

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. 4**

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 iulie – 30 septembrie 2008

Faza(nr): 4**

Data prezentării (conform contractului): 30 septembrie 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: / Tomografie de electroni si raze X la scara nano-micro. Validare experimentală

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

- In aceasta etapa a fost atins unul din obiectivele principale ale proiectului, anume constructia unui tomograf de raze X cu rezolutie submicronica. Sistemul a fost validat experimental demonstrandu-se ca este posibila obtinerea unei rezolutii spatiale de 0.8 μm. Validarea a fost facuta pe probe de supraconductori multifilamentari, demonstrandu-se aplicabilitatea tomografiei submicronice in asistarea procesului tehnologic de fabricare al supraconductoarelor.
- S-a realizat extinderii functionalitatii microscopiei electronice de transmisie la tomografie 3D (TEM-3D) cu rezolutia spatiala in domeniul zecilor de nanometri. Ea acopera domeniul de investigatie si analiza situat intre metodele de analiza structurala de inalta rezolutie (difractia de raze X, rezonanta magnetica nucleara) si microscopia optica. TEM-3D permite investigarea nu numai a structurilor periodice omogene dar si a probelor cu topologii complexe. Sistemul a fost validat experimental, demonstrandu-se ca este posibila obtinerea unei rezolutii spatiale de 20 nm.

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

In actuala etapa s-a finalizat constructia tomografului de raze X cu rezolutie submicronica. Sistemul este echipat cu sursa de raze X operabila in modurile micro- si nano- focus cu inalta tensiune de 225 kVp si putere maxima de 10 W si trei detectori: *Image Intensifier* (output digital de 10 biti), dedicat examenilor nedistructive rapide, un detector *flat-panel* (output digital de 12 biti) si un detector liniar destinat analizei probelor de densitate mare (detectorul cu matrice liniara de cristale scintilatoare si fotodiode este caracterizat de o marja dinamica mai mare, ceea ce permite obtinerea de imagini cu contrast si detalieri sporite). Pozitionarea si rotatia probei investigate sunt asigurate de un set de manipulatori micrometrici de inalta precizie. Comanda, controlul si achizitia de date este realizata cu ajutorul pachetului soft dezvoltat in cadrul proiectului. Codul de calcul pe care l-am dezvoltat pentru reconstructia tomografica se bazeaza pe o varianta modificata a algoritmului Feldkamp. Cum datele experimentale sunt imagini radiografice

de dimensiuni mari (1220x1216 pixeli) iar reconstrucțiile pot fi matrici 3D de 1024x1024x512 voxelii a fost necesară o implementare optimă pentru obținerea unui timp de calcul performant. S-au realizat optimizări atât în ceea ce privește implementarea numerică dar totodată algoritmii au fost paralelizati astfel ca funcțiile consumatoare de timp ale algoritmului de reconstrucție rulează pe mai multe procesoare. S-a demonstrat că se obține un timp de rulare de sub 20 min pentru o configurație de 1024x1024x512 voxelii. Sunt incluse și metode de procesare și analiză a imaginilor dezvoltate în cadrul proiectului (metode de corecție a efectelor de împrăștiere, metode de compensare a artefactelor de tip beam-hardening, metode de reducere a artefactelor geometrice, analiză multimaterial/multienergie, etc). Codul de calcul nu este dependent de instalația experimentală, el putând fi utilizat ca un cod de calcul general dedicat reconstrucției în tomografia de transmisie de raze X în geometrie con-beam. Validarea programului de reconstrucție a fost făcută pe baza unor seturi de date experimentale provenite de la un experiment tomografic efectuat pe un sincrotron. S-au obținut reconstrucții de foarte bună calitate, cu înaltă rezoluție spațială, dimensiunea voxelului fiind 0.47 micrometri. Reconstrucția tomografică permite evidențierea separării detaliilor de interes în proba investigată. În vederea validării experimentale a sistemului s-au efectuat experimente preliminare care să certifice posibilitatea atingerii unei rezoluții spațiale submicronice în imaginile radiografice. Aceste teste s-au realizat cu ajutorul mastii JIMA (*Japan Inspection Instruments Manufacturers Association*) JIMA RT RC-01 care constă dintr-o structură periodică de bare cu pasul de la 16 micrometri până la 0.4 micrometri. S-a demonstrat experimental evidențierea structurii periodice pentru 0.5, 0.6, și 0.7 μm . Aceste rezultate au permis trecerea la pasul următor, anume trecerea de la experimente de radiografie digitală la experimente tomografice. Validarea sistemului tomografic s-a realizat în raport cu obiectivul O3 al proiectului, ce constă în dezvoltarea de aplicații ale metodelor și instrumentelor dezvoltate la caracterizarea unor materiale și dispozitive avansate. S-a demonstrat posibilitatea obținerii de detalii de interes submicronice pentru cabluri supraconductoare multifilamentare de Nb₃Sn pentru Reactorul Termonuclear Experimental International ITER

Extinderea funcționalității microscopiei electronice de transmisie la tomografie 3D, cu rezoluția spațială în domeniul zecilor de nanometri, a fost finalizată și validată în cadrul prezentei etape. A fost efectuat un studiu comparativ al două coduri de calcul (EM3D și TomoJ) și a mai multor algoritmi de reconstrucție (retroproiecție Fourier, algoritmi algebrici ART, SIRT) pentru a decide care este mai potrivit pentru a fi integrat în sistemul tomografic TEM-3D. Studiul a fost efectuat pe obiecte simulate numeric. În acest scop am dezvoltat un cod de calcul dedicat construcției de distribuții simulate numeric și generării de proiecții. A fost dezvoltată și testată o procedură de pre-procesare a datelor experimentale, necesare pentru obținerea unor reconstrucții de calitate. Principalele etape în succesiunea de procesări ale imaginilor ce reprezintă proiecțiile tomografice sunt : i) normalizarea imaginilor pentru a elimina efectele induse de faptul că fasciculul de electroni traversează straturi cu grosimi, funcție de unghiul de vizare ii)

corectarea pozitiei imaginilor din seria de proiectii, atat prin deplasari cat si prin rotatii (*image registration*) – realizata prin tehnica de *cross-correlation* iii) determinarea axei de inclinare cu ajutorul markerilor de referinta (de obicei particule de aur interpuse pe suportul probei) sau prin identificarea unor puncte de interes in insasi obiectul investigat. Validarea sistemului s-a realizat experimental pe obiecte microscopice din domeniul biomaterialelor, anume pe materiale oxidice amorfe: un nanotub de SiO₂, care are o variatie puternica de densitate datorata morfologiei de tub si o nanocapsula polimerica cu dimensiunea de aproximativ 500 nm. Probele alese au suficienta rezistenta la iradierea in microscop pentru a fi stabile pe durata achizitiei imaginilor. S-a demonstrat ca tomografia de microscopie permite interpretarea corecta a morfologiei obiectelor microscopice. Rezolutia spatiala demonstrata, chiar la mariri relativ mici (x10000) este de ordinul a 20 nm.

ELEMENTE DE NOUATATE

-

Brevet

1

Lucrare Științifică

4

Comunicare Științifică

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

- A. Barau, V. Budarin, A. Caragheorgheopol, R. Luque, D.J. Macquarrie, A. Prella, V. S. Teodorescu, M. Zaharescu, A Simple and Efficient Route to Active and Dispersed Silica Supported Palladium Nanoparticles
 - publicata in *Catalysis Letters* (2008) 124:204–214, DOI 10.1007/s10562-008-9465-x

Lucrarea prezinta cercetari privind influenta diferitelor metodologii de preparare a materialelor cu paladiu pentru controlul si optimizarea dimensiunii nanoparticulelor in aplicatii catalitice. Lucrarea include si analize de microscopie de transmisie de electroni (TEM), de inalta rezolutie, realizate cu sistemul dezvoltat in cadrul proiectului NIMETIM.

- I. Tiseanu, T. Craciunescu, A. Moeslang, *Assessment of X-ray tomography for irradiated samples*
 - prezentata la 25th *Symposium on Fusion Technology*, 15-19 sept. 2006, Rostock, Germany

Lucrarea realizeaza o evaluare a influentei radioactivitatii probelor investigate prin tomografie de transmisie de raze X asupra calitatii imaginilor radiografice si de asemenea asupra artefactelor

induse in reconstructia tomografica 3D.

- I. Tiseanu, T. Craciunescu, P. Badica, G.V. Aldica, M. Rindfleisch , *Characterization of Superconducting Wires by Cone-Beam Micro-Tomography*
 - acceptata pentru prezentare la *Workshop on X-Ray Micro Imaging of Materials, Devices, and Organisms*, 22-24 October 2008 Dresden, Germany

Lucrarea este dedicata demonstrarii aplicabilitatii tomografiei de transmisie de raze X in investigarea nedistructiva a probelor supraconductoare ca si in asistarea producerii lor. Sunt prezentate rezultate obtinute in cadrul proiectului NIMETIM: investigarea integritatii structurale a firelor supraconductoare multifilamentare, evolutia densitatii in cursul procesului de sinterizare FAST. Se subliniaza caracterul complementar al informatiilor furnizate de acest tip de analiza.

- M. Iovea, O.Duliu, G.Mateiasi, M. Neagu, M. Mangu, I. Tiseanu, T. Craciunescu, *Preliminary experiments for X-Ray dual-energy Micro-Tomography quantitative analysis*. Badica, G. Aldica, T. Craciunescu, I. Tiseanu, Y. Ma, K. Togano, *Microstructure of MgB2 samples observed through X-ray Microtomography*
 - acceptata pentru prezentare la *Workshop on X-Ray Micro Imaging of Materials, Devices, and Organisms*, 22-24 October 2008 Dresden, Germany

Lucrarea prezinta o metoda pentru analiza multimaterial/multienergie pe configuratii tomografice nano si microfocus. In premiera s-au obtinut tomograme dual-energy pentru probe la care dimensiunea pixelului a ajuns pana aproape de 1 micron.

- M. Iovea, G.Mateiasi, M. Neagu, M. Mangu, O. Duliu, I. Tiseanu, T. Craciunescu, *Materials microanalysis technique by dual-energy X-ray Tomography and Radioscopy*
 - prezentata la *NDT 2008 15-18 September, Shrigley Hall Hotel, Nr Macclesfield, Cheshire, UK*

Lucrarea prezinta rezultate experimentale ale tomografiei de energie duala in analiza unei palete largi de materiale: minerale, materiale organice, etc obtinandu-se reconstructii cu buna rezolutie spatiala (13 micrometri – 0.4 mm)

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)

Parteneriatul creat in cadrul proiectului NIMETIM a condus la realizarea unei retele de laboratoare de imagistica performanta la nivel mondial, pentru o larga gama de aplicatii implicand o paleta diversa de compozitii, dimensiuni si rezolutii spatiale (20 nm / 500

nm / 10 micrometri / 300 micrometri).

PERSPECTIVE

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

Rezultatele obținute în cadrul proiectului deschid perspectiva dezvoltării în continuarea a tehnicilor de investigare tomografică care să impună tomografia ca instrument de măsurare de coordonate utilizarea ei pentru *reverse engineering* și *fast prototyping*. Aceasta ar furniza industriei un instrument rapid și de mare acuratețe pentru controlul procesului de producție.

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.)

1 articol și 3 abstract-uri ale lucrărilor prezentate la conferințe internaționale, 1 lucrare în formă extinsă prezentată la o conferință internațională.
