinamică montat, la rândul lui, pe presa hidraulică și se coboară, prin
intermediul roții 13 cu manivelă și a șurubului 14 vertical, poansonul 15 de presare până în
41 prima treime a cavității matriței. În continuare, se pune sub tensiune de joasă frecvență, timp
de 5 s, bobina 18 electrică, ceea ce duce la vibrarea miezului 17 mobil și inclusiv a matriței cu
43 materialul cercetat, efectul vibrării fiind o așezare optimă și o densificare maximă a materialului
din cavitatea matriței. După oprirea curentului electric, se deplasează matrița pe verticală cu
45 ajutorul pompei 6 hidraulice și a brațului 7 de acționare, manometrul 8 indicând o creștere
bruscă de presiune atunci când solul sau minereul intră în contact cu poansonul 15 de presare.

RO 129604 B1

Se continuă presarea până la indicarea unei presiuni manometrice ce corespunde unei presiuni specifice de 100 KN /cm² de probă și se lasă proba 5 min sub această presiune, după care cu o mână se ține matrița, iar cu cealaltă mână se acționează roata **13** cu manivelă, realizând extragerea poansonului **15** de presare din matriță. Extragerea semicorpurilor **24** și **25** din carcasa **26** metalică cilindrică se face prin înfiletarea șurubului **27** randalinat în orificiul filetat din partea inferioară a carcasei **26** metalice cilindrice, după care se îndepărtează manual cele două semicorpuri **24** și **25**, eliberându-se pastila **1** ranforsată în partea de jos cu discul **2** cilindric din plasa metalică.

RO 129604 B1

Revendicări

1
3
5
7
9
11
13
15
17
19
21
23
25
27

1. Procedeu pentru obținerea pastilelor de sol sau minereu destinate analizei spectrometrice cu raze X și studiului microscopic, **caracterizat prin aceea că** este constituit din următoarele etape:

- se toarnă proba fin măcinată în matrița metalică formată din două semicorpuri (**24 și 25**), pe fundul căreia se găsește amplasat un disc (**2**) cilindric, din plasă metalică fină, având suprafața de 2 cm²;

- se vibrează proba electromagnetic cu o frecvență de 20 Hz și o amplitudine de 1 mm, timp de 5 s;

- se presează matrița cu ajutorul unei prese hidraulice de 200 KN, cu acționare manuală, către un poanson (**15**) cu o presiune specifică de 100 KN/cm², timp de 5 min;

- se extrage matrița din carcasa (**26**) metalică cilindrică, înfiletându-se în orificiul carcasei un șurub (**27**) cu cap randalinat;

- se extrag, prin presare, semicorpurile (**24 și 25**) matriței prin îndepărtare manuală, unul față de celălalt, eliberându-se astfel pastila (**1**) cilindrică, compactă, din sol agricol sau minereu care, în partea inferioară, este ranforsată cu discul (**2**) cilindric, din plasă metalică fină.

2. Echipament pentru obținerea pastilelor de sol sau minereu, pentru aplicarea procedurii de la revendicarea 1, compus dintr-o presă hidraulică acționată manual formată dintr-un batiu (**3**) din fontă, un cilindru (**4**) hidraulic, o pompă (**6**) hidraulică, două coloane (**9 și 10**) cilindrice din oțel, o traversă (**11**) mobilă, o traversă (**12**) fixă și un șurub (**14**) vertical, **caracterizat prin aceea că** mai conține un dispozitiv de vibrație destinat vibrării probelor de sol sau de minereu, care este compus dintr-un corp (**16**) din oțel, secționat pe o latură pe toată lungimea sa, pentru împiedicarea închiderii liniilor de câmp magnetic, un miez (**17**) mobil din oțel feritic, acționat de o bobină (**18**) electrică alimentată printr-un conector (**19**) electric, o carcasă (**20**) nemetalică de protecție, un arc (**21**) de compresiune, un inel (**22**) opritor, o piuliță (**23**) hexagonală, precum și o carcasă (**26**) metalică cilindrică în care se găsește o matriță formată din două semicorpuri (**24 și 25**).

(51) Int.Cl.

B30B 11/00 (2006.01),

G01N 30/72 (2006.01),

G01N 33/24 (2006.01)

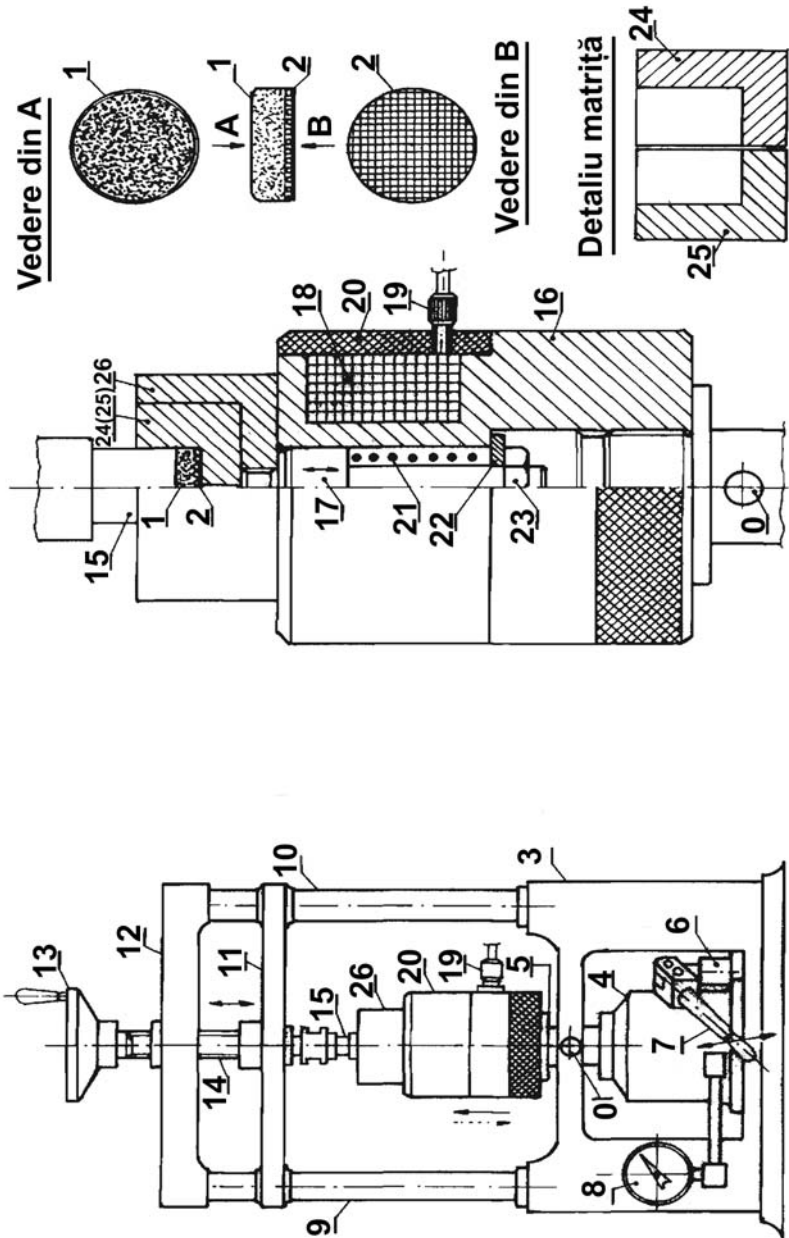


Fig. 2

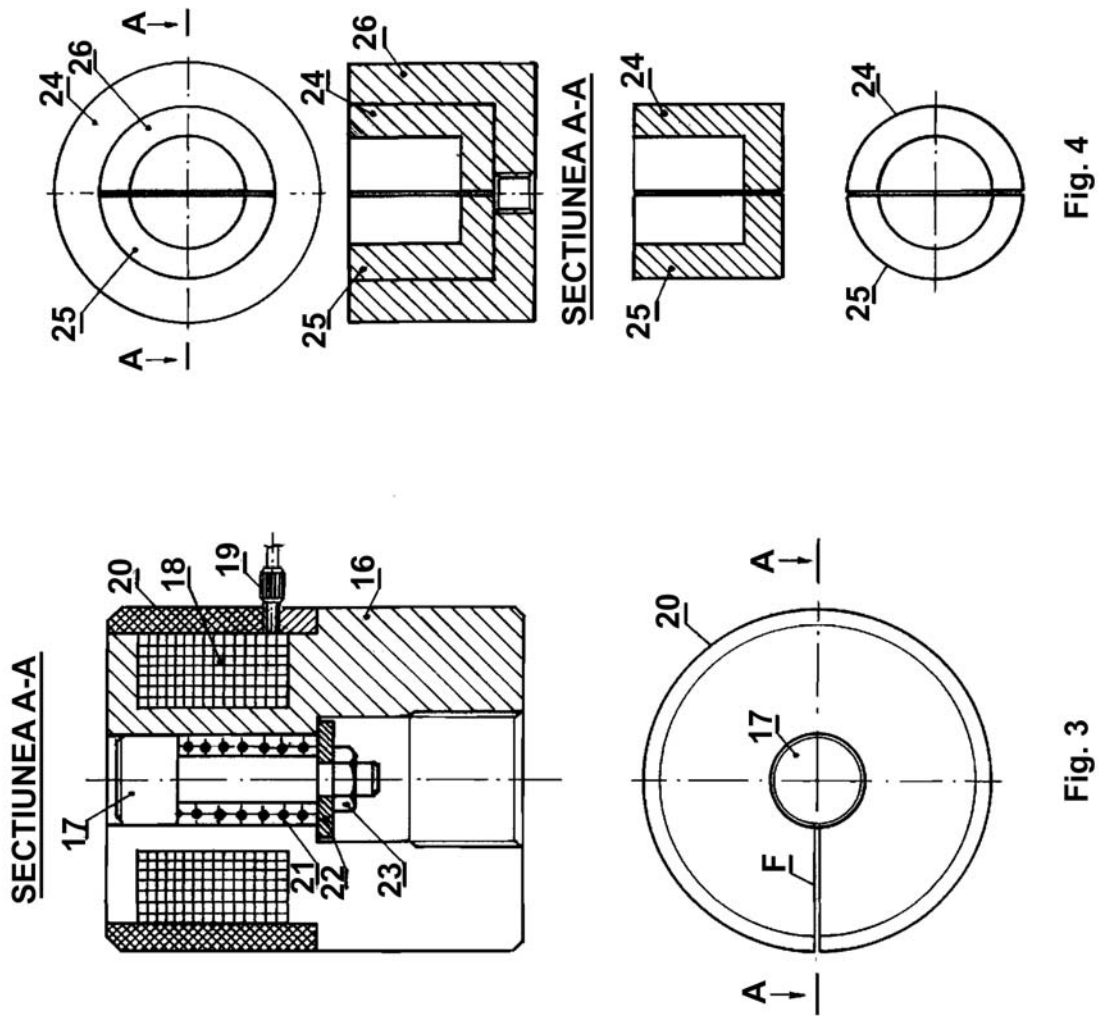
Fig. 1

(51) Int.Cl.

B30B 11/00 (2006.01),

G01N 30/72 (2006.01),

G01N 33/24 (2006.01)



(51) Int.Cl.

B30B 11/00 (2006.01),

G01N 30/72 (2006.01),

G01N 33/24 (2006.01)

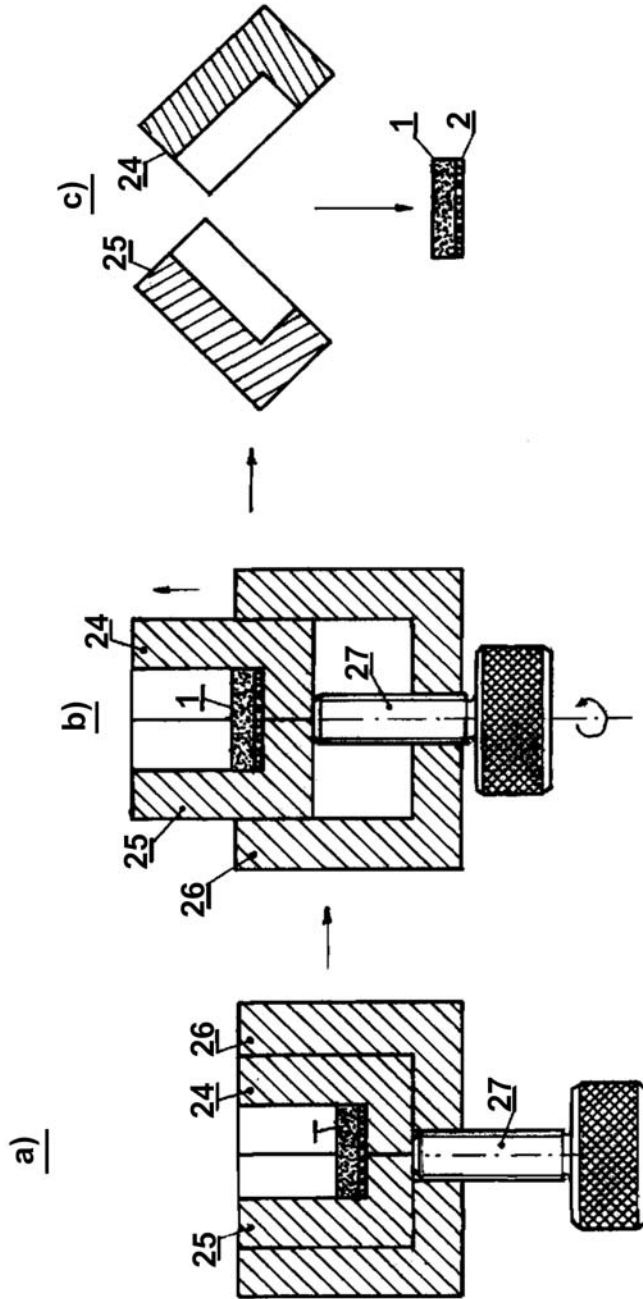


Fig. 5

