

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2022 00457

(22) Data de depozit: 28/07/2022

(41) Data publicării cererii:  
29/11/2022 BOPI nr. 11/2022

(71) Solicitant:  
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE  
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA  
MATERIALELOR, STR.ATOMIȘTILOR  
NR.405 BIS, CP MG7, MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:  
• BULAT ȘTEFAN, STR. GORASLĂU  
NR.12A, MĂGURELE, IF, RO;  
• KUNCSER ANDREI, STR.MĂRGEANULUI  
NR.50, BL.M125, BUCUREȘTI, B, RO

(54) INSTALAȚIE AUTOMATIZATĂ PENTRU MENȚINEREA  
ÎN ATMOSFERĂ CONTROLATĂ A MATERIALELOR  
DE INVESTIGAT PRIN MICROSCOPIE ELECTRONICĂ  
DE TRANSMISIE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o instalație automatizată pentru menținerea în atmosferă controlată a materialelor de investigat prin microscopie electronică de transmisie. Instalația, conform invenției, cuprinde trei camere (1, 2, 3) cilindrice folosite pentru stocarea probelor, camerele fiind prevăzute cu câte un element de încălzire și comunicând, prin intermediul unor tubulaturi (5), cu câte o electrovalvă (4), care comunică la rândul ei, prin intermediul unor tubulaturi (7), cu un agregat cu vid, una dintre camere fiind conectată la o sursă de gaz inert, iar o unitate de control (10) fiind prevăzută pentru a controla elementele de încălzire și electrovalvele.

Revendicări: 2  
Figuri: 2

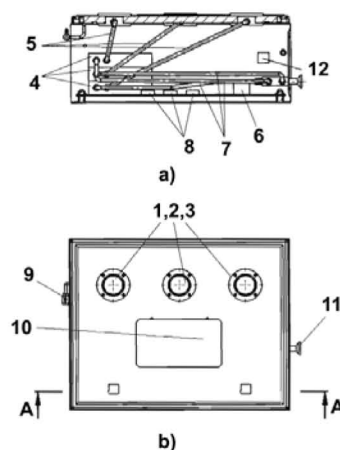


Fig. 1



**Instalatie automatizata pentru mentinerea in atmosfera controlata a materialelor de  
investigat prin Microscopie Electronica de Transmisie**

Revendicari: 2

Figuri: 2



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr. ....	a 2022 0457
Data depozit .....	28-07-2022

20

## Descrierea invenției

Invenția se referă la o instalație compactă și multifuncțională de mentinere a unei game largi de materiale de investigat prin Microscopie Electronică de Transmisie. Materialele de investigat pot fi atât sub forma unor probe transparente la electroni gata de a fi folosite în microscopul electronic prin transmisie (numite în continuare specimene de microscopie) precum și sub forma unor materiale ce urmează a fi prelucrate în vederea obținerii de specimene de microscopie.

Sisteme pentru mentinerea speciemenelor de microscopie în mediu controlat există comercial și au ca scop minimizarea efectelor de contaminare a speciemenelor de-a lungul trecerii timpului, ca urmare a unei depozitari în mediu atmosferic.

Sunt de menționat sistemele pentru mentinerea în vid a speciemenelor de microscopie montate în port-proba microscopului electronic, precum: stație de pompare pentru port-probe produsă de PIE Scientific (PIE Scientific TEM Storage Station), stațiile de pompare Model 9020 și Model 9030 produse de Fischione. Majoritatea acestor tipuri de sisteme sunt configurate pentru aplicarea de presiune scăzută, cele mai avansate dintre ele permitând și controlul temperaturii.

Pe de altă parte, există sisteme exicatorie (ex. seria produsă de SICCO) care pot menține diverse materiale în mediu cu presiune scăzută (vid), temperatura controlabilă, mediu de gaz inert. După cunoștința inventatorilor, aceste sisteme sunt configurate pentru aplicarea a cel puțin două dintre condițiile de mediu controlat enumerate mai sus.

Instalațiile prezentate mai sus prezintă probleme esențiale legate de domeniul de aplicabilitate, de multifuncționalitate precum și de posibilitatea unui control de la distanță. După cunoștința inventatorilor aparatele comerciale din domeniul de aplicabilitate al invenției prezintă una sau cel puțin două dintre capacitățile de a susține un mediu controlat (fie presiune scăzută, fie gaz inert fie temperatura ridicată). De asemenea, sistemele comerciale existente în domeniul de aplicabilitate al invenției, deși prezintă un anumit grad de automatizare, nu pot fi controlate de la distanță.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

1. Construcție simplă și compactă
2. Automatizare prin Raspberry Pi a electrovalvelor și a elementelor de încălzire, ceea ce permite controlul de la distanță al instalației.
3. Posibilitatea menținerii materialelor de interes într-un mediu controlat complex, atât la presiune scăzută și temperatura ridicată precum și în atmosfera de gaz inert
4. Condițiile de atmosferă controlată pot fi aplicate atât simultan cât și individual.



5. Pot fi folosite atat specimene gata pregatite pentru introducerea in miscoscopul electronic de transmisie cat si diverse materiale aflate in etape premergatoare obtinerii specimenelor de microscopie electronica.

În continuare se dau 2 exemple de aplicare a inventiei inclusiv cu referire la figurile: **Fig1**- reprezentare schematica în vedere laterala (a) și vedere de sus (b) a instalatiei automatizate pentru mentinerea in atmosfera controlata a materialelor de investigat prin Microscopie Electronica; **Fig2** - Interfata grafica a instalatiei automatizate pentru mentinerea in atmosfera controlata a materialelor de investigat prin Microscopie Electronica de Transmisie

Instalatia automatizata pentru mentinerea in atmosfera controlata a materialelor de investigat prin Microscopie Electronica de Transmisie (Fig1), conform inventiei este compusa din urmatoarele: 3 camere cilindrice prevazute cu geam de sticla și 3 elemente de încălzire pana la o temperatura de 200 C (1,2,3), 3 electrovalve (4), o sursa de curent continuu (6), 3 relee programabile (8), modul cu tranzistori (12), robinet pentru admisia de gaz inert (9), unitate de control Paspberry Pi cu ecran tactil 7 inch (10), tubulaturi pentru admisie gaz inert și vidare (5,7). Instalatiya este prevazuta cu tubulatura necesara pentru conectarea la sursa de gaz inert și agregat de vid.

Cele 3 camere cilindrice (1,2,3) sunt folosite pentru stocarea probei. Camerele sunt prevazute cu cate un element de incalzire din alumina cu electrod de platina. Fiecare camera cilindrica comunica prin intermediul unor tubulaturi (5) cu cate o electrovalva (4) care la randul ei comunica prin intermediul unor tubulaturi (7) cu un agregat de vid compus din pompa de vid preliminara si pompa turbomoleculara. Una dintre camerele cilindrice este legata prin intermediul unui tub prevazut cu robinet (9) la o sursa de gaz inert, de exemplu Ar. Electrovalvele (4) sunt alimentate de o sursa de tensiune de 24 V (6).

Cele 3 elemente de incalzire din camerele cilindrice (1,2,3) sunt conectate la modulul de tranzistori (12) conectat la randul lui la unitatea de control (10). Cele 3 electrovalve(4) sunt conectate la 3 relee programabile (8) care la randul lor sunt conectate la unitatea de control (10). Controlul elementelor de încălzire si al electrovalvelor se face cu ajutorul ecranului tactil al unitatii de control prin intermediul unui program cu interfata grafica dezvoltat in Python (Fig2). Programul poate fi accesat inclusiv de la distanta prin intermediul protocoalelor de lucru de la distanta implementate in unitatea de control cu sistem de operare tip Linux.

Se dau in continuare doua exemple de realizare a inventiei, in legatura si cu Fig1.

**Exemplul 1.** Aplicarea inventiei pentru mentinerea a cel puțin unui material intr-un mediu controlat de presiune scazuta si temperatura ridicata.



Prin ridicarea geamului de sticla se introduce in camera cilindrica (1) un specimen de microscopie electronica sub forma unei grile de Cu cu diametrul de 3mm si prevazuta cu membrana de C. Dupa asezarea corespunzatoare a probei, prin intermediul programului cu interfata grafica se comanda vidarea camerei cilindrice (1). Tot prin intermediul programului cu interfata grafica, prin miscarea corespunzatoare a barei de control la  $\frac{1}{2}$  din cursa acestuia (Fig2) se comanda aplicarea unei tensiuni pe modulul cu relee (12). Modulul cu relee determina ridicarea temperaturii elementului de incalzire la 100C.

Astfel, proba din camera cilindrica este mentinuta in conditii de atmosfera controlata de presiune scazuta si temperatura de 100 C.

La momentul dorit, proba se scoate prin folosirea butonului Vent (Fig2). Apasarea acestui buton determina oprirea curentului din elementul de incalzire si inchiderea valvei de vid intr-o mainera controlata. Astfel, pana la inchiderea totala, valva se inchide si se deschide succesiv pentru intervale foarte scurte de timp, in scopul da proteja agregatul de vid.

**Exemplul 2.** Aplicarea inventiei pentru mentinerea a unui material intr-un mediu controlat complex, caracterizat prin presiune scazuta, temperature ridicata si flux de gaz inert.

Prin ridicarea geamului de sticla se introduce in camera cilindrica (1) un specimen de microscopie electronica sub forma unei grile de Cu cu diametrul de 3mm si prevazuta cu membrana de C. Dupa asezarea corespunzatoare a probei, prin intermediul programului cu interfata grafica se comanda vidarea camerei cilindrice (1). Tot prin intermediul programului cu interfata grafica, prin miscarea corespunzatoare a barei de control la  $\frac{1}{2}$  din cursa acestuia se comanda aplicarea unei tensiuni pe modulul cu relee (12). Modulul cu relee determina ridicarea temperaturii elementului de incalzire la 100C. Astfel, proba din camera cilindrica este mentinuta in conditii de atmosfera controlata de presiune scazuta si temperatura de 100 C.

Prin deschiderea robinetului (9) catre sursa de Ar este asigurat un flux continuu si mic de Ar.

Astfel, proba din camera cilindrica este mentinuta in conditii de atmosfera controlata de presiune scazuta, mic flux de Ar si temperatura de 100 C.

La momentul dorit, proba se scoate prin folosirea butonului Vent (Fig2). Apasarea acestui buton determina oprirea curentului din elementul de încălzire si inchiderea valvei de vid intr-o mainera controlata. Astfel, pana la inchiderea totala, valva se inchide si se deschide succesiv pentru intervale foarte scurte de timp, in scopul da proteja agregatul de vid. Dupa inchiderea totala a valvei, se inchide robinetul (9) catre sursa de gaz inert.



**Revendicari:**

1. Instalatie automatizata pentru mentinerea in mediu controlat a materialelor de investigat prin Microscopie Electronica de Transmisie, avand in alcatuire 3 camere cilindrice (1,2,3) care comunica prin 3 e electrovalve (4) si un sistem de tubulaturi (5,7) cu o statie de vid. Cei trei cilindri au partea superioara detasabila in vederea introducerii materialului si **sunt caracterizati prin aceea ca** fiecare prezinta cate un element de incalzire (1,2,3) si comunica cu o electrovalva (4) ce pot fi controlate prin intermediul unei unități de control (10) atat local cat si de la distanta.
2. Instalatie automatizata pentru mentinerea in atmosfera controlata a materialelor de investigat prin Microscopie Electronica de Transmisie conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** cel putin un material de interes poate fi supus unui mediu controlat complex, alcatuit din: presiune scazuta, temperatura crescuta si/sau atmosfera de gaz inert.



16

Figuri

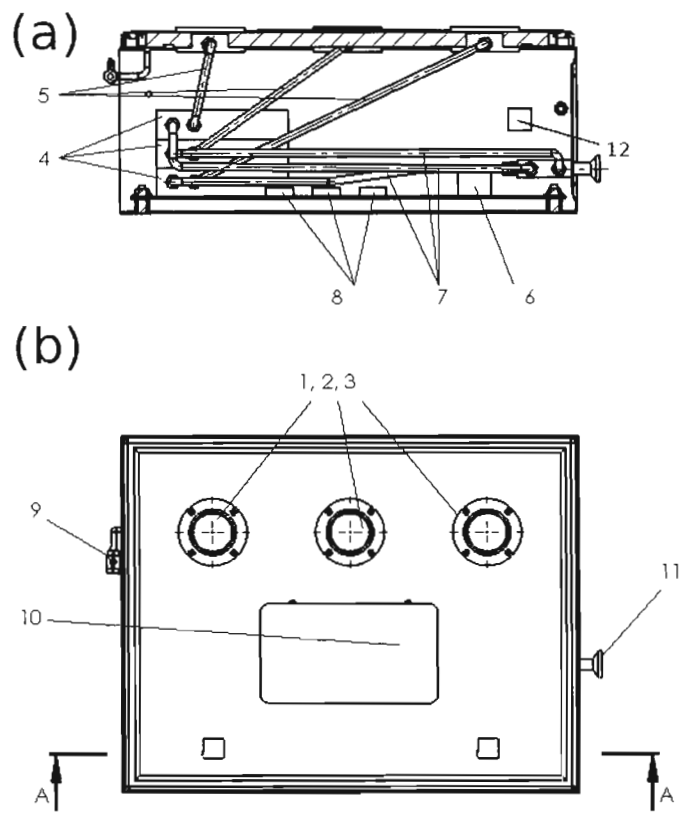


Fig1

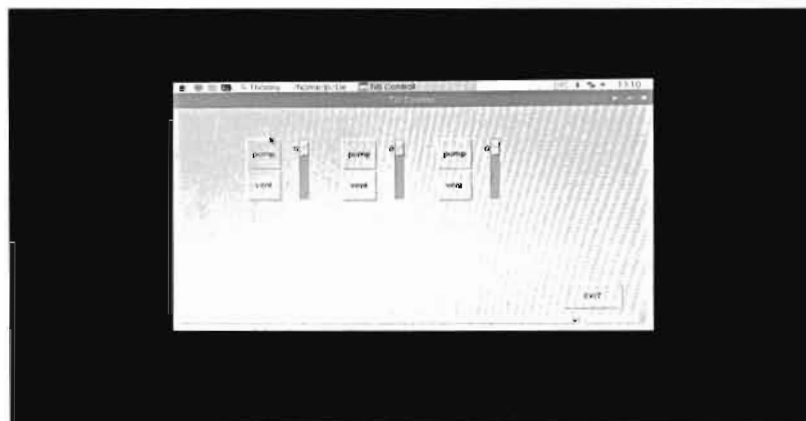


Fig2

