

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2015 00886

(22) Data de depozit: 25/11/2015

(41) Data publicării cererii:  
28/07/2017 BOPI nr. 7/2017

(71) Solicitant:  
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE  
ȘI DEZVOLTARE PENTRU FIZICĂ ȘI  
INGINERIE NUCLEARĂ  
"HORIA HULUBEI", STR.REACTORULUI  
NR.30, MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:  
• PANTELICĂ DAN EMANOIL,  
ALEEA TIMIȘUL DE JOS, NR.1, BL.A23,  
SC.4, ET.4, AP.60, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;

• DUMITRU GABRIEL, STR.VETERANILOR  
NR.11, BL.M16, SC.4, ET.2, AP.56,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;  
• PETRAȘCU HORIA, STR.ELENA FARAGO  
NR.8, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;  
• IONESCU PAUL ALEXANDRU,  
STR.TRIBUNEI NR.8, SIBIU, SB, RO;  
• DRĂCEA MARIA DIANA,  
STR.MARIN SORESCU NR.8, BL.A38/I,  
SC.C, ET.4, AP.19, CARTIER OSTROVENI,  
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(54) INSTALAȚIE CU CAMERĂ DE REACȚIE NUCLEARĂ  
MODULARĂ, PENTRU PROFILAREA HIDROGENULUI,  
CU SUPORT DE PROBE RĂCIT CU AZOT LICHID,  
ȘI SISTEM MICROMETRIC DE SCHIMBARE A PROBELOR

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o instalație cu cameră de reacție nucleară modulară vidată, pentru profilarea hidrogenului, cu sistem micrometric de schimbare a probelor, și răcire cu azot lichid. Instalația conform invenției cuprinde: o cameră (1) de reacție modulară, de formă cubică, prevăzută cu patru flanșe (2) de intrare, câte una pe fiecare latură a cubului, vidarea fiind făcută prin flanșa de intrare dispusă în partea din spate. Prin flanșa din față se pot alinia sau schimba probele. În partea superioară a camerei (1) se află un mecanism (3) de reglare a poziției probelor, cu șurub micrometric, înglobând un silfon (4), un rezervor (5) din oțel inoxidabil, pentru azot lichid, și un cap rece (7) aflat în interiorul rezervorului (5), în contact termic permanent cu azotul lichid (6). În prelungirea capului rece (7), și în contact termic permanent cu acesta, este montat un suport (8) multi-probă, din cupru electrolic, pe care se pot fixa până la cinci probe (9) care sunt aduse, pe rând, cu ajutorul mecanismului (3) de reglare, în fața unui fascicul (10) de ioni, ce intră prin flanșa din partea dreaptă a camerei de reacție. Centrarea suportului (8), respectiv, a probelor (9) se face cu ajutorul unor piese (11) din teflon, ce ghidează suportul (8) și împiedică contactul termic al acestuia cu componentele camerei (1) de reacție.

Revendicări: 3  
Figuri: 3

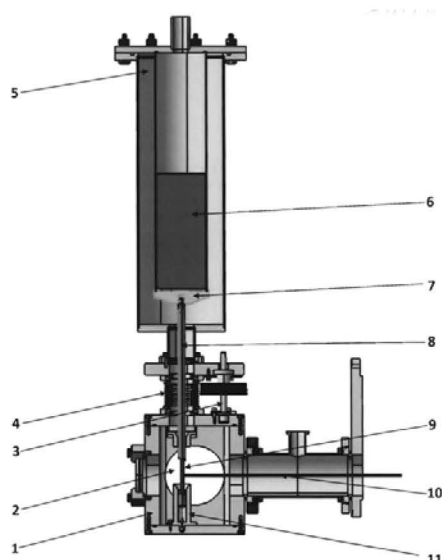


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



## **Instalație cu cameră de reacție nucleară modulară pentru profilarea hidrogenului, cu suport de probe răcit cu azot lichid și sistem micrometric de schimbare a probelor.**

### 1. Descrierea invenției:

Invenția se referă la o instalație cu cameră de reacție nucleară modulară, sistem micrometric de schimbare a probelor și răcire cu azot lichid a suportului pentru probe, destinată detecției și profilării hidrogenului prin metode de tip IBA (Analiză cu Fascicule de Ioni - Ion Beam Analysis) [1, 2, 3] în diverse materiale utilizate în domeniile ale fizicii nucleare și materialelor.

### 2. Domeniul de aplicație a invenției:

Instalația se folosește la profilarea hidrogenului în diferite materiale. Hidrogenul se găsește practic oriunde, dar, cel mai important, se regăsește în aproape toate materialele, având efecte dramatice asupra proprietăților electrice [4], chimice și mecanice ale acestora. De exemplu, prezența hidrogenului în oțel crește friabilitatea acestuia; friabilitatea datorată hidrogenului se produce prin pătrunderea și fixarea acestuia în rețeaua metalică, fapt ce conduce la modificarea și apariția unor imperfecțiuni ale rețelei ce provoacă fisurarea sau amplifică defectele deja existente în structură.

Un domeniu important de aplicare a invenției este fuziunea nucleară, importanța domeniului fiind exprimată în obiectivele programului european de fuziune. Un aspect extrem de important în proiectarea reactoarelor de fuziune este reprezentat de selecția și studiul materialelor convenabile pentru dezvoltarea unor astfel de facilități. Metoda NRA (Analiza prin Reacții Nucleare – Nuclear Reactions Analysis) [5, 6] este o metodă nucleară ce permite obținerea concentrației versus distribuția în adâncime a elementelor chimice din filme subțiri solide.

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

*D. Panțelică*

Ing. Gabriel DUMITRU

*G. Dumitru*

Dr. Horia PETRAȘCU

*H. Petrașcu*

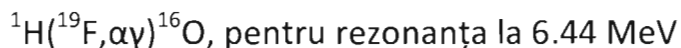
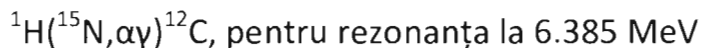
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

*P. Ionescu*

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

*M. Drăcea*

Două exemple de reacții nucleare de rezonanță tipice pentru profilarea hidrogenului sunt următoarele [7, 8, 9]:



Filmele subțiri preparate prezintă o distribuție non-uniformă a hidrogenului în adâncime, în sensul că aceasta descrește cu adâncimea. O pierdere de hidrogen, cu toate că este în proporție mult mai mică, este deasemenea indusă de bombardamentul probei cu ioni. Filmele mai prezintă și o ușoară pierdere de carbon, după cum arată spectrometria cu protoni retroîmprăștiați, datorată "călirii" probelor în vid înalt. Profilarea în adâncime a hidrogenului în probele "călite" reprezintă un indiciu al cantității carbonului la interfața film-substrat.

### 3. Stadiul actual al tehnicii mondiale:

În scopul profilării hidrogenului se folosesc pe scară largă camere de reacție de uz general, fără posibilități de răcire a probelor analizate. Aceste camere asigură o precizie medie a rezultatelor obținute, comparativ cu cele ce se obțin utilizând instalația prezentată. De asemenea, majoritatea camerelor de reacție de uz general nu au suport multiplu pentru probe, necesitând deschiderea acestora după fiecare probă analizată, pentru înlocuirea probei. Mai mult, suportul pentru probe în aceste camere este de cele mai multe ori fix, nepermițând ajustarea fină a poziției probei în raport cu fascicolul incident de ioni.

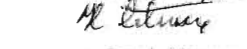
În momentul de față autorii nu au cunoștință de existența unor camere de reacție dedicate pentru detecția și profilarea hidrogenului, cu suport multi-probă mobil și răcit la temperaturi apropiate de cea a azotului lichid.

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

  
Ing. Gabriel DUMITRU



Dr. Horia PETRAȘCU

  
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU



Fiz. Maria Diana DRĂCEA



#### 4. Scopul invenției:

Analiza hidrogenului este dificilă, sau chiar imposibilă, pentru majoritatea tehnicilor de caracterizare uzuale. Analiza prin raze X sau microscopie electronică funcționează pentru majoritatea elementelor din tabelul lui Mendeleev, dar hidrogenul rămâne în afara domeniului acestor două tehnici. În principiu SIMS (Spectrometrie de Masă cu Ioni Secundari-Secondary Ion Mass Spectrometry) poate analiza elemente din întreg Tabelul Periodic, dar analiza cantitativă a hidrogenului rămâne adesea foarte dificilă. Din această cauză, tehnicile IBA sunt deosebit de importante, întrucât cuantificarea hidrogenului utilizând aceste tehnici se caracterizează printr-o mare sensibilitate. Scopul invenției este de a crește acuratețea măsurătorilor de profilare a hidrogenului, prin metode IBA, răcind proba în timpul analizei. În sprijinul acestei metodici a fost utilă construirea unei camere de reacție cu suport multi-probă răcit cu azot lichid. Difuzia hidrogenului este limitată dacă probele conținând hidrogen sunt menținute la temperaturi joase în timpul măsurătorilor. Astfel, chiar dacă inițial fasciculul de ioni incident pe probă provoacă difuzia locală a hidrogenului sau a altor elemente ușoare, atomii difuzați sunt rapid înghețați.

#### 5. Expunerea invenției.

Problema pe care o rezolvă invenția este răcirea probelor la o temperatură apropiată de cea a azotului lichid ( $-196^{\circ}\text{C}$ ), într-o incintă vidată la vid înalt ( $10^{-7}$  mbar), cu posibilitatea măsurării (schimbării) mai multor probe într-un ciclu complet de măsurare.

Camera de reacție propriu zisă, a cărei secțiune este prezentată în Figura 1, este o construcție cubică din duraluminiu (1). Forma cubică a fost aleasă pentru modularitate, pentru ca elementele ce se atașează sau se vor putea atașa în viitor, în funcție de necesități, să fie practic nelimitate (flanșe oarbe, reducții, tronsoane, etc.). Datorită formei, modernizarea sau modificările se vor putea face mult mai ușor. Camera este prevăzută cu două flanșe de intrare DN 63 ISO opuse. Prin cea din partea dreaptă camera este conectată la

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

*D. Pantelica*  
Ing. Gabriel DUMITRU

*G. Dumitru*

Dr. Horia PETRAȘCU

*H. Petrascu*  
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

*P. Ionescu*

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

*M. D. Drăcea*

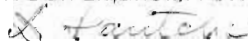
extensia experimentală prin intermediul unui tronson DN 63 ISO izolat din punct de vedere electric și o reducere excentrică DN 160 ISO – DN 63 ISO. În partea stângă este montat un detector.

Vidarea se face printr-o flanșă de intrare DN 100 ISO aflată în partea din spate (2). În partea din față este prevăzută o flanșă de intrare DN 100 ISO, prin care se pot alinia sau schimba probele. Valoarea vidului este  $10^{-7}$  mbar. Vidarea preliminară se face cu ajutorul unei pompe uscate, fără ulei, iar vidul înalt se obține cu o pompă turbomoleculară cu viteza de aspirație de aproximativ 450 l/s pentru  $N_2$ .

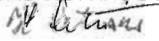
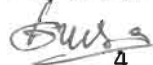
În partea superioară este montat un mecanism de reglare cu șurub a poziției probelor (3), mecanism ce înglobează un burduf (silfon) ultraflexibil din oțel inoxidabil (4). Deasupra mecanismului de reglaj este montată un rezervor cu azot lichid (5) (vas Dewar) din oțel inoxidabil cu capacitatea de aproximativ 5 litri. În interiorul rezervorului cu azot se află capul rece (7) (din cupru electrolitic), în contact permanent cu azotul lichid (6). În prelungirea capului rece (în contact permanent cu acesta) este montată o tijă din cupru electrolitic (8), pe care sunt fixate cinci probe (9). Dimensiunile maxime ale unei probe sunt de  $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ . Pentru un bun contact termic cu tija de răcire, fixarea acestora se face prin presare. Probele sunt răcite la temperatura azotului lichid datorită contactului direct cu tija, respectiv capul de răcire și azotul lichid. Cu ajutorul mecanismului de reglaj cele cinci probe sunt aduse, pe rând, în fața fasciculului (10) cu o precizie de 5 microni.

Centrarea tijei de răcire, respectiv a probelor, se face cu ajutorul unor piese din teflon care susține tija de răcire, fără a avea contact termic cu elementele de susținere/centrare din camera de reacție (11).

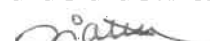
Dr. Dan Emanoil.PANTELICĂ

  
Ing. Gabriel DUMITRU

Dr. Horia PETRAȘCU

  
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

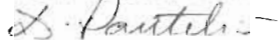


## 6. Prezentarea avantajelor

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- Prin răcire, se asigură stabilitatea parametrilor țintelor analizate prin atenuarea migrării hidrogenului și a altor elemente ușoare din țintă din cauza supraîncălzirii locale datorate fascicolului incident pe suprafața acesteia, mai ales atunci când se utilizează fascicule de ioni grei la energii mari.
- Prin mecanismul de reglaj, se poate opera măsurătoarea a maxim cinci probe consecutiv. În cazul în care s-ar lucra cu o singură probă, după măsurătoare (circa 1 oră), pentru a fi înlocuită, ar trebui ca proba să fie lăsată să se încălzească (câteva ore). În acest scop, ar trebui evacuat azotul lichid din rezervor și lăsat tot ansamblul să atingă temperatura camerei. După încălzire trebuie introdus gaz (azot sau argon pur) în cameră după care se procedează la schimbarea probei. Dacă proba, tija, capul rece și întreg interiorul rezervorului de azot lichid nu s-ar încălzi la temperatura camerei, pe aceste componente s-ar condensa vaporii și impuritățile (hidrocarburi, etc.) din atmosferă, ceea ce ar îngreuna procesul de vidare și ar duce la contaminarea probelor. Prin posibilitatea schimbării probelor în vid acest dezavantaj major este înlăturat și productivitatea crește, fiind necesar un singur ciclu de răcire-încălzire la 5 probe, cu îmbunătățirea corespunzătoare a randamentului. În general, într-o zi de lucru obișnuită nu se analizează mai mult de 5 probe, de aceea s-a optat pentru un suport care să acomodeze 5 probe la un ciclu de măsurare.

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ



Ing. Gabriel DUMITRU



Dr. Horia PETRAȘCU



Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU



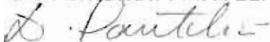
Fiz. Maria Diana DRĂCEA



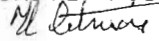
## Bibliografie

1. J. F. Ziegler, C. P. Wu, P. Williams, C. W. White, B. Terreault, B. M. U. Scherzer, R. L. Schulte, E. J. Schneid, C. W. Magee, E. Ligeon, J. L.'Ecuyer, W. A. Lanford, F. J. Kuehne, E. A. Kamykowski, W.O. Hofer, A. Guivarc'h, Profiling hydrogen in materials using ion beams Nucl. Inst. and Meth., 149, 1978, 19.
2. J. F. Ziegler, M. D. Ziegler, J. P. Biersack, The Stopping and Range of Ions in Matter, SRIM – Version 2008.04, [www.SRIM.org](http://www.SRIM.org)
3. F. Rauch, D. Kuhn, W. Wagner, Hydrogen profiling using MEV ion beams, International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, 19, 1-4, 1991, 939.
4. D. C. Ingram, A. W. McCormick, The effect of Mev ion irradiation on the hydrogen content and resistivity of direct ion beam deposited diamondlike carbon Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res., B 34, 1988, 68.
5. D. A. Liech, T. A. Tombrello, A technique for measuring hydrogen concentration versus depth in solid samples Nucl. Inst. and Meth., 108, 1973, 67.
6. W. A. Lanford, H. P. Trautvetter, J. F. Ziegler and J. Keller, New precision technique for measuring the concentration versus depth of hydrogen in solids, J. Appl. Phys. Lett., 28, 9, 1976, 566.
7. J. P. Thomas, M. Fallavier, J. Tousset, Hydrogen mobility under beam impact when using the  $1\text{H}(15\text{N}, \alpha)\text{ }^{12}\text{C}$  nuclear reaction for material analysis Nucl. Inst. and Meth., 187, 1981, 573.
8. L. Westerberg, L. E. Svensson, E. Karlsson, M. W. Richardson, K. Lundstrom, Stable absolute calibration standards for hydrogen profile analysis using nuclear resonance techniques Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res., B 9, 1985, 49.
9. M. Wilde, K. Fukutani, Hydrogen detection near surfaces and shallow interfaces with resonant nuclear reaction analysis, Surface Science Reports, 69, 4, 2014, 196.

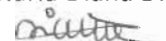
Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

  
Ing. Gabriel DUMITRU

Dr. Horia PETRAȘCU

  
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

Fiz. Maria Diana DRĂCEA



5/91 24.11.2015  
J/32) 25.11.2015 (25)

## Revendicări

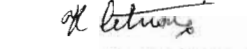
1. Cameră de reacție modulară, vidată (1), cu mecanism de reglaj al poziției probelor (3) cu silfon (4) și sistem de răcire a probelor (9) cu rezervor de azot lichid (5), care prin contactul între azotul lichid (6), capul de răcire (7) respectiv tija de răcire (8) caracterizată prin aceea că asigură răcirea la o temperatură apropiată de cea a azotului lichid și posibilitatea reglajului poziției probelor.
2. Cameră de reacție modulară (figura 3), conform revendicării de la punctul 1, caracterizată prin construcția de formă cubică, prevăzută cu două intrări DN 100 ISO diametral opuse, două intrări DN 63 ISO perpendiculare pe cele două enunțate anterior și o intrare DN 40 ISO excentrică perpendiculară pe planul format de primele 4 intrări caracterizată prin aceea că are o construcție modulară.
3. Mecanism de reglaj cu șurub (3), conform revendicării de la punctul 1 cu silfon și coloane caracterizat prin precizia reglajului de 0,005 mm.

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

  
Ing. Gabriel DUMITRU



Dr. Horia PETRAȘCU

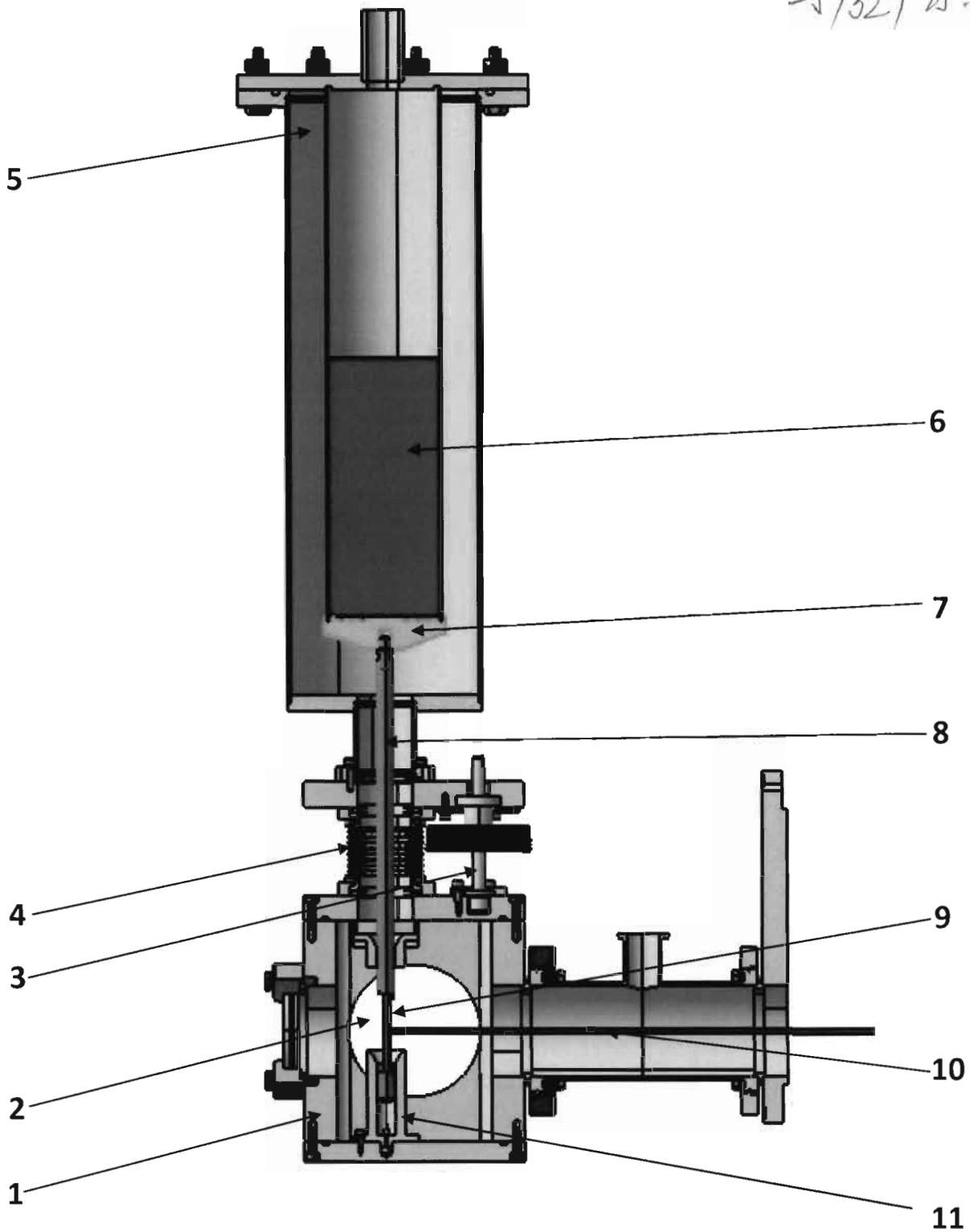
  
Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU



Fiz. Maria Diana DRĂCEA







**Figura 1—Secțiune prin instalație**

1—Cameră de reacție, 2—Orificiu pentru vidare, 3—Mecanism pentru reglajul poziției probelor, 4—Silfon ultraflexibil, 5—Capcană de azot lichid, 6—Azot lichid, 7—Cap rece, 8—Tijă de răcire, 9—Probe, 10—Fascicul, 11—Piesă de centrare.

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

*D. Pantelica*

Dr. Horia PETRAȘCU

*H. Petrașcu*

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

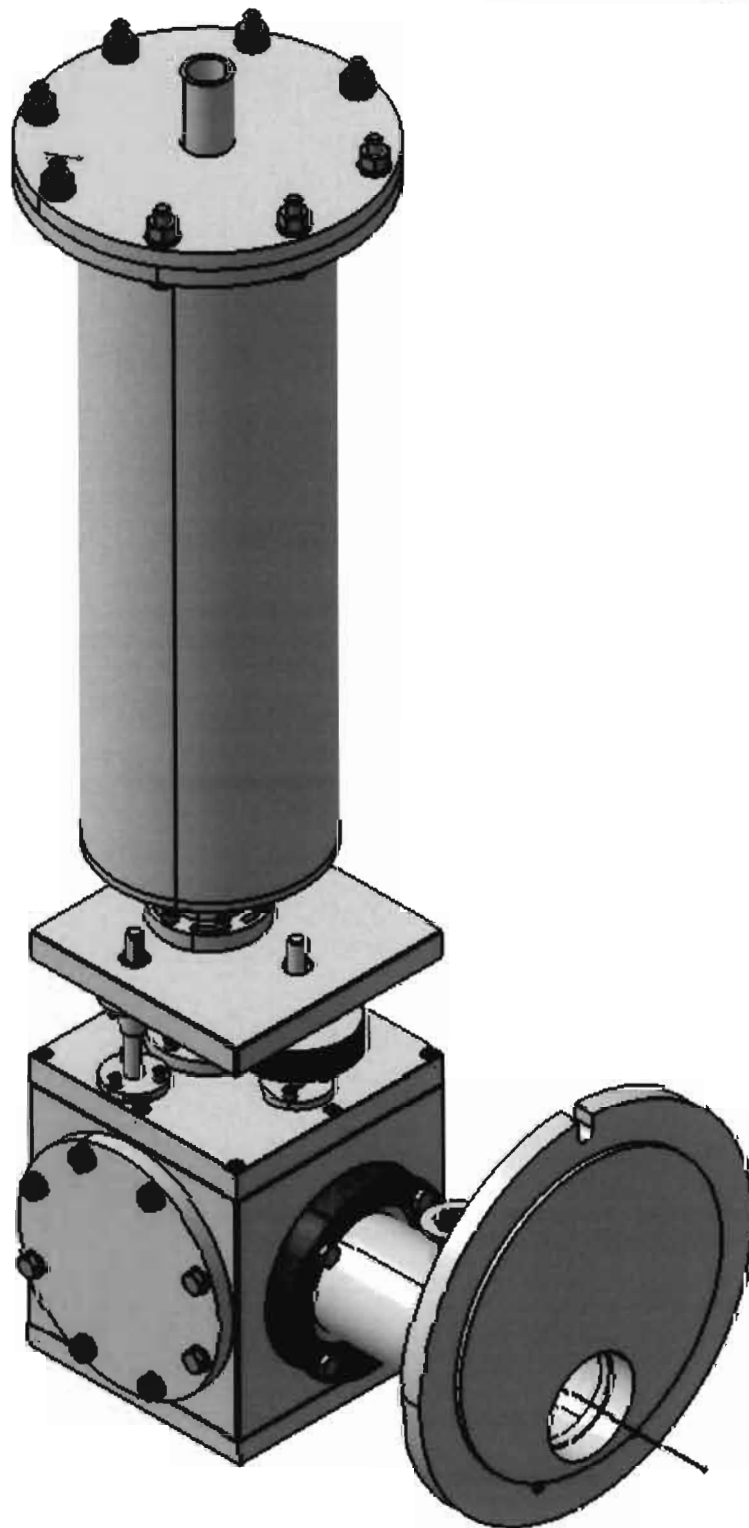
*M. Drăcea*

Ing. Gabriel DUMITRU

*G. Dumitru*

Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

*P. Ionescu*



**Figura 2—Vedere isometrică a instalației**

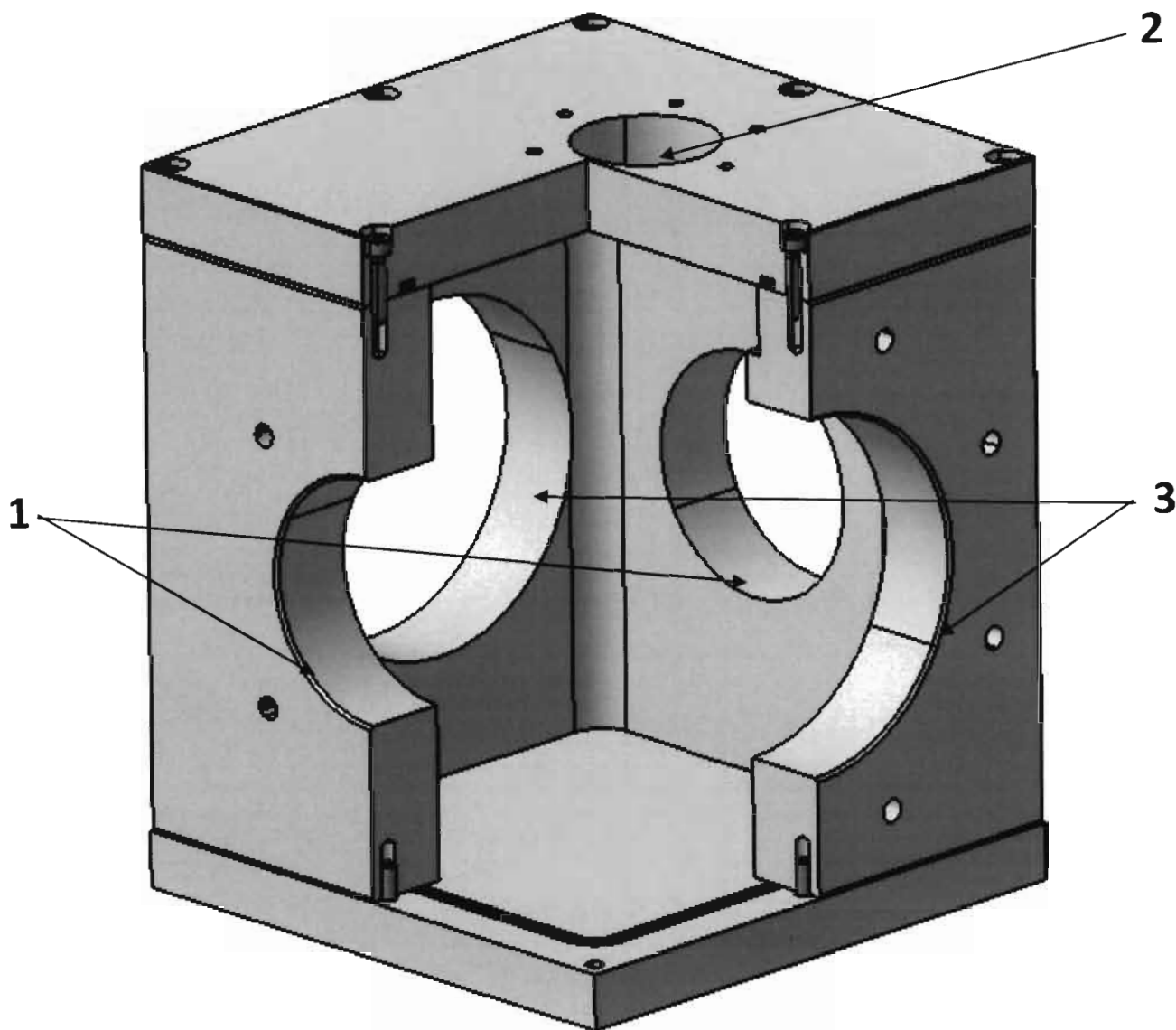
Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

Dr. Horia PETRAȘCU

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

Ing. Gabriel DUMITRU

Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU



**Figura 3—Secțiune prin camera de reacție modulară**

1—Flanșe de intrare DN 63 ISO

2—Flanșă de intrare DN 40 ISO

3—Flanșe de intrare DN 100 ISO

Dr. Dan Emanoil PANTELICĂ

*D. Pantelica*

Dr. Horia PETRAȘCU

*H. Petrascu*

Fiz. Maria Diana DRĂCEA

*M. Drăcea*

Ing. Gabriel DUMITRU

*G. Dumitru*

Ing. Fiz. Paul Alexandru IONESCU

*P. Ionescu*