

| | |
|--|--|
| Aprobat de: Institutul de Fizica Atomica Denumirea prescurtată: IFA Director General: Florin BUZATU Semnătura:..... | Avizat de Responsabil Arie Tematica Aria Tematica 8 : Sabin MUSCALU Semnătura:..... Ariile Tematice 10, 11 : Voicu GRECU Semnătura:..... <i>(se completeaza in functie de aria tematica a proiectului)</i> |
|--|--|

RAPORT INTERMEDIAR DE ACTIVITATE (RIA) NR. 3**

Contract nr. **2-CEx06-11-23/25.07.06** AAd. Nr. 3. *(se trece nr. ultimului Act Aditional, daca este cazul)*

Denumirea Proiectului **Imagistica la Scara Nano/Micro prin Tomografie Computerizata Cantitativa pentru Dispozitive si Materiale Avansate – acronim NIMETIM**

Perioada acoperită: 01 ianuarie – 30 iunie 2008

Faza(nr): 3**

Data prezentării (conform contractului): 30 iunie 2008

Elaborat de:

Contractor: Denumirea completă: Institutul National pentru Fizica Laserilor, Plasmei si Radiatiei

Reprezentant autorizat: Funcția: Director General/Rector
Nume și prenume: dr. ing. Rares MEDIANU
Semnătura:

<Director economic><Contabil șef>

Nume și prenume: Mihaela OSMAN
Semnătura:

Director de proiect : Nume și prenume: dr. Ion TISEANU
Semnătura:
Telefon, fax, email 4574490 / 4574243
tiseanu@infim.ro

Declaram, pe proprie raspundere, ca datele furnizate prin prezentul Raport de activitate sunt reale si ca toate cheltuielile s-au efectuat, atat din resursele se la buget cit si din cofinantare, in mod exclusiv pentru realizarea si in conformitate cu prevederile contractului nr. 2-CEx06-11-23/25.07.06 finantat prin programul Cercetare de Excelenta - Modulul I, Aria Tematica 11. (nr. arie tematica). Toate cheltuielile sunt inregistrate in contabilitate, iar contractorul va pune oricind la dispozitia autoritatii contractante documentele primare de inregistrare.

Raportul se prezintă la predare și pe suport electronic

**Numarul RIA si numarul fazei sunt identice

I. **Denumirea Proiectului** Imagistica la Scara Nano/Micro prin Tomografie Computerizata Cantitativa pentru Dispozitive si Materiale Avansate – acronim NIMETIM

Categoria de proiect (conform pachetului de informații)/Denumirea fazei: C-D Complex / Modelarea numerica complexa (fizica, mecanica, imagistica) si calibrarea configuratiilor de scanare si a reconstructiei tomografice. Realizare subsisteme tomograf.

Nr. fază: 3

Obiectiv planificat: Montaj de laborator pentru radiografie digitala submicronica, realizare subsisteme tomograf TEM

II. **Descrierea activității** (desfășurate în cadrul fazei cu utilizare de cuvinte cheie și DESCRIPTORI):

- In vederea atingerii unuia dintre obiectivele principale ale proiectului, anume constructia unui tomograf de raze X cu rezolutie submicronica, in actuala etapa a fost achizitionata o componenta cheie a sistemului-prototip pentru tomografie submicronica care este dezvoltat in cadrul proiectului, anume sursa de raze X. Alegerea acesteia s-a bazat pe studii si simulari numerice (efectuate inclusiv cu ajutorul unui pachet de programe de simulare pe care le-am dezvoltat in etapa precedenta pentru modelarea numerica complexa - fizica, mecanica, imagistica - si optimizarea configuratiilor de scanare si reconstructie tomografica). Pentru a avea o masura obiectiva a performantelor surselor de raze X cu pata focala submicronica s-au proiectat si realizat experimente de testare a rezolutiei spatiale a sursei de raze X nanofocus, utilizand masca JIMA (*Japan Inspection Instruments Manufacturers Association - JIMA RT RC-01*). Acumularea acestor rezultate a permis realizarea unui montaj experimental si a unor experimente de radiografie digitala submicronica pentru probe de interes in dezvoltarea materialelor supraconductoare.
- S-a demonstrat aplicabilitatea metodelor si intrumentelor imagistice pe care le dezvoltam intr-un domeniu de varf anume cel al dezvoltarii de materiale supraconductoare avansate pentru tehnologia fuziunii nucleare. S-au realizat experimente multiple de analiza tomografica a integritatii structurale a unor probe de fire supraconductoare multifilamentare Nb₃Sn si deasemenea a fost realizata asistarea, prin tomografie, a procesului de productie a unor probe supraconductoare prin tehnica FAST (*Field Assisted Sintering Techniques*).
- S-au desfasurat lucrari ce pregatesc realizarea tomografului de raze X cu rezolutie submicronica in etapa viitoare a proiectului. Astfel s-a realizat o evaluare a elementelor de securitate radiologica pe baza normelor legale in domeniu. Pe baza evaluarii dimensiunilor protectiei de plumb, s-a putut face o evaluare a incarcarii ce trebuie sustinuta de structura cabinetului de plumb pentru tomograf. Aceasta a permis realizarea unui proiect preliminar al cabinetului de plumb pentru tomograf. S-a optat pentru o structura modulara cu suprapuneri la imbinari (usa cabinetului, la zona de sprijinire pe podea), astfel incat sa fie impiedicate scaparile de radiatie X.
- In vederea extinderii functionalitatii microscopiei electronice de transmisie la tomografie 3D cu rezolutia spatiala in domeniul zecilor de nanometri, s-a realizat un

studiu sistematic al deplasărilor imaginii TEM la rotația goniometrului, pentru a permite un reglaj anticipat al alinierii imaginilor din seria tomografică. Sistemul de compensare a deplasării imaginilor constă într-un protocol de achiziție în condițiile cunoașterii acestor deplasări. El impune o procedură de aliniere a proiecțiilor tomografice TEM bazată pe metode statistice de corelarea imaginilor (cross correlation). Alinierea este automată cu excepția înclinărilor foarte mari, și este însoțită de o refocalizare permanentă a imaginii, pentru compensarea indusă pe direcția verticală. S-au realizat de asemenea diverse subsisteme ce vor fi înglobate în tomograful TEM în etapa următoare.

Rezultate obținute (se nominalizează rezultatele cuantificabile/indicatori tehnici, economici, sociali, etc.- efecte economice înregistrate la unitatea de CD):

Ca o continuare firească a activităților desfășurate anterior, de elaborare a unui concept tehnic al unui nano-tomograf prin transmisie de raze X (nanoCT), în actuala etapă s-au desfășurat lucrări de legătură de construcția tomografului. Mai întâi a fost achiziționată o componentă cheie a sistemului-prototip pentru tomografie submicronică care este dezvoltat în cadrul proiectului, anume sursa de raze X. Alegerea acesteia s-a bazat pe studii și simulări numerice. Pentru a avea o măsură obiectivă a performanțelor surselor de raze X cu pata focală submicronică s-au realizat experimente de testare a rezoluției spațiale a sursei de raze X nanofocus, utilizând mască JIMA (*Japan Inspection Instruments Manufacturers Association - JIMA RT RC-01*). Acumularea acestor rezultate a permis realizarea unui **montaj experimental** și a unor experimente de **radiografia digitală submicronică** pentru probe reale, din domeniul supraconductoarelor. Tehnicile de imagistică submicronică sunt folosite intensiv la asistarea dezvoltării materialelor supraconductoare de temperatură joasă de tip Nb₃Sn și a supraconductoarelor dezvoltate recent de tip MgB₂. Pentru modelarea proprietăților de transport ale cablurilor multifilamentare de Nb₃Sn pentru ITER (Reactorul Termonuclear Experimental International) cu scopul de a optimiza procesul de fabricare în termenii pierderilor prin histereză a curentului critic și raportul Cu/non-Cu, satisfăcând astfel criteriile de proiectare impuse de ITER, este necesară realizarea unui model 3D al acestuia. Pe baza acestui model poate fi evaluată uniformitatea structurilor componente. Acestea joacă un rol important pentru proprietățile supraconductoare ale YBCO. De aceea tomografia submicronică este utilă la îmbunătățirea procesului tehnologic de fabricare cu scopul de a crește densitatea curentului în benzile supraconductoare. Pentru obținerea unei bune definiții a structurilor este necesară obținerea unei rezoluții spațiale de până la câteva fracțiuni de micron în reconstrucții. În această etapă am realizat primul pas în vederea atingerii acestui obiectiv, anume **obținerea imaginilor radiografice** (proiecțiile tomografice) **cu rezoluție submicronică**, urmând ca în etapa următoare să obținem reconstrucții 3D cu evidențierea detaliilor de interes la nivel submicronic. Până la atingerea acestui obiectiv, potențialul micro-tomografiei de a furniza informații relevante despre structura materialelor supraconductoare, inclusiv de-a lungul procesului de fabricare, a fost explorat într-o serie de experimente, aflate în directă conexiune cu unul din obiectivele principale ale proiectului, anume **aplicarea metodelor și instrumentelor de imagistică dezvoltate la caracterizarea unor materiale avansate**.

Astfel s-a investigat tomografic integritatea structurala a unor probe de fire supraconductoare multifilamentare Nb₃Sn si MgB₂. A fost evidentiata evolutia distributiei densitatii de-a lungul procesului de sinterizare a unor probe ceramice pe baza de Ni si MgB₂ prin tehnica FAST (*Field Assisted Sintering Techniques*). Examinarile de microscopie electronica utilizate de obicei in analiza acestui tip de probe a fost completat cu informatiile furnizate de examinarea tomografica. S-au obtinut astfel informatii utile privind distributia densitatii in volum, inainte de sinterizare si la diferite momente de-a lungul ciclului termic. Examinarile tomografice s-au dovedit esentiale in explicarea diferentelor intre unele proprietati supraconductoare ale probelor examinate. Aceste cercetari au constituit substanta a doua lucrari stiintifice.

Realizarea sistemului nano-tomografic implica si **implementarea unor masuri de radioprotectie si securitate radiologica**. Pentru aceasta este necesara realizarea unui cabinet de plumb in care sa fie amplasata instalatia de tomografie. Dimensiunile ecranului protector de plumb au fost evaluate in raport cu parametri de operare ai tubului de raze X si deasemenea cu geometria aranjamentului experimental. Evaluarea preliminara a grosimii protectiei de plumb a fost facuta in acord cu norma germana DIN 6812/1986 (*Instalatiile Roentgen medicale pana la 300 kV*). Toate calculele au fost efectuate la parametri maximi ai sursei (tensiune 225 kV, putere 64 W) si s-a considerat ipoteza cea mai conservativa, in care fascicolul de raze X este indreptat spre peretele pentru care se calculeaza protectia de plumb (astfel s-a considerat implicit ca poate exista situatia extrema in care proba investigata reflecta total fascicolul de raze X). Deasemenea au fost total neglijate atenuarile fascicolului produse de alte elemente constructive ale sursei . Pentru personalul ocupat profesional s-a considerat doza maxima admisibila de 0.3 mSv/saptamana. Distanța minima pana la un posibil loc de stationare a fost considerata de 1 m. Conform calculelor si normelor DIN-6812 (tabelul A.4) rezulta ca este necesar un strat protector de 5.25 mm plumb. Pentru personalul din populatie am considerat doza maxima admisibila de 0.02 mSv/saptamana. Distanța minima pana la un posibil loc de stationare, pe partile laterale, este de 1.1; m caz in care rezulta necesitatea existentei unui strat protector de plumb de 7.0 mm. In ceea ce priveste directia spre tavan, distanta minima pana la un posibil loc de stationare este de 2.5 m ceea ce implica faptul ca este necesar un strat protector de plumb de 5.75 mm. Mentionam inca odata ca amplasarea cabinetului este direct pe cimentul de fundatie al cladirii, neexistand incaperi situate sub acest amplasament. Pe baza evaluarii dimensiunilor protectiei de plumb, s-a putut face o evaluare a incarcarii ce trebuie sustinuta de structura cabinetului de plumb pentru tomograful de raze X cu rezolutie submicronica. In baza acestei evaluari **a fost realizat un proiect preliminar al cabinetului**. S-a optat pentru o structura modulara cu suprapuneri la imbinari (usa cabinetului, la zona de sprijinire pe podea), astfel incat sa fie impiedicate scaparile de radiatie X. Sicane cu plumb au fost prevazute pentru trecerea cablurilor de alimentare si comanda ale tomografului (sursa de raze X, detector si manipulator) respectiv pentru sistemul de ventilatie. Usa este prevazuta cu doua sisteme intreruptoare pentru blocaj automat de securitate care nu permit alimentarea sursei de raze X daca usa cabinetului nu este inchisa. O camera video permite vizualizarea interiorului cabinetului atat inainte de inceperea experimentului cat si pe durata lui.

In vederea extinderii functionalitatii microscopiei electronice de transmisie la tomografie 3D cu rezolutia spatiala in domeniul zecilor de nanometri, s-a realizat un **sistem de compensare a deplasarilor imaginii TEM** la rotatia goniometrului. Pentru realizarea unor imagini tomografice de calitate, seriile tomografice se fac la o singura trecere de la o extrema la alta a inclinarii goniometrului. Imaginile TEM realizate la unghiuri mari de inclinare sunt cele care contin datele structurale cele mai importante. Trebuie insa tinut cont ca tocmai in aceste situatii exista deplasari importante ale imaginii, determinate de inclinarea goniometrului la unghiuri mari si mai ales la limita maxima de inclinare. Experimentele pe care efectuate de INCDFM au evidentiat ca in zona de inclinare de +/- 20 de grade , centrata pe pozitia de - 10 grade, exista o stabilitate remarcabila a sistemului goniometric, deplasările fiind de ordinul a 500 nm. In afara acestei zone, deplasările sunt de 10 ori mai mari. In consecinta, pentru acest din urma caz, a trebuit rezolvata problema de repositionare a imaginii inclinate si de aliniere a ei in pachetul de imagini necesar realizarii tomografiei. Pentru aceasta a fost necesar in fapt sa se rezolve doua probleme derivate: cunoasterea magnitudinii deplasarilor si controlul reproductibilitatii. De aceea s-a realizat un **studiu sistematic** al deplasarilor imaginii TEM la rotatia goniometrului, pentru a permite un reglaj anticipat al alinierii imaginilor din seria tomografica. Sistemul de compensare a deplasarii imaginilor consta intr-un protocol de achizitie in conditiile cunoasterii acestor deplasari. El impune o **procedura de aliniere** a proiectiilor tomografice TEM bazata pe metode statistice de corelarea imaginilor (*cross correlation*). Acest tip de metode poate accepta variatii de pozitionare de ordinul a 5%. De aceea, la valori ale inclinarii ce depasesc 40 de grade este necesara o realiniere manuala. Desi obiectele ce urmeaza a fi studiate trebuie sa fie pozitionate pe mijlocul unui ochi de grila si in apropierea centrului grilei, cind are loc rotatia goniometrului, va avea loc si o variatie a focalizarii imaginii TEM, care este mai accentuata la unghiuri mari de inclinare. Aceste tip de reglaj se face de asemenea manual pe parcursul achizitiei. Studiile anterioare au aratat ca variatia maririi microscopului este minima si nu induce erori semnificative. Pe de alta parte, focalizarea trebuie realizata identic pentru toate imaginile, respectiv cu acelasi tip de contrast Fresnel la marginile detaliilor obiectului studiat. In consecinta, pentru valori ale inclinarii de 40 de grade, va fi necesara si o refocalizare a imaginii. Rezulta ca achizitionarea unei serii complete este mai lenta la extremele de inclinare, respective pe aproximativ o treime din intervalul de inclinare de 130 de grade. Au fost realizate totodata studii si **experimente pentru evaluarea densitatii optime de obiecte si marcheri pe grila TEM** , astfel incit sa se poata face tomograma. A rezultat ca este optim ca ambele densitati sa aiba valori mici, astfel incat sa se poata obtine imagini care sa contina un singur obiect de studiu pe o suprafata de un $1 \mu\text{m}^2$ si o densitate de 100 de marcheri pe aceeasi suprafata. Apreciem ca in prezent exista toate conditiile tehnice de realizare a unor serii de imagini care sa corespunda conditiilor impuse de reconstructia tomografica. Au fost deasemenea selectate doua tipuri de sisteme de probe pentru realizarea experimentului tomografic: formatiuni amorfe de silice folosite pentru sisteme catalitice si la nanocapsule polimerice complexe. Marcarea probelor s-a facut folosind coloizi de aur cu dimensiuni de ordnula 5–10 nm. Achizitia imaginilor se face semiautomat, respectiv calculatorul nu

comanda goniometrul, dar inaintarea unghiulara este reglabila si automata. Operatorul intervine la realiniere si refocalizare. Timpul de realizare a unei serii de 130 de imagini este estimate la 150-200 de minute, daca este necesara o esantionare cu acuratete de un grad.

Unul din obiectivele generale ale proiectului consta in dezvoltarea de aplicatii ale metodelor si instrumentelor dezvoltate la caracterizarea unor materiale si dispozitive avansate. De aceea ne-am propus aplicarea metodelor si intrumentelor imagistice pe care le dezvoltam intr-un domeniu de varf anume cel al dezvoltarii de materiale supraconductoare. Astfel s-au realizat experimente multiple de analiza tomografica a integritatea structurala a unor probe de fire supraconductoare multifilamentare de Nb₃Sn si MgB₂. S-a realizat deasemenea asistarea procesului de producere a unor materiale ceramice pe baza de Ni si MgB₂ prin tehnica FAST (*Field Assisted Sintering Techniques*), furnizandu-se informatii ce completeaza examinarile de microscopie electronica ce s-au dovedit a fi decisive in explicarea diferentelor intre unele proprietati supraconductoare ale probelor examinate.

ELEMENTE DE NOUATATE

-

Brevet

2

Lucrare Științifică

1

Comunicare Științifică

__(se descriu elementele de noutate, nominalizându-se după caz, titlul de brevet, lucrare sau comunicare științifică)

- I. Tiseanu, T. Craciunescu, G.V. Aldica, M. Iovea, *X-ray micro-tomography as a tool for quantitative characterization of advanced materials manufacturing processes*
 - prezentata la "International Conference on Multi-functional Materials and Structures" 28-31 July 2008, Hong Kong SAR, China.
 - in curs de publicare in *Advanced Materials Research*

Lucrarea realizeaza o evaluare a potentialului tomografie de raze X in investigarea probelor supraconductoare, inclusiv pe parcursul producerii lor. Sunt prezentate aplicatii privind: investigarea integritatii structurale a firelor supraconductoare multifilamentare Nb₃Sn, evolutia densitatii in cursul procesului de sinterizare FAST (*Field Assisted Sintering Techniques*). Se demonstreaza ca tomografia poate furniza informatii privind structura si morfologia probelor, inaccesibile prin tehnicile conventionale (SEM) capabile sa explice anumite proprietati supraconductoare ale materialelor investigate.

- P. Badica, G. Aldica, T. Craciunescu, I. Tiseanu, Y. Ma, K. Togano, *Microstructure of MgB₂ samples observed through X-ray Microtomography*
 - trimisa spre publicare in revista *Superconducting Science and Technology*

Lucrarea este dedicata studiului materialelor supraconductoare bazate pe MgB₂. Se demonstreaza ca tomografia reprezinta un instrument puternic de analiza morfologica in domenii volumice extinse. Identificarea de *pattern*-uri structurale specifice a permis explicarea diferentelor dintre proprietatile supraconductoare ale unor probe produse prin diferite proceduri. Se demonstreaza ca tomografia reprezinta o buna metoda de observare si intelegere a complexului procesare-microstructura-proprietati supraconductoare.

METODE DE VALORIFICARE ȘI EFICIENȚĂ ECONOMICĂ A APLICĂRII REZULTATELOR

(se descrie domeniul, beneficiarul și/sau activitatea specifică vizată, efectele economice obținute de agentul economic beneficiar al rezultatelor)

Nu este cazul in stadiul actual.

PERSPECTIVE

(se pun în evidență posibilitățile de extindere a aplicării rezultatelor la mai mulți beneficiari și/sau în alte domenii)

Nu este cazul in stadiul actual

I. Înregistrări

(se nominalizează documentele care se anexează pentru susținerea RCD:; documentații de execuție, buletine de măsurare/testare/analiză, planuri de afaceri, diagnoze, evaluări, prognoze etc.)

2 lucrari stiintifice.
