



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENTIE

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

(22) Data de depozit: **06.12.2012**

(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 GHEORGHE, STR. VICTORIEI  
NR. 61, SAT SF. ILIE, SV, RO;  
• GUTT ANDREI, STR. VICTORIEI NR. 61,  
SAT SF. ILIE, SV, RO;  
• BUCULEI AMELIA, STR. STATIUNII  
NR. 1, BL. E1, SC. A, AP. 11, SUCEAVA,  
SV, RO

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

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu și la un echipament pentru obținerea pastilelor de sol sau de minereu, ranforsate metalic, folosite la analiza calitativă și cantitativă a metalelor cu ajutorul spectrometriei dispersive de energie cu raze X, a microscopiei electronice cu scanare, precum și a microscopiei electronice combinate cu spectrometria dispersivă de energie cu raze X. Echipamentul conform inventiei cuprinde o presă hidraulică de 200 kN, acționată manual, pe care este montat un dispozitiv de vibrație, compus, la rândul lui, dintr-un corp (16) din oțel, sectionat pe o latură pe toată lungimea lui, pentru împiedicarea închiderii liniilor de câmp magnetic în scurtcircuit, un miez (17) mobil, din oțel feritic, o bobină (18) electrică, un conector (19) electric, o carcăsă (20) nemetalică de protecție, un arc (21) de compresiune, un inel (22) opritor și o piuliță (23) hexagonală, în partea superioară a dispozitivului de vibrație găsindu-se așezată o carcăsă (26) metalică cilindrică, ce conține matriță, compusă, la rândul ei, din două semicorpuri (24, 25). Procedeul conform inventiei constă în turnarea probei căntărîte într-o matriță metalică peste un disc (2) cilindric din plasă metalică având suprafață de 2 cm<sup>2</sup>, urmată de o vibrație electromagnetică a matriței timp de 5 s, cu o frecvență de 20 Hz și o amplitudine de circa 1 mm, după care proba de sol sau de minereu este presată cu ajutorul presei hidraulice de 200 kN, cu o presiune specifică de circa 100kN/cm<sup>2</sup>, timp de 5 min, către un poanson (15); după

depresare și extragerea poansonului (15) din matriță, se înfilează în orificiul de pe fundul carcasei (26) cilindrice un șurub (27) cu cap randalimat, și se extrag prin presaresemicorpurile (24, 25) matriței, care, prin îndepărțare manuală unul față de celălalt, eliberează pastila (1) din sol sau minereu, ranforsată în partea inferioară cu discul (2) cilindric din plasă metalică fină.

Revendicări: 2

Figuri: 5

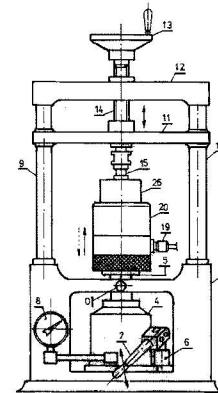


Fig. 1

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 conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



## PROCEDEU ȘI ECHIPAMENT DE OBȚINERE A PASTILELOR DE SOL SAU DE MINEREU DESTINATE ANALIZEI SPECTREOMETRICE CU RAZE X ȘI STUDIULUI MICROSCOPIC

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 spectrometriei disperzive de energie cu raze X (spectrometrie EDX), a microscopiei electronice cu scanare (SEM) precum și a microscopiei electronice combinate cu spectrometria dispersivă de energie cu raze X (SEM - EDX).

La ora actuală, spectrometria dispersivă de energie cu raze X este una din cele mai folosite metode spectrometrice, inclusiv pentru analiza elementală a solului și minereurilor potențial exploataabile sau în exploatare. Pe lângă o serie de avantaje nete ale acestei metode 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 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 fluorescentei razelor X, ca expresie a concentrației 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 lichide, poate fi realizată relativ ușor la solide prin planizare și şlefuire, dar necesită un efort mai mare în cazul materiei pulverulente, precizia determinărilor fiind cu atât mai mare cu cât densificarea materiei supuse analizei este mai avansată.

Atât solul agricol cât și minereurile se cer examineate la ora actuală și prin microscopie 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 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 faptului că microscopapele 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, 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 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 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 electrică necorespunzătoare a probei duce și la erori spectrometrice deoarece intensitatea radiației X, care stă la baza analizei spectrometrice disperzive de energie, este dată 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 dacă variază 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 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 reale din zona examinată.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia constă în realizarea unui procedeu și a unui echipament pentru obținerea unor pastile, din pulberi de sol agricol sau din pulberi de minereu, de formă cilindrică, compacte, cu grosimea de cca 3 mm și diametrul de 16mm (suprafața unei fețe drepte = 2 cm<sup>2</sup>), de mare densitate și izotropie, ranforsate pe un suport din plasă de sărmă. Pastilele de sol sau minereu sunt destinate efectuării în condiții de precizie crescută a analizelor spectrometrice disulative de energie cu raze X (EDX), a examenului de microscopie electronică de scanare cu excitare cu fascicul de electroni de mare energie (SEM) și a examenului combinat între microscopie electronică cu excitare cu fascicul de electroni de mare energie și spectrometrie disulative 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 cca 100 KN/cm<sup>2</sup> peste o plasă de sărmă, 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.

În acest scop este folosită o presă hidraulică manuală, echipată cu o matriță specială vibrată electrohidraulic cu frecvențe de 20 Hz și amplitudini de cca 0,7- 1mm. În prima fază are loc vibrarea pulberii timp de 5 secunde, după care se apasă cu o presă manuală hidraulică matriță cu pulbere spre un poanson cilindric urmărindu-se pe manometru atingerea forței maxime de 200KN. La atingerea acestei presiuni se oprește presarea și se lasă pastila 5 minute sub această 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 sărmă. La folosirea pastilelor de sol sau minereu pentru analiză spectrometrică cu ablație laser plasa de sărmă asigură rezistență mecanică a pastilei, iar în cazul folosirii pastilelor de sol sau minereu pentru microscopie electronică sau microscopie electronică combinată cu spectrometria cu raze X disulative de energie, plasa de sărmă asigură atât rezistență mecanică cât și conductivitatea electrică a probei.

Prin aplicarea inventiei se obțin următoarele avantaje:

- se realizează pastile compacte de sol sau minereu care asigură o precizie ridicată în cazul spectrometriei diservative de energie cu raze X
- se realizează pastile compacte de sol sau minereu ranforsate cu o plasă de sărmă care asigură o conductivitate electrică superioară, necesară în cazul microscopiei electronice și a microscopiei electronice combinate cu spectrometria diservative de energie cu raze X și care asigură totodată și o rezistență mecanică mai avansată pastilelor

Se dă în continuare un exemplu de realizare a inventiei în legătură cu Fig.1, Fig.2, Fig.3, Fig.4, și Fig.5 care reprezintă:

- Fig.1 - Vederea de ansamblu a presei și a matriței cu vibrare folosite pentru obținerea pastilelor de sol sau de minereu cu suport metalic
- Fig.2 - Secțiune parțială cu detalii ale sistemului de vibrare și a matriței folosite pentru obținerea pastilelor de sol și minereu cu suport metalic
- Fig.3 - Secțiune prin sistemul de vibrare
- Fig.4 - Vedere cu secțiune a matriței
- Fig.5 - Fazele extragerii din matriță a pastilelor de sol sau de minereu cu suport metalic

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 format dintr-o presă hidraulică cu acționare manuală, un dispozitiv de vibrare electrohidraulică și o matriță de presare. Presa hidraulică se compune dintr-un batiu 3 din fontă, un cilindru 4 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 traversă fixă 12, o roată 13 cu manivelă, un șurub 14 vertical pe care este înfiletat un poason 15 de presare. Dispozitivul de vibrare electromagnetică este format dintr-un corp 16 din oțel, secționat pe o latură pe toată lungimea pentru impiedicarea închiderii liniilor de câmp magnetic în scurtcircuit, un miez 17 mobil din oțel feritic, având secțiune variabilă, o bobină 18 electrică, un conector 19 electric, o carcăsă 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 24 și 25, o carcăsă 26 metalică cilindrică și un șurub 27 randalnat pentru extragerea matriței de presare din carcăsa 26 cilindrică. Orificiul O este folosit pentru blocarea cu un știft a rotației tijei 5 filetate atunci când se demontează sistemul de vibrare, iar F reprezintă fanta rezultată din secționarea corpului 16 din oțel, pe o latură, pe toată lungimea acestuia.

Modul de lucru este următorul :

Se introduce discul 2 cilindric din plasă metalică fină pe fundul matriței, formată din cele două semicorpuri 24 și 25, peste care se toarnă 2,5 grame de sol sau minereu uscat și măcinat, după care carcăsa 26 metalică, ce conține matriță și materialul pulverulent, se așează pe dispozitivul de vibrare electrohidraulică montat la rândul lui pe presă hidraulică și se coboară, prin intermediul roții 13 cu manivelă și a șurubului 14 vertical, poansonul 15 de presare până în prima treime a cavității matriței. În continuare, se pune sub tensiune de joasă frecvență, timp de 5 secunde, bobina 18 electrică ceea ce duce la vibrarea miezelui 17 mobil și inclusiv a matriței cu 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 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. Se continuă presarea până la indicarea unei presiuni manometrice ce corespunde unei presiuni specifice de  $100 \text{ KN/cm}^2$  de probă și se lasă proba cinci minute sub această presiune după care cu o mână se ține matrița, iar cu cealaltă mână se acționează roata **13** cu manivelă realizând extragerea poansonul **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 semicoruri **24 și 25** eliberându-se pastila **1** ranforsată în partea de jos cu discul **2** cilindric din plasă metalică.

## REVENDICĂRI

1. Echipament pentru obținerea tabletelor de sol sau de minereu, care cuprinde 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 mobilă (11), o traversă fixă (12) și un șurub (14) vertical, caracterizat prin aceea că pentru vibrarea probelor de sol sau de minereu este folosit un dispozitiv de vibrare compus dintr-un corp (16) din oțel, secționat pe o latură pe toată lungimea pentru împiedicarea închiderii linijilor de câmp magnetic în scurtcircuit, un rniez (17) mobil, din oțel feritic, o bobină (18) electrică, un conector (19) electric, o carcăsă (20) nemetalică de protecție, un arc (21) de compresiune, un inel (22) opriitor și o piuliță (23) hexagonală precum și o carcăsă (26) metalică cilindrică în care se găsește o matriță formată din două semicorpi (24) și (25).

2. Procedeu pentru obținerea tabletelor de sol sau de minereu, folosit în cadrul echipamentului conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că în vederea obținerii unor pastile (1) cilindrice compacte, din sol agricol sau din minereu, destinate analizei spectrometrice dispersive de energie cu raze X, studiului prin microscopie electronică sau studiului combinat și concomitent prin microscopie electronică și spectrometrie dispersivă de energie cu raze X, proba fin măcinată este turnată într-o matriță metalică, pe fundul căreia se găsește un disc (2) din plasă metalică având suprafața de  $2 \text{ cm}^2$  și vibrată electromagnetic timp de 5 secunde cu o frecvență de 20 Hz și o amplitudine de cca 1 mm, după care, matrița este presată cu ajutorul unei prese hidraulice de 200 KN, cu acționare manuală, către un poanson (15), cu o presiune specifică de cca 100 KN/cm<sup>2</sup> timp de 5 minute, după extragerea matriței din carcasa (26) metalică cilindrică se înfilează în orificiul celei din urmă un șurub (27) cu cap randalinat și se extrag prin presare semicorpurile (24) și (25) ale matriței care prin îndepărțare manuală, unul față de celălalt, eliberează pastila (1) din sol sau minereu care în partea inferioară este ranforșată cu discul (2) cilindric, din plasă metalică fină.

R-2012-00954--

0 6 -12- 2012

24

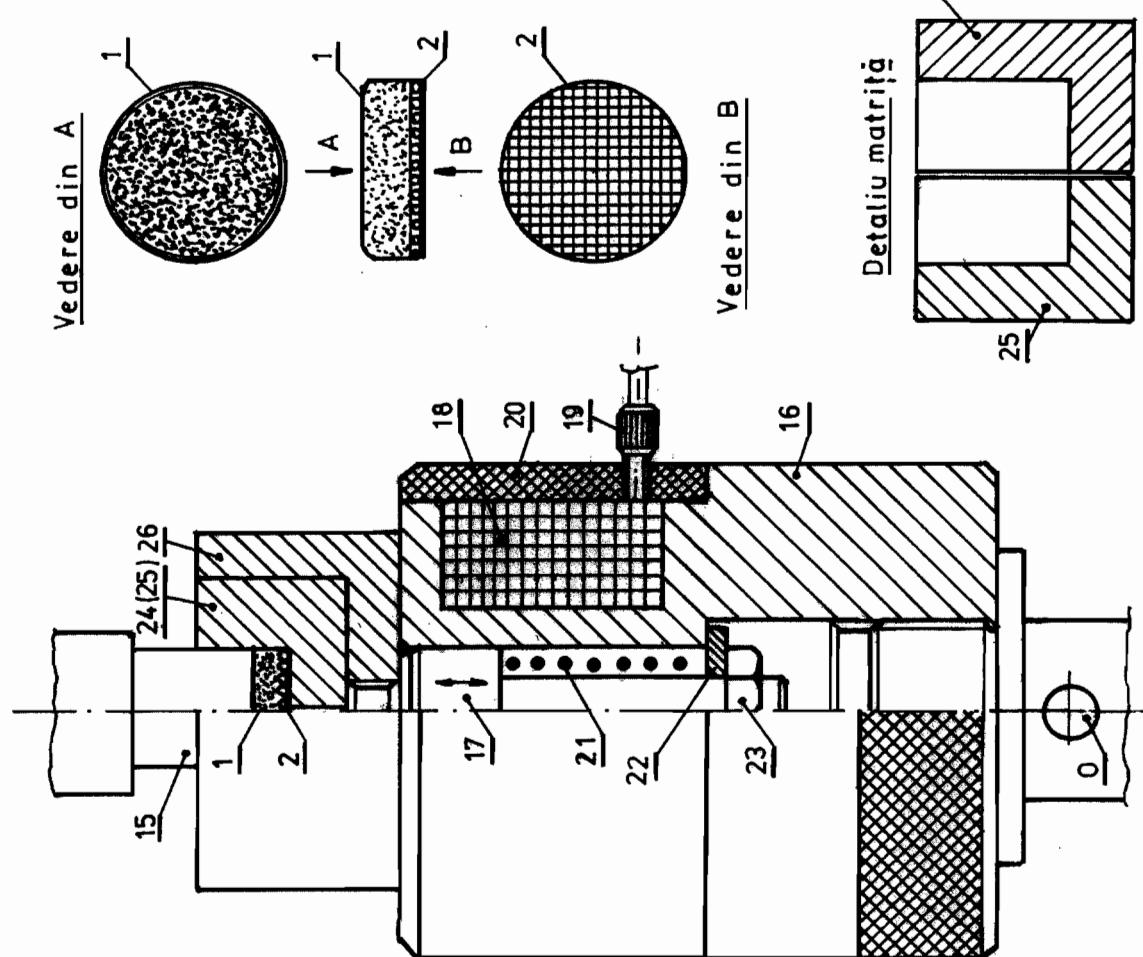


FIG. 2

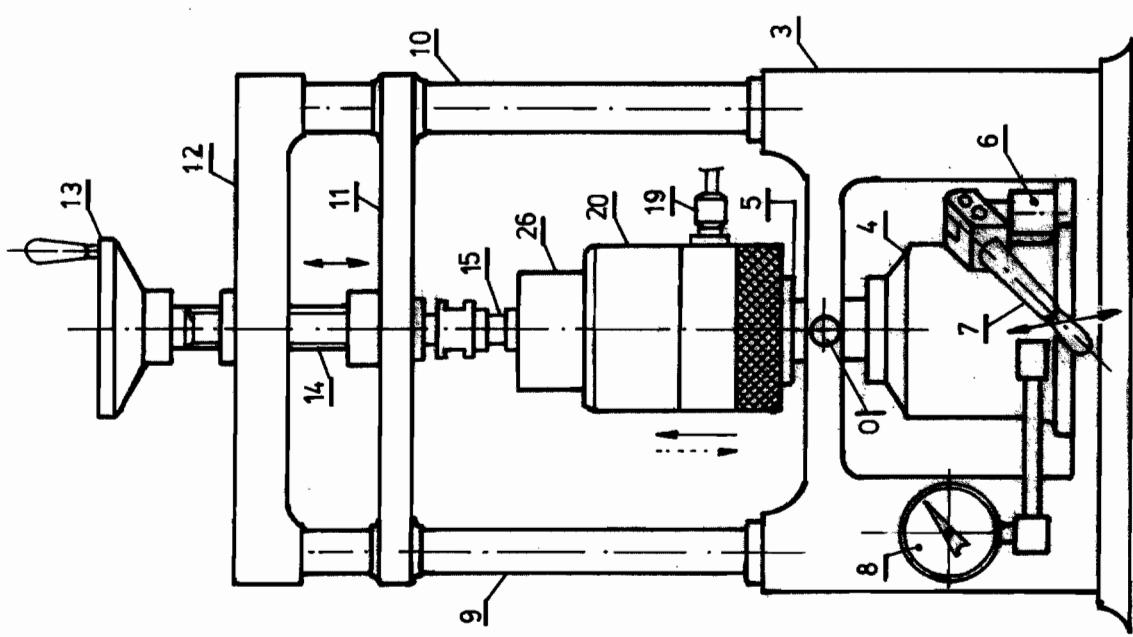


FIG. 1

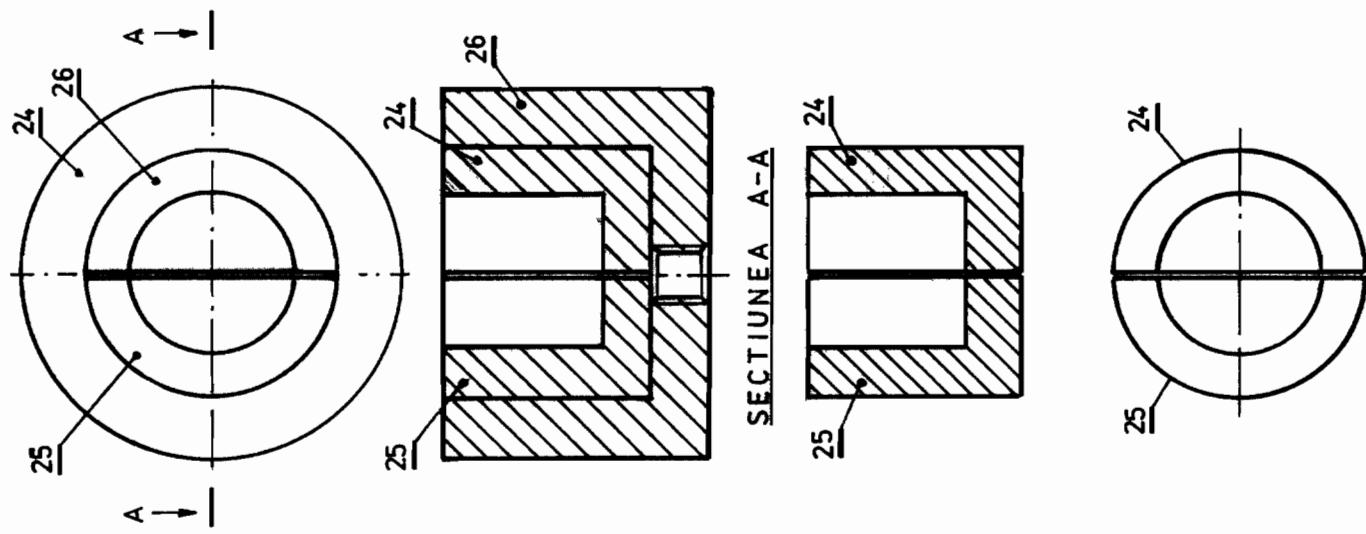


FIG. 4

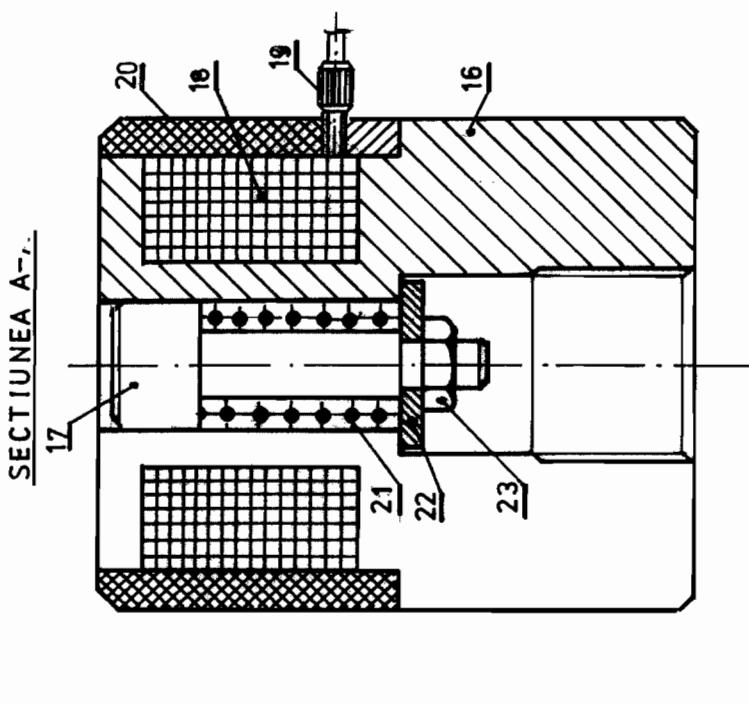
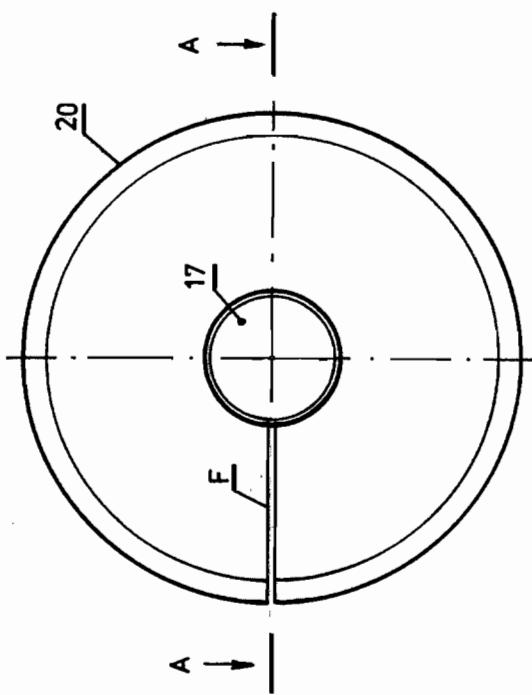


FIG. 3



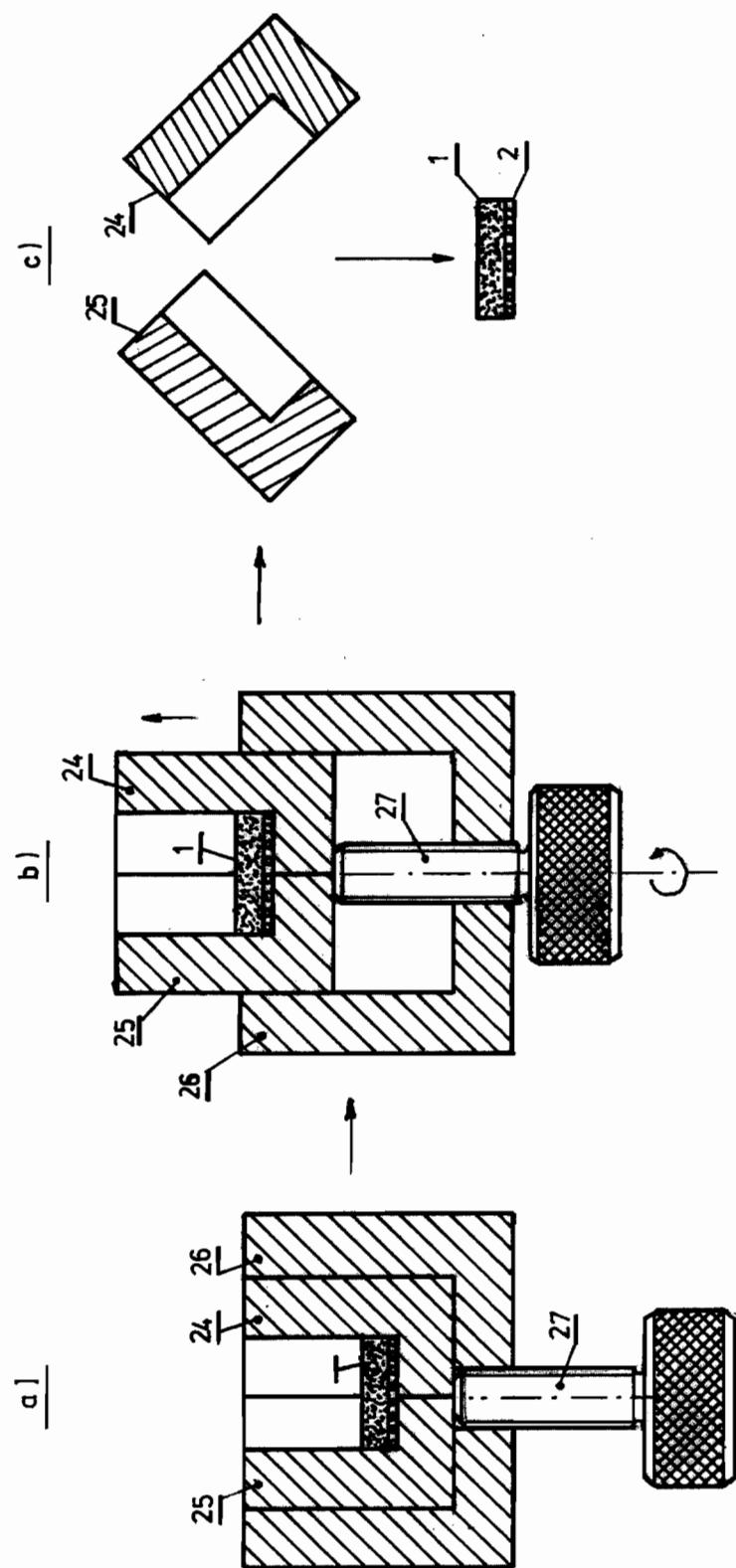


FIG. 5