



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2023 00702

(22) Data de depozit: 16/11/2023

(41) Data publicării cererii:  
30/04/2024 BOPI nr. 4/2024

(71) Solicitant:  
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
TEHNOLOGII CRIOGENICE ȘI IZOTOPICE,  
STR.UZINEI NR.4, RÂMNICU-VÂLCEA, VL,  
RO

(72) Inventatori:  
• VARLAM CARMEN, STR.VASILE  
OLANESCU, NR.14, BL.C10, SC.B, AP.13,  
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;  
• FAURESCU ALEXANDRU IONUȚ,  
ALEEA BRADULUI, NR.3, BL.C4, SC.C,  
AP.6, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;

• SPIRIDON ȘTEFAN IONUȚ,  
STR.COPACELU, NR.6,  
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;  
• VAGNER IRINA-MONICA, STR.REGINA  
MARIA, NR.4, BL.COZIA, SC.D, AP.15,  
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;  
• CHITU ALIN MUGUREL,  
STR.OSTROVENI 1, BL.A23, SC.D, AP.18,  
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;  
• BOGDAN DIANA MARIA, STR.EROILOR,  
NR.5, BL.A17, SC.D, AP.25, RÂMNICU  
VÂLCEA, VL, RO;  
• JIANU CĂTĂLIN CONSTANTIN,  
STR.CALEA LUI TRAIAN, NR.144, BL.4,  
SC.C, AP.10, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;  
• FAURESCU MARIA DENISA,  
ALEEA BRADULUI, NR.3, BL.C4, SC.C,  
AP.6, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(54) INSTALAȚIE DE ÎMBOGĂȚIRE A TRITIULUI ÎN PROBE DE  
APĂ UTILIZÂND ANSAMBLUL MEMBRANĂ ELECTROZI 5  
STRATURI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o instalație de îmbogățire a tritiului în probe de apă utilizând un ansamblu compus din membrană și electrozi în 5 straturi și la un procedeu de îmbogățire a tritiului utilizând instalația. Instalația conform invenției este constituită din următoarele părți componente:

- 1) o celulă de îmbogățire a tritiului în probe de apă care conține un ansamblu membrană - electrozi în 5 straturi care utilizează o membrană Nafion 115 cu suprafața de 25 cm<sup>2</sup>, electrozi de platină și iridiu, de concentrații de 1 mg Pt/cm<sup>2</sup> pentru catod și de 2 mg Ir/cm<sup>2</sup> pentru anod, peste care s-au presat două straturi de textile rigide din fire de carbon pentru difuzia gazelor, celula având următoarele caracteristici tehnologice: tensiunea aplicată este de maxim 2,1 V, intensitatea curentului pe ansamblul membrană - electrozi este de maxim 5,6 A, iar rezervorul celulei are 30 cm lungime, 7,5 cm diametrul interior și un volum de 1,3 litri
- 2) un ansamblu schimbător de căldură - condensator cu rol de reîntoarcere a vaporilor de apă în probă atașat ansamblului celulei în zona superioară,
- 3) un colector de probă cuplat la o pompă de vid poziționat în partea inferioară a celulei,
- 4) o linie de evacuare a gazelor de proces și
- 5) o linie de purjare cu azot gaz având dublu rol de inertizare a întregului ansamblu și respectiv de asigurare a evacuării complete a probei de apă îmbogățită cu tritiu.

Procedeul de îmbogățire conform invenției constă în utilizarea celulei de electroliză pentru reîntoarcerea vaporilor de apă în rezervorul celulei, exploatată în condiții blânde de reacție la presiune atmosferică și la temperatură de până la 45°C

Revendicări: 3  
Figuri: 3

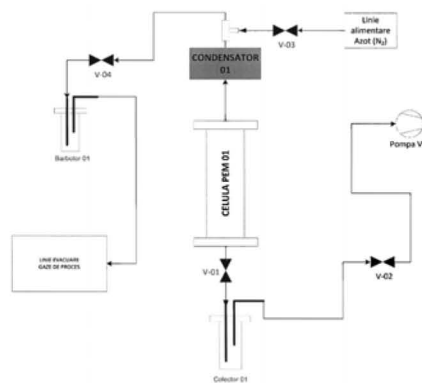


Fig. 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, 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 de îmbogățire a tritiului în probe de apă utilizând  
Ansamblul Membrana Electrozi 5 straturi**

Prezenta invenție se referă la o instalație de îmbogățire a tritiului în probe de apă utilizând un ansamblu compact format dintr-o membrană schimbătoare de protoni, cu o dispunere a electrozilor săi între două straturi de textil rigid din fibre de carbon, favorizând difuzia gazelor și lichidului prin întreaga secțiune a ansamblului. Procedul de obținere a hidrogenului din apă utilizând o membrană schimbătoare de protoni este bine cunoscut și studiat încă din anii '80 [1], ultimele cercetări punând accentul pe optimizarea acestui proces de obținere a unui debit cât mai mare de hidrogen. Procesul în sine presupune completarea continuă cu apă a unui volum de lucru pe măsura ce molecula de apă este descompusă.

Instalația propusă în această invenție urmărește produsul rezidual al procesului de obținere al hidrogenului, apa rămasă după spargerea moleculei de apă, de aceea procedul de lucru operează ansamblul ce conține membrana complet scufundată în apă, condițiile de reacție fiind blande, temperatura probei de apă nu depășește 45°C și reacția are loc la presiune atmosferică cu pierderi din proba de apă neglijabile. Acestea sunt foarte scăzute datorită folosirii unui ansamblu schimbător-condensator cu reîntoarcere a vaporilor de apă concentrați în tritiiu, în partea superioară a instalației, care nu induce cădere de presiune în instalație.

Este cunoscut faptul că tritiul este izotopul radioactiv al hidrogenului cu utilizări versatile de la studiile atmosferice, la studiile hidrogeologice, sau autentificare a produselor naturale, important fiind de asemenea și programul de monitorizare a obiectivelor nucleare, la Cernavodă existând singurele reactoare cu apă grea din Europa. Domeniul de măsurare este foarte variat, de la valori ridicate ce necesită diluție, la valori scăzute ce necesită o îmbogățire preferențială a acestui izotop. Ținând cont de numărul mare de probe necesare unor astfel de investigații, tehnica de măsurare adoptată este cea a scintilației lichide, cu limitările sale analitice pentru activitățile scăzute. Schimbările apărute în legislație cu impact asupra calității cocktail-ului de scintilație, dar și anunțul furnizorului de spectrometre cu scintilație de a scoate de pe piață spectrometrul cu scintilație de nivel scăzut de tip Quantulus 1220 care este folosit frecvent în analiza nivelului de tritiiu în mediu, impun necesitatea îmbogățirii tritiului.

Pentru îmbogățirea electrolitică alcalină a tritiului în probe de apă, echipamentul de bază constă în celule de electroliză, unitate de răcire, alimentare cu curent continuu, echipament de distilare, balanțe de precizie pentru cântărirea celulelor, sticle etanșe de stocare, substanțe chimice (în principal  $\text{Na}_2\text{O}_2$  și  $\text{PbCl}_2$ ) și alte accesorii standard existente în laboratoare. Un

*[Handwritten signatures and a circular stamp]*

echipament clasic de îmbogățire electrolytică folosește un volum fix al celulelor de 250 ml sau 500 ml ce sunt conectate în serie și sunt introduse într-o încălțată cu temperatură controlată de sub 5°C. Celulele utilizează perechi de electrozi metalici. Peroxidul de sodiu ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ) se adăugă în proba distilată inițial (conductivitatea sub 50  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) pentru a crește conductivitatea electrică. Când se trece curentul prin electrozi, molecula de apă este descompusă rezultând  $\text{H}_2$  și  $\text{O}_2$  gaz preferențial îmbogățit în izotopii ușori ai acestora, în timp ce, în lichidul rezidual molecula de apă tritiată este preferențial și exponențial concentrată. Apa reziduală conținând și NaOH este neutralizată (utilizând  $\text{CO}_2$  sau  $\text{PbCl}_2$ ) și distilată pentru a îndepărta sărurile, urmată apoi de adăugarea cocktail-ului de scintilație pentru măsurarea cu spectrometrul cu scintilație lichidă.

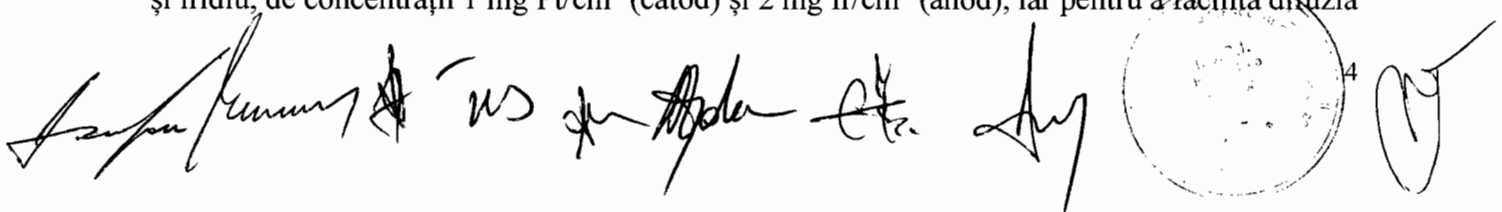
Sunt câteva constrângeri privind utilizarea îmbogățirii clasice electrolytice alcaline. Unul din dezavantaje este volumul mare de muncă necesar îndeplinirii procedurilor de întreținere, de cântărire gravimetrică foarte precisă, de spălare și uscare a celulelor și electrozilor. Un alt dezavantaj major este utilizarea și apoi stocarea în siguranță a substanțelor chimice periculoase utilizate la electrolyză și/sau neutralizare. Uneori necesitatea îmbogățirii de cât mai multe ori a probei de apă, impune reduceri extreme ale volumului probei, dar acest lucru este împiedicat de solubilitatea electrolytului la suprasaturare, acest fenomen apărând în stadiul final al electrolyzei. Această problemă a fost rezolvată prin completarea automată cu probă a celulelor de îmbogățire de către Kumar et al. [2]. Cu toate acestea, sistemul de îmbogățire electrolytică are alte limitări, cum ar fi: tensiunea electrică aplicată este sub 3V deoarece electrozii de oțel devin instabili într-un electrolyt cu NaOH concentrat, corodează, sau celulele își pierd din eficiență datorită otrăvirii cu ionii dizolvați ai probelor de apă, impunându-se în fapt, o pre-distilare de sub 50-100  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . În plus, condiționarea unei celule noi pentru a o forma și a menține acoperirea catalitică optimă necesită tratamente chimice și condiționări îndelungate (10-20 de cicluri pentru mai multe luni) până când ating o îmbogățire a tritiului consistentă și reproductibilă.

Membrana schimbătoare de protoni, de tipul celei pe care o folosim în celula de îmbogățire electrolytică, este intens folosită, atât în celulele de combustibil cu hidrogen, cât și în procesele de electrolyza a apei, având o foarte bună stabilitate chimică și termică, o rezistență mecanică mare și o conductivitate ridicată a protonilor. Electrolyza apei utilizând membrane schimbătoare de protoni s-a realizat de către diverși cercetători și inventatori [3, 4], însă fără a se avea în vedere separarea izotopică, așa cum se intenționează în cazul de față, ci numai producerea unui debit constant de hidrogen. Nafion115 este o membrană perfluorinată

*[Handwritten signatures and a circular stamp]*

constând în macromolecule fluorinate cu mai multe lanțuri laterale conținând grupări sulfonice, utilizată în cazul de față pentru îmbogățirea H-3. În apă se comportă ca un acid puternic și este un izolator pentru electroni astfel că, ionii  $H_3O^+$  trec cu ajutorul grupărilor sulfonice de la anod la catod. Funcțional membrana joacă rolul electrolitului adăugat în îmbogățirea electrolitică clasică, aceasta utilizându-se fără a adăuga nici un fel de reactivi chimici în proba de apă. La fel ca și în îmbogățirea clasică, ionii încărcăți pozitiv migrând la catod primesc electroni din sursă externă de curent pentru a forma molecula de  $H_2$  gaz. În același timp, se formează și molecula de  $O_2$ , iar electronii cedați la formarea acesteia către anod închid circuitul.

Prima descriere a unei celule cu membrană schimbătoare de protoni pentru îmbogățirea tritiului în probe de apă din mediu a fost făcută de Murakana și Shima [5, 6]. Dispozitivul dezvoltat de aceștia se comercializează numai în Japonia sub denumirea de TRIPURE Tritium Condensation Apparatus. Acest dispozitiv se poate utiliza la valori relativ mari ale curentului (20-50 A) pentru a electroliza rapid până la 3000 mL rezultând factori de îmbogățire cuprinși între 3.5 și 8.5. Membrane PEM (Proton Exchange Membrane) de tipul Nafion au fost folosite și de cercetătorii și inventatorii de la Chalk River, Canada [7], care au încercat o îmbogățire a tritiului sau deuteriului în hidrogenul gaz amestecat cu vapori de apă, aplicând curenți slabi, însă procesul descris nu a implicat un proces de electroliză propriu-zis, cu descompunerea apei în  $H_2$  și  $O_2$ , ci mai degrabă un proces de schimb isotopic cu membrane PEM pe care s-au depus catalizatori specifici. În această instalație am propus un nou tip de dispozitiv cu membrană schimbătoare de protoni având la bază un studiu al unei celule de îmbogățire descrisă de Wassenaar Leonard et al. în lucrarea „A simple polymer electrolyte membrane system for enrichment of low-level tritium ( $^3H$ ) in environmental water samples” publicată în jurnalul Isotopes în Environmental and Health Studies [8]. Designul inițial al celulei descris în lucrarea lui Wassenaar Leonard et al. prevede pentru catod și anod, două produse furnizate de firma De Nora Perele Ltd Japonia. Catodul utilizat pentru producerea  $H_2$  are dimensiunile 2.5 x 5 x 5 mm fiind un material poros pe bază de platină. Anodul utilizat pentru producerea  $O_2$  are aceleași dimensiuni, tot dintr-un material poros fără alte detalii. În ceea ce privește membrana schimbătoare de protoni este descrisă utilizarea unei membrane standard Nafion 117 cu o grosime de 0.18 mm și capacitate de schimb mai mare de 0.90 meq/g. Pentru că aceste **tipuri de anod și catod nu se comercializează în afara Japoniei și nu au putut fi achiziționate de la alți furnizori**, ansamblul ce face parte din instalație și este obiectul prezentei invenții folosește un ansamblu membrană-electrozi comercial MEA E N115 25cm<sup>2</sup> CD de la Baltic FuelCells. Acest ansamblu conține o membrană Nafion 115, electrozi de platină și iridiu, de concentrații 1 mg Pt/cm<sup>2</sup> (catod) și 2 mg Ir/cm<sup>2</sup> (anod), iar pentru a facilita difuzia



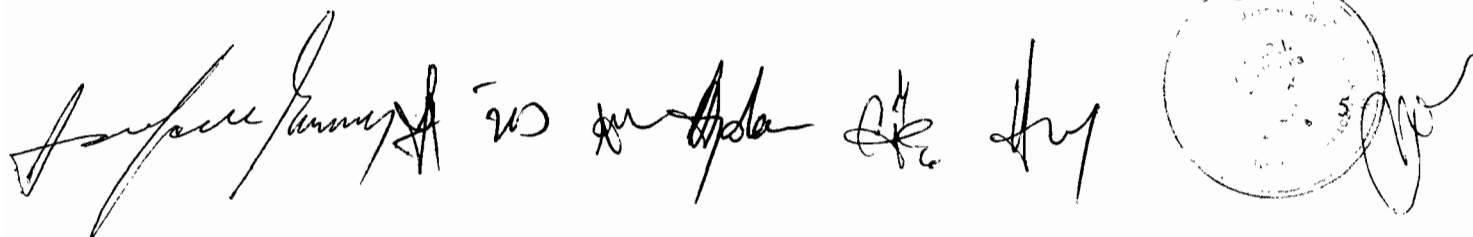
gazelor produse prin descompunerea moleculei de apă s-au presat pe ambele fețe două straturi textile rigide din fibre de carbon pentru difuzia gazelor. **Acest ansamblu membrană-electrozi-straturi de difuzie a gazelor (Ansamblul Membrană Electrozi în 5 straturi) constituie unul din elementele de noutate ale invenției propuse.**

Un alt element de noutate constă în proiectarea și realizarea unei instalații de îmbogățire a tritiului în probele de apă utilizând un ansamblu membrană-electrozi îmbunătățit cu două straturi de difuzie a gazelor. Instalația permite electroliza probei de apă cu membrană schimbătoare de protoni în condiții blânde de reacție, la temperatura probei de apă de până la 45°C și presiune atmosferică, cu reîntoarcerea reconcentratului de probă în sistem dinamic prin folosirea unui ansamblu schimbător de căldură-condensator, fără a induce cădere de presiune în secțiunea de curgere.

Pentru proiectarea celulei de îmbogățire electrolitică a tritiului prezentată în Figura 1, ce încorporează ansamblul membrana-electrozi în 5 straturi s-au avut în vedere trei criterii: materialele utilizate să fie rezistente la contaminarea cu tritiu, să fie accesibile comercial și să fie la un preț rezonabil. S-a avut de asemenea în vedere flexibilitatea în exploatare astfel încât designul ansamblului celulei să permită asamblarea/dezasamblarea pentru uscarea, curățirea sau pentru întreținere celului. Prinderea ansamblului s-a făcut cu ajutorul șuruburilor, între două flanșe de sticlotextolit. Toate părțile componente se pot dezambla, curăța și usca într-o etuvă clasică pentru a se înlătura apa rămasă de la îmbogățirea anterioară.

Toate componentele proiectate pentru ansamblul de celulă precum și pentru schimbătorul de căldură-condensator necesită fabricarea prin frezare în 3 și 5 axe deoarece geometriile sunt complexe, iar toleranțele de fabricație sunt foarte stricte. Baza celulei prezentată în Figura 2, a fost confecționată din teflon, în timp ce prinderile dintre rezervorul de apă și bază, respectiv partea superioară a dispozitivului au fost fabricate din sticlotextolit, iar schimbătorul de căldură a fost realizat din aliaj de aluminiu inert la tritiu din proba de apă.

Pentru a realiza contactul electric cu catodul, respectiv anodul celulei de îmbogățire a tritiului s-a folosit pentru colectorii de curent o plasă de inox 316 (Mesh #84) cu dimensiunile fizice de 5 x 5 cm produs de firma The Mesh Company (UK) cu următoarele caracteristici: mărimea ochiului de 0.239 mm, diametrul firului 0.063 mm și suprafața deschisă de 65%. A fost aleasă utilizarea acestei plase atât la anod cât și la catod, pentru a reduce costurile în condițiile în care datorită reactivității oxigenului eliberat la catod se recomandă utilizarea unei plase de aur. Alegerea unor colectori de curent robuști este foarte importantă pentru că regimul normal de funcționare al celulei presupune un potențial de maxim 2.1 V, nu foarte mare, dar pe perioade

The bottom of the page features several handwritten signatures in black ink, written in a cursive style. To the right of the signatures is a circular stamp, which appears to be an official seal or stamp, though the text within it is illegible. The signatures and stamp are positioned below the main body of text.

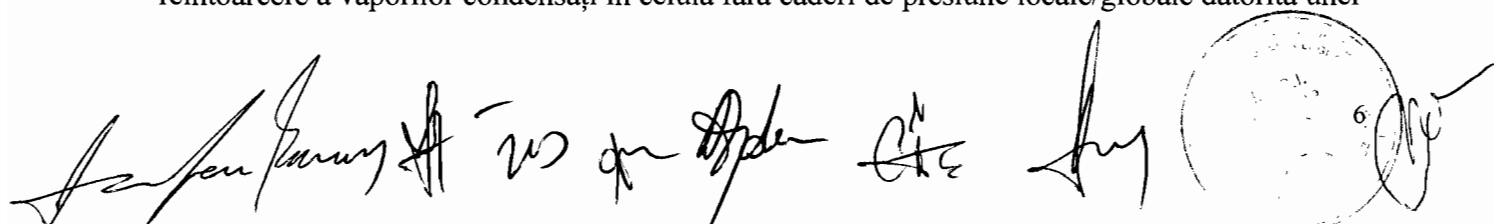
destul de lungi, minim 96 de ore, în funcție de volumul inițial al probei și factorul de îmbogățire dorit a se obține. O altă caracteristică a inoxului este aceea că nu se contaminează cu tritium în timpul îmbogățirii. La densități mari ale curentului aplicat celulei, transportul apei în interior și în același timp evacuarea  $O_2$  și  $H_2$  rezultate din funcționare sunt elemente care pot limita funcționalitatea celulei. Un exemplu clasic este blocarea apei în condițiile în care se acumulează gazele în baza celulei de îmbogățire. De aceea este foarte important ca în timpul funcționării componentele celulei să permită o permeabilitate mare a apei și gazelor, atât prin straturile de difuzie a gazelor adăugate ansamblului, cât și prin elementele de prindere care au prevăzute găuri și caneluri. Având în vedere cele arătate mai sus la designul și fabricarea componentelor celulei s-a ținut cont de factorii cheie ce pot influența performanța acestora și anume: permeabilitate și porozitate maximă, o conductivitate a curentului eficientă și rezistența la coroziune.

Pentru rezervorul celulei s-a utilizat un tub de sticlă borosilicată cu următoarele dimensiuni: 30 cm lungime, 7.5 cm diametru interior, volum 1.3 L. În cazul în care se dorește mărirea volumului se pot utiliza tuburi cu o lungime de 40 cm (1.7 L) sau 60 cm (2.6L). Pentru a crește hidrofobicitatea suprafețelor interioare și pentru a reduce aderența picăturilor de apă pe pereții rezervorului de sticlă în timpul electrolizei s-a aplicat un tratament cu un agent de hidrofobicitate (Sigmacote, Sigma-Aldrich).

**Instalația de îmbogățire a tritiului în probe de apă**, figura 3, este compusă în principal din celula de îmbogățire cu membrana-electrozi în 5 straturi, atașat ansamblului celulei în zona superioară este situat un ansamblu schimbător de căldură-condensator cu rolul de reîntoarcere a vaporilor de apă în probă, iar în partea inferioară a celulei este poziționat colectorul de probă cuplat la o pompă de vid. Instalația este de asemenea prevăzută cu o linie de evacuare a gazelor de proces și o linie de purjare cu azot gaz cu dublul rol de inertizare a întregului ansamblu și respectiv de asigurare a evacuării complete a probei de apă îmbogățită cu tritium.

Instalația prezentată în figura 3, urmărește îndeplinirea următoarelor caracteristici:

- Volumul maxim de apă preconizat a se îmbogăți este de aprox. 1.3L;
- Suprafața activă a membranei ansamblu electrozi este de  $25 \text{ cm}^2$ ;
- Sursă de alimentare a celulei are un potențial reglabil și posibilități de monitorizare și limitare a curentului absorbit de celulă astfel încât densitatea curentului să nu depășească  $0.25 \text{ A/cm}^2$ ;
- Ansamblul schimbător de căldură-condensatorul este proiectat pentru zona superioară a sistemului cu celula de îmbogățire, având ca sursa de răcire elemente Peltier și posibilitatea de reîntoarcere a vaporilor condensati în celulă fără căderi de presiune locale/globale datorită unei

The bottom of the page features several handwritten signatures in black ink, written in a cursive style. To the right of the signatures is a circular stamp, partially obscured by the ink. The stamp contains some illegible text and a central emblem or logo.

geometrii interioare complexe, asigurând pierderi minime din probă;

- Linia de evacuare a gazelor de proces este prevăzută cu un spălător de gaze tip Drechsel cu volum aprox. de 100-150 ml conectat la partea superioară a condensatorului, în care s-au plasat aproximativ 50 ml de apă distilată, pentru umidificarea gazelor și scăderea riscului de explozie;

- Linia de alimentare cu azot este prevăzută cu un robinet de reglare a debitului și este utilizată atât pentru evacuarea probei, cât și pentru curățirea și uscarea instalației după fiecare probă îmbogățită;

- Se utilizează materiale rezistente la contaminarea cu tritiiu, ușor de decontaminat, de ex. Teflon, sticlă, inox 304/316 L, etc.;

- Se utilizează pe cât posibil prinderi ușor demontabile, dar cu elemente de reproductibilitate atât a forței de strângere, cât și a poziționării;

- Volumul de probă avut în vedere a fi extras după îmbogățire variază între 30 și 50 ml;

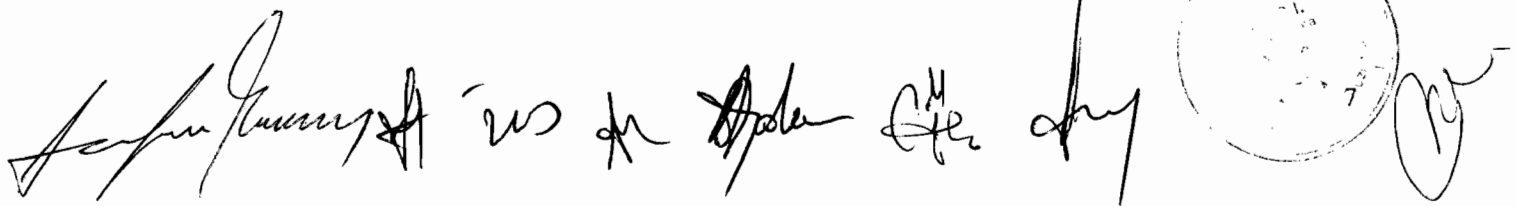
- Temperatură de funcționare celulei este de maxim 45°C.

Sistemul proiectat funcționează în circuit închis, cu un singur punct de recoltare a probei îmbogățite în tritiiu prin utilizarea unei valve de drenare a celulei, o trapă conectată la partea inferioară a dispozitivului, prevăzută cu conexiune la o linie de vid pentru a putea extrage volumul de apă rămas la finalul electrolizei.

**Avantajele** pe care le prezintă invenția constau în obținerea cu ajutorul instalației descrise a unui proces de descompunerea a moleculei de apă în condiții blânde de reacție, fără încălzirea probei și pierderea vaporilor de apă în fluxurile de hidrogen și oxigen. Perioada în care se efectuează o îmbogățire a tritiului pentru un volum de 250 ml probe de apă cu reducerea sa la 20 ml apă reziduală, este estimată la aproximativ 72 de ore. Având în vedere limitarea tensiunii aplicate la maxim 2.1 V și cantitatea de 285.8 kJ/mol [1] necesari descompunerii moleculei de apă, rata de producere a gazelor de proces este scăzută, fără pericol de a exista suprapresiune și risc de explozie. De altfel în barbotorul spălător de gaze se poate observa evacuarea acestora, iar prin scăderea tensiunii aplicate pe ansamblul membrane-electrozi în 5 straturi se poate preveni o reacție prea viguroasă dăunătoare procesului de îmbogățire a tritiului în proba de apă prin pierderea necontrolată a acesteia.

#### **Funcționarea și procedura de lucru cu Instalație de îmbogățire a tritiului în probe de apă utilizând Ansamblul Membrana Electrozi 5 straturi**

În cele ce urmează este prezentată procedura de lucru etapizată pentru utilizarea celulei de electroliză la îmbogățirea în tritiiu a probelor de apă, după cum urmează:

The bottom of the page contains several handwritten signatures in black ink. To the right of the signatures is a circular official stamp, partially obscured by a signature. The stamp contains some illegible text and a date.

1. Se tratează rezervorul de sticlă cu agent de hidrofobicitate, Sigmacote, Sigma-Aldrich;
2. Se ansamblează baza celulei de electroliză cu ajutorul componentelor din Teflon și a flanșelor de sticlotextolit, cu șuruburile din dotare. Fiecare componentă a fost în prealabil curățată și uscată. Curățarea se face prin clătirea fiecărei componente cu apă distilată de 2-3 ori și uscare în etuvă la 60 °C;
3. Se asamblează rezervorul deasupra celulei de electroliză, și se realizează strângerea controlată finală a componentelor din Teflon și a flanșelor de sticlotextolit;
4. Se adaugă un volum cunoscut de probă în rezervor, după ce probele de apă au fost în prealabil distilate;
5. Se atașează ansamblul schimbător de căldură - condensator în zona superioară a rezervorului de sticlă. Partea superioară a condensatorului este prevăzută cu un ștuț de evacuare al gazelor ce se cuplează la spălătorul de gaze. La ieșirea acestuia se atașează un furtun suficient de lung încât să permita evacuarea gazelor în atmosferă, în afara încăperii, departe de orice sursă de foc;
6. Se atașează trapa de colectare a volumului final de probă în partea inferioară a celulei de electroliză;
7. Se atașează la trapa de colectare linia de vid;
8. Se conectează firele de alimentare de la bornele "+" și "-" ale sursei de alimentare la bornele celulei de electroliză, acordându-se o atenție deosebită respectării polarității;
9. Se pornește răcirea condensatorului;
10. Se pornește sursa de alimentare și se setează voltajul dorit a se aplica în timpul electrolizei;
11. Se așteaptă reducerea volumului de probă până la valoarea dorită;
12. După atingerea volumului final de probă se oprește sursa de alimentare a celulei;
13. Se așteaptă ca proba să se răcească la temperatura camerei după care se oprește alimentarea condensatorului;
14. Se vedează trapa de colectare a probei, după care se izolează linia de vid prin închiderea robinetului de izolare;
15. Se deschide robinetul de drenare al celulei de electroliză astfel încât proba de apă îmbogățită să fie transferată în trapa de colectare. În zona superioară a celulei, după izolarea traseului de evacuare a gazelor, se introduce azot gaz, pentru a îndepărta și a colecta în trapa de colectare eventualele urme de apă din condensator;
16. După drenarea celulei de electroliză toate componentele acesteia, inclusiv


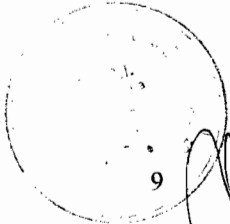
The bottom of the page contains several handwritten signatures in black ink, written over a circular stamp. The stamp is partially obscured by the signatures but appears to have some text and a central emblem. The signatures are written in a cursive style.



condensatorul se dezassemblează, se curăță și se usucă.

Pe parcursul funcționării se controlează temperatura celulei, temperatura probei la început fiind de aproximativ 23°C, evoluând apoi controlat și stabilizându-se la aproximativ 45°C pe durata electrolizei, direct influențată de puterea de răcire conferită de schimbătorul de caldură aflat în zona superioară a instalației.

Profesorul de fizică și chimie  
M. Popescu  
dr. fiz. M. Popescu  
dr. fiz. M. Popescu



**BIBLIOGRAFIE**

[1] Carmo, M., Fritz, D.L., Merge, J., Stolten, D., "A comprehensive review on PEM water electrolysis", International Journal of Hydrogen Energy, 2013, vol. 38, pag. 4901-4934.

[2] Kunar, B., Han, L.F., Wassenaar, L.I., Klaus, P.M., Kainz, G.G., Hillegonds, D., Brummer, D., Ahmad, M., Belachew, D.L., Araguás- Araguás, L., Aggarwal, P.K., A compact tritium enrichment unit for large sample volumes with automated re-filling and higher enrichment factor. Applied Radiation and Isotopes 118, 80-86 (2016), <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2016.07.018>

[3] EP3153467A1/2017 – System and method for the separation of tritium from radioactive waste

[4] KR20210066986A/2019 – Membrane electrode assembly for PEM electrolysis.

[5] Muranaka T, Shima N, Sato H, A study to estimate tritium concentrations of Bq/l or lower in water sample, Fusion Science and Technology, 2005, 48:516-519.

[6] Muranaka T, Shima N. Improved electrolyzer for enrichment of tritium concentrations in environmental water samples. Fusion Science and Technology, 2008, 54:297–300.

[7] US11083993B2/2021 - Low-energy electrochemical separation of isotopes.

[8] Wassenaar LI, Han L-F, Schiefer T, Kainz G, Araguas-Araguas L, Aggarwal PK. 2018. A simple polymer electrolyte membrane system for enrichment of low-level tritium ( $^3\text{H}$ ) in environmental water samples, Isotopes in Environmental and Health Studies, 54

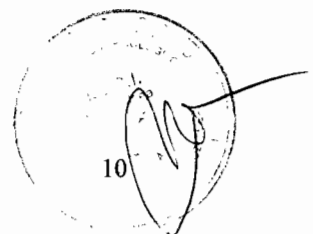
*Handwritten signatures and a circular stamp.*



**REVEDICĂRI:**

1. **Ansamblu membrană-electrozi in 5 straturi** caracterizat prin utilizarea membranei Nafion 115, cu suprafața de  $25 \text{ cm}^2$ , electrozi de platină și iridiu, de concentrații  $1 \text{ mg Pt/ cm}^2$  (catod) și  $2 \text{ mg Ir/cm}^2$  (anod), peste care s-au presat două straturi textile rigide din fibre de carbon pentru difuzia gazelor.
2. **Celula de îmbogățire a tritiului în probe de apă** care include ansamblul de la revendicarea 1 cu următoarele caracteristici tehnologice: tensiunea aplicată, maxim 2.1 V; intensitatea curentului pe ansamblul membrane-electrozi, până la 5.6 A; rezervorul celulei de dimensiuni: 30 cm lungime, 7.5 cm diametru interior, volum 1.3 L.
3. **Procedeu de îmbogățire electrolitica a tritiului din probe de apă**, caracterizat prin aceea că descrie o metodologie etapizată de lucru care utilizează celula de electroliză de la revendicarea 2, prevazută cu un schimbător de caldură-condensator în partea superioară a acesteia, pentru reîntoarcerea vaporilor de apă în rezervorul celulei, exploatată în condiții blânde de reacție: temperatură de până la  $45^\circ\text{C}$  și presiune atmosferică.

*Ștefan Găvruta* *Ștefan Găvruta* *Ștefan Găvruta* *Ștefan Găvruta* *Ștefan Găvruta*



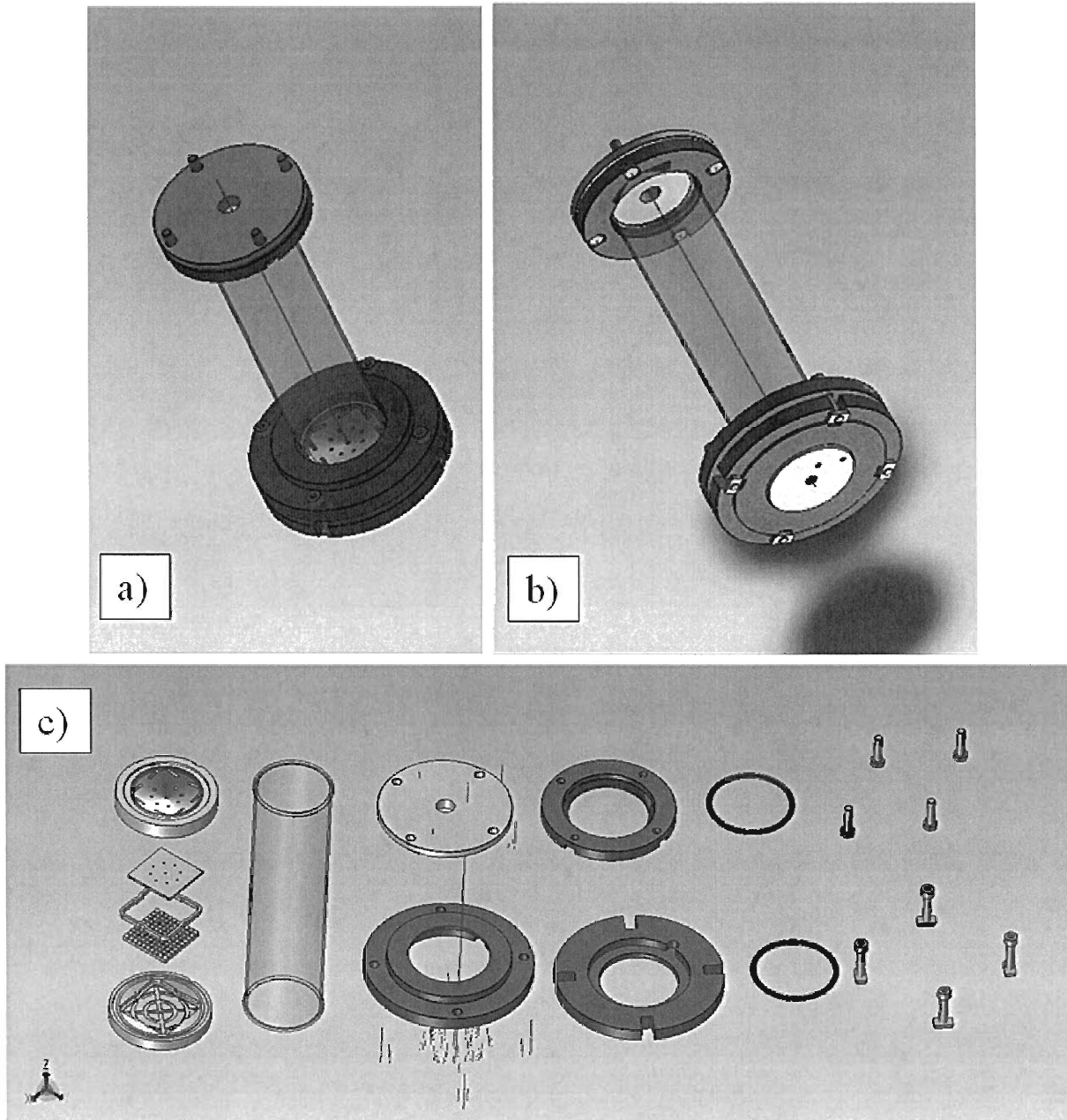


Figura 1. Celula de îmbogățire a tritiului propusa de ICSI Rm. Valcea. (a) vedere de sus a celulei cu ansamblu membrana-electrozi in 5 straturi, (b) vedere de jos a celulei cu ansamblu membrana-electrozi in 5 straturi, (c) vedere a componentelor celulei cu ansamblu membrana-electrozi in 5 straturi (baza, rezervor, prinderea inferioara si superioara).

*Handwritten signature and notes:*  
 Ștefan Ciocan  
 Ștefan Ciocan  
 Ștefan Ciocan



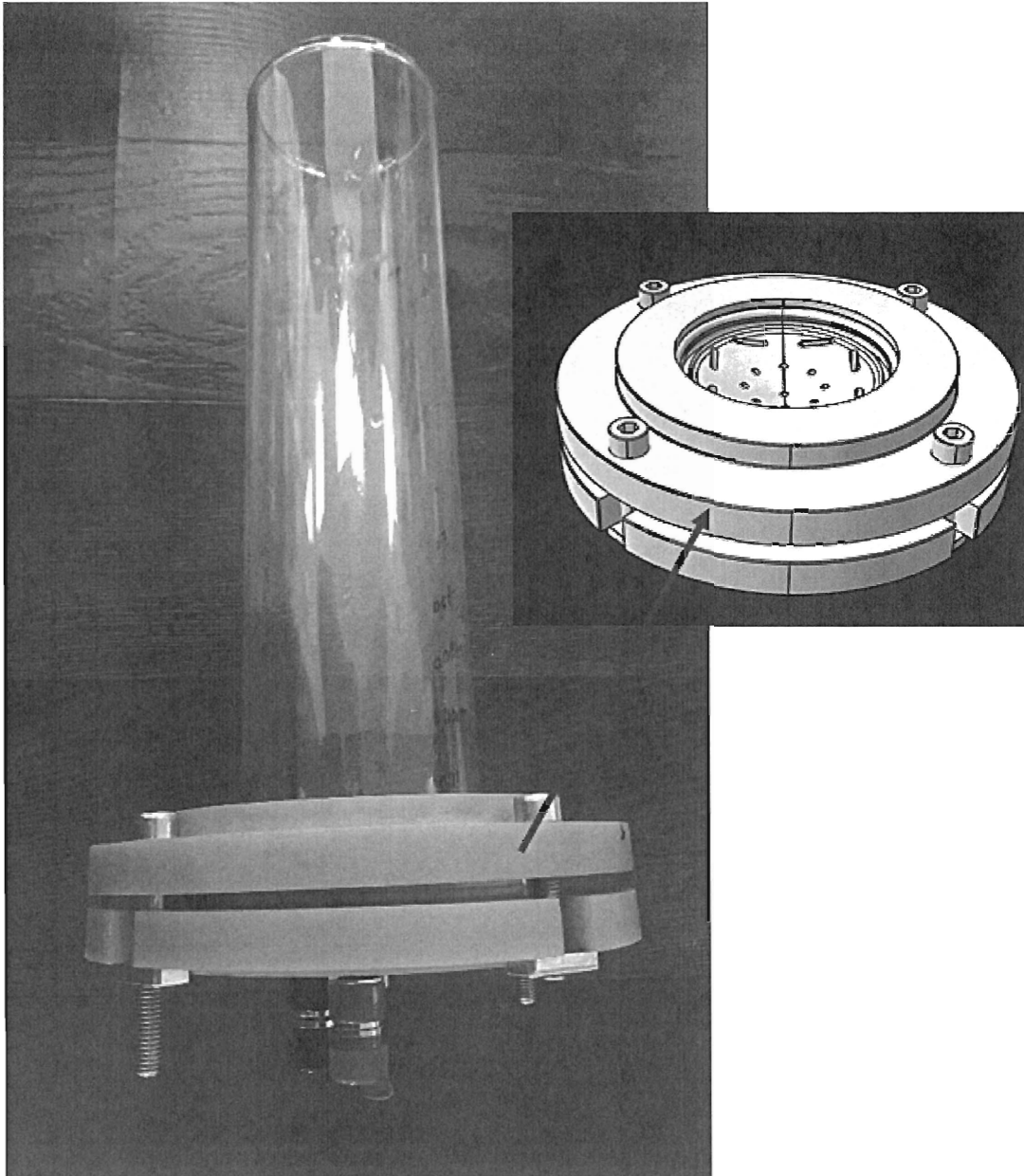


Figura 2. Celula de îmbogățire a tritiului utilizând ansamblul membrane-electrozi în 5 straturi

*Handwritten signature and text:* *Amplasamentele sunt pe planul de bază al celulei*

*Handwritten signature:* *[Signature]*

*Stamp:* INSTITUTUL NAȚIONAL DE INVESTIGĂRI ȘI DEZVOLTĂRI TEHNICE  
I.N.I.T.  
București

13

*Handwritten signature:* *[Signature]*

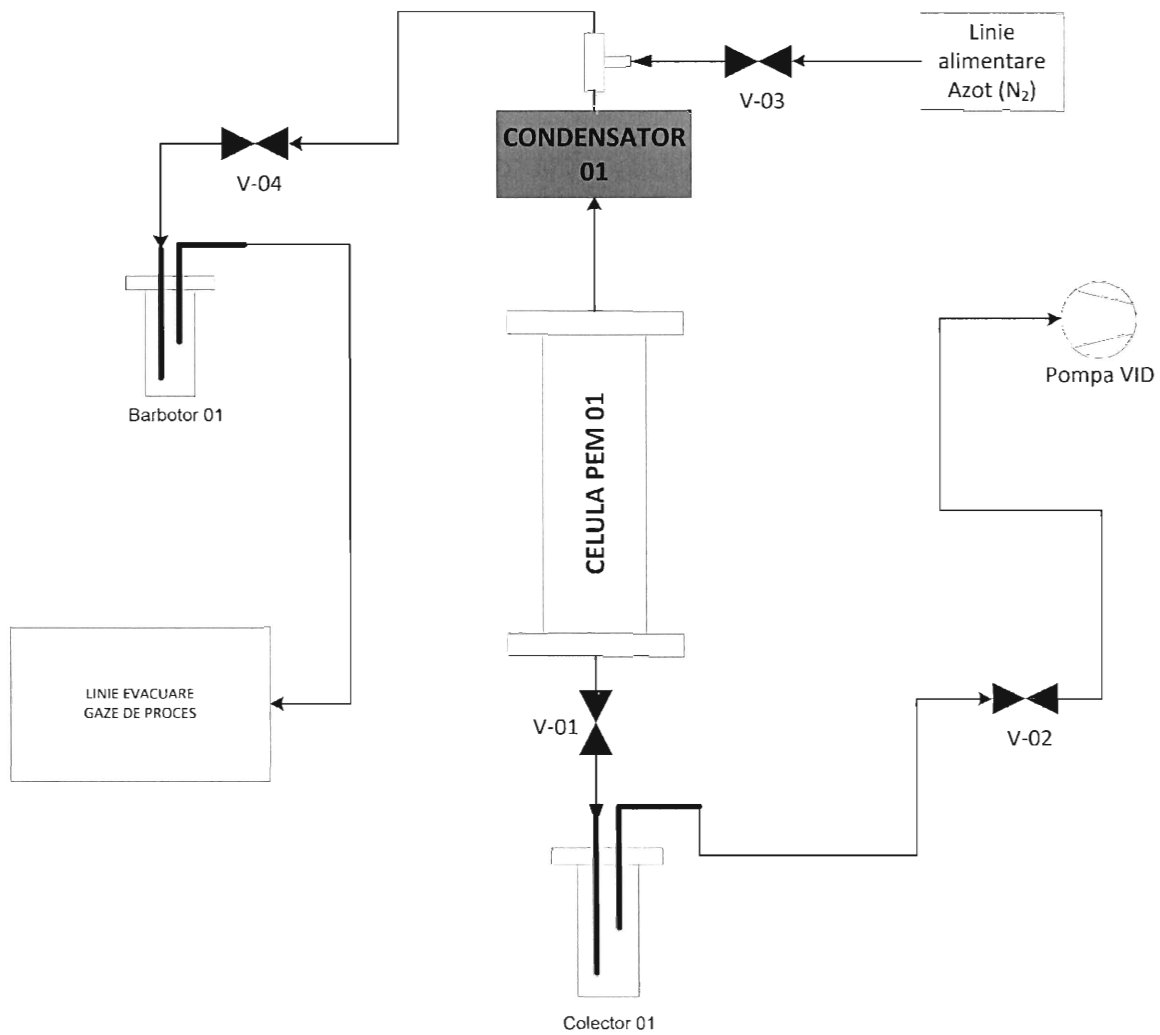


Figura 3. Schema de principiu a Instalației de îmbogățire a tritiului în probe de apă utilizând Ansamblul Membrana Electrozi 5 straturi

*Handwritten signature and notes:* *no de ordine 14*

