

# ISTITUTO NAZIONALE DI FISICA NUCLEARE

Sezione di Legnaro

---

INFN/TC-88/18

6 Aprile 1988

A. Cecchi, R. Pengo, F. Scarpa e P. Spolaore:

"IMPIANTO DI RIDUZIONE E IDROGENAZIONE"

# IMPIANTO DI RIDUZIONE E IDROGENAZIONE

INFN/TC-88/18

6 Aprile 1988

R.Pengo, F.Scarpa, P.Spolaore  
INFN-Laboratori Nazionali di Legnaro  
I-35020, LEGNARO (Padova, Italy)

A.Cecchi  
INFN-Sezione di Firenze  
I-XXXXX, FIRENZE (Italy)

## Riassunto

In questo lavoro viene descritto l'apparato strumentale messo a punto presso i Laboratori Nazionali di Legnaro (L.N.L.) al fine di produrre reazioni chimiche di riduzione e idrogenazione.

Le reazioni eseguibili con la strumentazione realizzata sono la riduzione degli ossidi e la idrogenazione degli elementi.

Sono riportate alcune applicazioni.

### 1. Introduzione

Gli esperimenti di fisica nucleare richiedono spesso bersagli ridotti allo stato elementare di metalli isotopicamente arricchiti. Per isotopi di molti elementi la riduzione chimica risulta spesso costosa, raggiungendo prezzi in alcuni casi intorno a 1500 US \$. Si è quindi pensato alla realizzazione di un impianto che permette anche l'esecuzione di reazioni di idrogenazione per l'ottenimento degli idruri di elementi da utilizzare in una sorgente di tipo *sputtern* per ioni negativi.

### 2. Descrizione

L'apparecchiatura è schematizzata in Fig.1.

E' realizzata in massima parte utilizzando componenti da vuoto standard. In essa si può raggiungere un vuoto di  $2 \times 10^{-5}$  mbar in un tempo ragionevolmente breve per mezzo di una pompa turbomolecolare da 33 l/sec.

Il funzionamento è molto semplice: l'idrogeno proveniente dal contenitore, viene immesso in un filtro al palladio riscaldato ad una temperatura di 400-500 °C. L'idrogeno a quella temperatura può diffondere e venire immesso nel circuito d'utilizzo. Un misuratore tipo Bourdon permette la scelta della quantità di gas da utilizzare, controllandone la pressione. Attraverso componenti in acciaio inox l'idrogeno arriva in un tubo di quarzo

chiuso ad una estremità, dove si trova il preparato per la reazione. Il tubo di quarzo è inserito al centro del forno tubolare che raggiunge la temperatura massima di 1300 °C. La temperatura viene mantenuta costante al valore preselezionato per il tempo voluto.

### 2.1 Riduzione

Nel caso della riduzione è necessario che la reazione chimica avvenga in flusso di idrogeno, anziché in ambiente stazionario. In tal caso il vapor acqueo viene asportato, via via che si forma, in un flusso di gas scaricato all'esterno e controllato per mezzo di un flussometro opportunamente tarato. Valori normalmente usati sono di circa 0.25 l/sec per alcune ore. Con questa apparecchiatura si sono eseguite finora riduzioni di isotopi arricchiti di  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{Sn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{WO}_3$  a temperature variabili da 500 °C e 900 °C.

### 2.2 Idrogenazione

Alcuni elementi chimici quali ad esempio il Ti e il Ca per la loro scarsa affinità elettronica, hanno difficoltà a diventare ioni negativi. D'altra parte al fine di ottenere da un acceleratore di tipo Tandem fasci di particelle di tali elementi, occorre poter disporre in forma di ione negativo. L'alternativa di usare composti quali  $\text{CaO}^-$  e  $\text{TiO}^-$  è svantaggiosa in quanto riduce notevolmente l'energia cinetica raggiungibile.

A tale scopo campioni di questi elementi sono stati idrogenati in atmosfera d'idrogeno prima di essere utilizzati. Tale tecnica è stata soprattutto sviluppata al fine di poter disporre di fasci di particelle di  $^{48}\text{Ca}$  di notevole importanza per esperimenti di fisica nucleare.

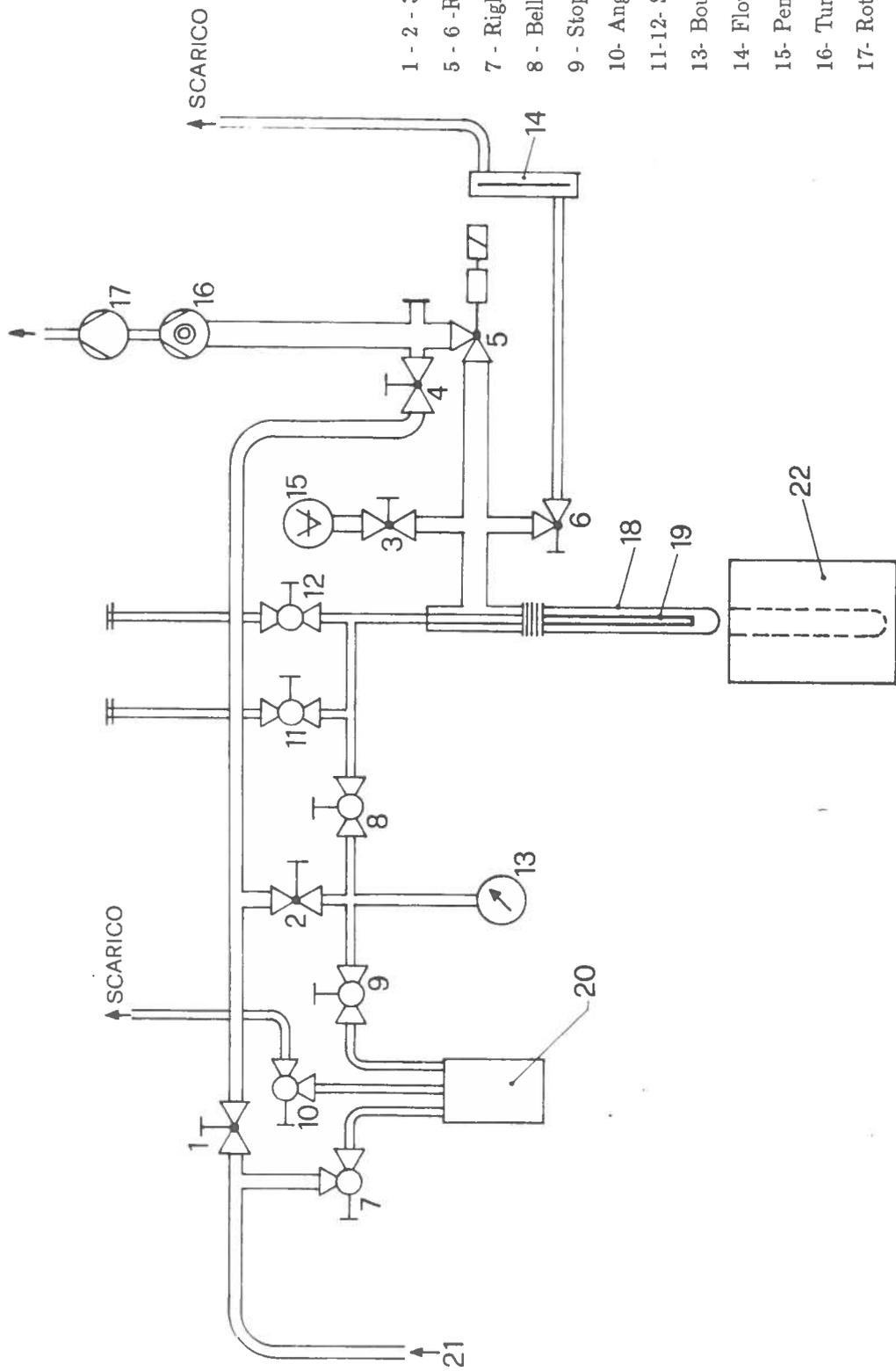
### 2.3 Target d'idrogeno

L'apparecchiatura è stata anche utilizzata per la preparazione di target d'idrogeno. A tale scopo films di Ti ottenuti per evaporazione sotto vuoto e con spessori di circa 100  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  su backing di Fe e Gd sono stati introdotti nel tubo di quarzo, portati in atmosfera d'idrogeno (ca. 300 mbar) a 500 °C e lasciati per alcune ore. In seguito vengono riportati lentamente a temperatura ambiente ed estratti dal tubo di reazione.

### Conclusione

E' stata realizzata una apparecchiatura che permette: a) la riduzione di ossidi di metalli in flusso d'idrogeno; b) la preparazione per idrogenazione di sorgenti d'ioni negativi per Tandem; c) la preparazione di target di idrogeno.

L'apparecchiatura è stata costruita modularmente in modo da poter eseguire anche reazioni di ossidazione e nitratazione con isotopi arricchiti.



**LEGENDA**

- 1 - 2 - 3 - 4 - Straight through valves
- 5 - 6 - Right angle valves (electro-pneumatic) DN 40 KF
- 7 - Right angle stop cock
- 8 - Bellow stop cock
- 9 - Stop cock
- 10- Angle stop cock
- 11-12- Stop cocks
- 13- Bourdon pressure meter
- 14- Flow-meter
- 15- Penning vacuum head
- 16- Turbo-molecular vacuum pump
- 17- Rotary vacuum pump
- 18- Quartz tube
- 19- Alumina pipe
- 20- Palladium filter
- 21- Hydrogen inlet
- 22- High temperature oven

**FIG.1 (schema dell'apparechiatura)**