



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00394**

(22) Data de depozit: **27.04.2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.12.2014** BOPI nr. **12/2014**

(41) Data publicării cererii:
30.09.2011 BOPI nr. **9/2011**

(73) Titular:

• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA LASERILOR,
PLASMEI ȘI RADIAȚIEI,
STR. ATOMIȘTILOR NR.409, MĂGURELE,
IF, RO**

(72) Inventatori:

• **POPOVICI ERNEST, ALEEA REȘIȚA D
NR.7, BL.A 5, SC.B, ET.3, AP.26,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **MORJAN ION,
STR.CĂRĂMIDARII DE JOS NR.1, BL.76,
SC.B, ET.8, AP.79, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALEXANDRESCU RODICA,
STR.GHEORGHE BRĂȚIANU NR.48, ET.1,
AP.1, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **VOICU ION, STR.VASILE DUMITRESCU
NR.24, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **GAVRILĂ-FLORESCU CARMEN LAVINIA,
STR.FOȘANI NR.4, BL.M 182, SC.1, ET.9,
AP.200, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **MORJAN IULIANA,
STR.CĂRĂMIDARII DE JOS NR.1, BL.76,
SC.B, ET.8, AP.79, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **LUCULESCU ROMEO CĂTĂLIN,
DRUMUL TABEREI NR.104, BL.M 17, SC.A,
ET.5, AP.30, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **DUMITRACHE FLORIAN,
STR. PECINEAGA NR.7, BL.25, SC.2, ET.3,
AP.31, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SANDU ION, STR.VINTILĂ MIHĂILESCU
NR.16, BL.70, SC.2, AP.102, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **FLEACA CLAUDIU-TEODOR,
ALEEA POIANA CERNEI NR.4, BLE 4,
SC.A, ET.7, AP.37, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SCĂRIȘOREANU GINA MONICA,
STR.SCHITULUI NR.11, BL.11 B, SC.1,
ET.5, AP.34, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **DUTU ELENA, CALEA FERENTARI NR.15,
BL.95, SC.4, PARTER, AP.100, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **BARBUT ANCA DANIELA, STR.NOVACI
NR.4, BL.S 9, SC.B, ET.4, AP.54,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

US 2010/0092367 A1; US 6387531 B1

(54) **INSTALAȚIE DE SINTEZĂ DE NANOPARTICULE PRIN
PIROLIZĂ LASER**



1 Inventția face parte din domeniul tehnic al nanotehnologiilor. Mai precis, invenția se referă la producția de nanoparticule prin piroliză laser.

3 Materialele nanostructurate au cunoscut o dezvoltare foarte puternică în ultimii câțiva ani. Domeniile de aplicare sunt variate, precum electronică, aplicații biomedicale, optică, tehnologie. Drept urmare, apare o cerință pentru nanoparticule într-o cantitate suficientă cu aplicația propusă. Una dintre cerințele pentru nanostructuri este de-a avea origine artificială, adică obținute în urma unei activități umane.

7 Stadiul tehnic în domeniu este exprimat cel mai pregnant de o instalație de sinteză cu un sistem de vaporizare a precursorilor lichizi Bronkhorst (**US 20100092367**), însă care are limita tehnologică de lucru de 200°C, fiind un sistem care nu asigură cerințele de-a fi utilizat într-un domeniu tehnic de vârf, deoarece nu asigură un control riguros al temperaturii substanței active, adică peste limita de vaporizare și sub limita de descompunere, în toate punctele sistemului, fără abateri punctuale posibile. Alte sisteme, cum ar fi barbotarea sau vaporizarea ultrasonică, asigură procesarea precursorilor lichizi în stare bifazică: vapori-gaz, cu posibilitatea de condensare, ce reduce durata sintezei prin procesul de piroliză sub acțiunea fasciculului laser datorită expansiunii termice a vaporilor precursorului. Alt neajuns este reducerea temperaturii sintezei din cauza consumului de energie pentru vaporizarea particulelor lichide, ceea ce duce la utilizarea ineficientă a energiei disponibile a fasciculului laser. Prin mărirea debitului gazului de confinare se micșorează productivitatea la o valoare redusă și limitată.

21 Documentul **US 20100092367** exprimă stadiul tehnicii în acest domeniu, care însă:

23 a) precizează transformarea precursorului lichid în faza de vapori, dar nu și temperatura care să determine starea fazei în care se află substanța lichidă, temperatura de încălzire fiind inferioară temperaturii de vaporizare a precursorului lichid;

25 b) nu se fac precizări privind temperatura de încălzire, care este foarte importantă privind starea fizică a substanței, modul de încălzire, controlul procesului de încălzire în funcție de caracteristicile fizice ale precursorului lichid;

27 c) în paragraful 0029 al documentului se face referire la faza de vapori și la faza de gaz, fără precizări care să se refere la temperatura de încălzire a precursorului lichid, în contextul în care faza de gaz și cea de vapori ale unei substanțe, din punct de vedere al stărilor de agregare a substanțelor, înseamnă stări diferite fizic și foarte bine delimitate, faza de gaz, în stadiul actual al tehnicii, neputând fi asigurată prin mijloace comerciale de vaporizare, de exemplu, cele ale firmei Bronkhorst;

33 d) în paragraful 0045 se face comparație între injecția de substanțe în faza de vapori și aerosoli, dar nu și în faza de gaz, adică fără precizarea unei limite de temperatură pentru fluidul injectat. S-a făcut această comparație utilizând sisteme ca barbotarea, dispersia ultrasonică și vaporizarea în faza de vapori; toate aceste metode asigură un timp de sinteză limitat, în funcție de temperatura de încălzire a lichidului;

39 e) în tabelul 1 al documentului, utilizarea unei puteri laser de 2,5 kW este exagerată (ridicată) și se datorează faptului că fluidul injectat pentru sinteză este în faza de vapori;

41 f) nu sunt referiri privitoare la durata sintezei. Acest tip de sinteză nu asigură dezideratul ca sinteza să fie continuă, pentru perspectiva unor aplicații industriale;

43 g) neavând nicio precizare cu privire la regimul termic al fluidului, practic nu se poate vorbi despre reproductibilitatea sintezelor, deoarece temperatura fluidului trebuie foarte bine controlată și precizată față de o referință care este temperatura de vaporizare - în cazul dat;

45 h) în paragraful 0071 se face precizarea că dispozitivele prezentate în fig. 1 se găsesc în comerț produse de firma Bronkhorst; într-adevăr, tot sistemul se găsește și poate fi achiziționat în diferite variante, și sistemul probabil este brevetat de firmă, conform:

49 - http://www.bronkhorst.com/en/products/vapour_delivery_systems/

51 - <http://www.bronkhorst.com/files/downloads/brochures/cem.pdf> - CEM Liquid Delivery System with Vapour Control (instalația prezentată în document este o aplicație la un sistem existent);

RO 126660 B1

- i) în fig. 2 și în paragrafele 0073-0098 din document sunt recomandări de utilizare a sistemului comercial prezentat la pct. h); 1
- j) referitor la eficiență: pentru o putere laser de 2,5 kW și 100 g/h, eficiența instalației conformă documentului US este mică; 3
- k) nu este clar ce probleme rezolvă de fapt invenția, dacă este o aplicație de laborator a unui produs sau a unui sistem din comerț; 5
- l) fără indicarea, recomandarea și precizarea unor parametri de natură fizică - temperaturi și presiunea precursorilor, modul și asigurarea controlului temperaturilor în sistem - nu este asigurată reproductibilitatea sintezei. 7
9
- Obiectivul invenției constă în obținerea și producerea de materiale nanostructurate prin piroliză laser, utilizând precursori lichizi în fază gazoasă cu temperaturi de vaporizare sub și peste 200°C, dar nedepășind 500°C în vaporizator. 11
- Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în prevederea unor elemente de control al parametrilor fizici ai unei instalații de producere de nanoparticule care să permită menținerea în parametri optimi de funcționare a instalației, și producerea unei pulberi nanometrice de bună calitate, în mod continuu. 13
15
- Instalația de sinteză de nanoparticule prin piroliză laser, conform invenției, utilizând vaporizarea unui precursor lichid, rezolvă această problemă tehnică prin aceea că este compusă dintr-un sistem de alimentare cu precursor și gaz purtător, un vaporizator, în care precursorul este vaporizat și amestecat cu un gaz neutru, un regulator de debit de precursor lichid, un reactor de piroliză a precursorului având un injector de precursor în mod continuu și o zonă de ardere, și o instalație cu laser cu sistem optic de prelucrare a fasciculului, vaporizatorul având o carcasă cilindrică și o parte metalică tubulară interioară, cu un tub radiant cu rezistență electrică, dispus pe direcția axială, și o spirală metalică având canal de circulare a fluidului de vaporizat, pe exteriorul acestuia, cu capete prelungite de intrare și ieșire a fluidului, precum și un mijloc de control automat al temperaturii formei metalice spiralate. Cuplul tub radiant-țeavă metalică spiralată al vaporizatorului este introdus în interiorul unui ansamblu de două țevi de inox - interioară și exterioară, dispuse coaxial cu un spațiu liber între pereții cilindrici, și având la exterior o izolație termică, cu o gaură de fixare a unui termocuplu cu vârful în contact cu țeava metalică spiralată, utilizat ca mijloc de control automat al temperaturii acesteia, prin conectare la un întrerupător electronic de scoatere de sub tensiune a tubului radiant, țeava metalică spiralată fiind compusă din două spirale ce comunică între ele astfel încât să fie realizată combinarea unui gaz inert cu un sensibilizator, cu precursorul vaporizat care este adus în a doua treaptă a vaporizatorului în stare gazoasă, și este injectat apoi în camera de piroliză cu un injector de gaz. 17
19
21
23
25
27
29
31
33
35
- Invenția prezintă următoarele avantaje în raport cu stadiul tehnicii:
- sistemul procesează lichide precursore într-o fază în care aportul de căldură nu mai schimbă starea de fizică a substanței: scăderea sau creșterea aportului de căldură, sau modificarea presiunii în limitele precizate nu produce nici vaporizare prin consum de căldură, dar nici condensare prin răcirea sistemului, ca urmare a reglării automate a temperaturii; 37
39
 - sistemul de injecție este multivalent, cu aplicații industriale, prin adaptarea la posibilitățile și limitările impuse de sursa de fascicul laser; 41
 - sursa laser poate fi de tipul cu fascicul continuu sau pulsant, cu frecvența de minimum 100 Hz; 43
 - sistemul de vaporizare rezolvă problema vaporizării substanțelor lichide cu temperaturi de vaporizare până la 500°C, periculoase și cu mare toxicitate; 45
 - precizia de control al temperaturii substanței vaporizate în tot procesul de vaporizare și transport este sub $\pm 10^\circ\text{C}$; 47

RO 126660 B1

- 1 - nu există posibilități de puncte locale calde (pericol de descompunere) sau reci
(pericol de condensare);
- 3 - flacăra de sinteză nu consumă din energia fasciculului laser pentru a aduce
amestecul la o temperatură peste temperatura de saturație de vaporizare; acest fapt elimină
5 expandarea gazelor și compromiterea confinării - efecte care duc la o ardere turbulentă
(microturbulențele transportă particule în cameră și pot produce depuneri care duc la oprirea
7 după o oră sau o oră și jumătate a sintezei);
- vaporizatorul în IR, cu vaporizare în faza de gaz, prin depășirea temperaturii de
9 vaporizare, exclude existența fazei lichide, fiind termostatat cu o abatere de maximum $\pm 10^{\circ}\text{C}$
a temperaturii de vaporizare - această precizie este obținută printr-un control strict al inerției
11 termice a vaporizatorului, printr-o combinație de material refractar (rezistent până la 1350°C),
învelișuri de oțel inox refractar slab conducătoare de căldură și termoizolație bazaltică - cu
13 preîncălzirea gazelor tehnologice, temperatura maximă de vaporizare fiind până la 500°C .
Întregul sistem asigură etanșeitate și siguranță în cazul utilizării de substanțe toxice și
15 periculoase;
- injectorul cu control termostatat și rupere termică permite măsurare și control direct
17 al temperaturii gazului în fluxul de gaz, sistem de încălzire termostatat;
- în funcție de productivitatea propusă pentru creșterea eficienței, geometria duzelor
19 schimbabile variază atât ca arhitectură, cât și ca poziție față de axa optică a fasciculului;
- reproductibilitatea de rată mare este asigurată prin înregistrarea și reproducerea
21 tuturor parametrilor fizici, chimici și mecanici care caracterizează sinteza și instalația;
- pentru demonstrarea funcționalității și a avantajelor acestui sistem s-au executat
23 sinteze cu TTIP ca precursor lichid. S-a ales TTIP întrucât are temperatura de vaporizare
peste 200°C , mai precis 239°C , și necesită o temperatură de vaporizare de minimum 270°C ,
25 cu respectarea principiului enunțat, superioare celor realizate până în prezent.
- Invenția este prezentată pe larg în continuare, în legătură și cu fig. 1...8, ce
27 reprezintă:
- fig. 1, diagrama de faze a unei substanțe (precursor);
- 29 - fig. 2, diagrama de faze a TTIP (tetraizopropoxid de Ti);
- fig. 3, vaporizatorul în IR termostatat, cu vaporizare în faza de gaz, al instalației;
- 31 - fig. 4, prezentare schematică a instalației cu sistemul alimentării cu lichid;
- fig. 5, ansamblul format din injector, camera de reacție, colectorul de pulbere și
33 trapă;
- fig. 6, ansamblul de injector de gaz al instalației;
- 35 - fig. 7, sistem de alimentare cu lichid a vaporizatorului;
- fig. 8, prezentare modulară cu detalii schematice a instalației de sinteză cu laser.
- 37 Instalația de sinteză de nanoparticule prin piroliză laser, utilizând vaporizarea unui
precursor lichid, conform invenției, este compusă dintr-un sistem de alimentare cu precursor
39 și gaz purtător, având un rezervor de precursor lichid **B** și un regulator de debit de precursor
lichid cu debitmetru **a**, un vaporizator **C** cu termostat **b**, în care precursorul este vaporizat și
41 amestecat cu un gaz neutru, un reactor de piroliză **D** a precursorului având un injector de gaz
E cu termostat **c** pentru precursor, și o cameră de piroliză **d**, și o instalație cu laser **A** cu
43 sistem optic **e** de prelucrare a fasciculului, vaporizatorul **C** având o carcasă cilindrică **1** și o
parte metalică tubulară interioară, cu un tub radiant **2** cu rezistență electrică, dispus pe
45 direcția axială, și o spirală metalică **3** cu canal de circulare a fluidului de vaporizat, pe exte-
riorul acestuia, cu capete prelungite de intrare **i** și ieșire **j** a fluidului, precum și un mijloc de
47 control automat al temperaturii forme metalice spiralate. Cuplul: tub radiant **2** - țevă meta-
lică spiralată **3** este introdus în interiorul unui ansamblu de două țevi de inox - interioară **4** și

RO 126660 B1

exterioră 5, dispuse coaxial, cu un spațiu liber între pereții cilindrici și având la exterior o izolație termică 6 cu o gaură g de fixare a unui termocuplu 7 cu vârful în contact cu țeava metalică spiralată 3, utilizat ca mijloc de control automat al temperaturii acesteia, prin conectare la un întrerupător electronic de scoatere de sub tensiune a tubului radiant, țeava metalică spiralată 3 fiind compusă din două spirale 3a și 3b ce comunică între ele, astfel încât să fie realizată combinarea unui gaz inert, cu un sensibilizator, cu precursorul vaporizat care este adus în a doua treaptă a vaporizatorului în stare gazoasă, și este injectat apoi în camera de piroliză cu injectorul de gaz E.	1 3 5 7
Figurile prezintă următoarele particularități:	9
- fig. 1 evidențiază cele trei stări de agregare a substanței. Sistemul de vaporizare trebuie să asigure condițiile ca precursorul vaporizat să fie în domeniul III;	11
- în fig. 2 este marcat punctul pe diagrama în care s-a lucrat în testele pentru demonstrarea corectitudinii principiului și a invenției: $p = 400 \text{ torr}$ și $t = 270 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_{\text{vaporizare}} = 239\text{ }^\circ\text{C}$; în acest domeniu III nu mai există dezavantajele caracteristice domeniului II unde, dacă nu este depășită temperatura de vaporizare măsurată în fluxul de gaz, pentru vaporizarea fracțiunii de vapori va fi absorbită o parte a energiei fasciculului laser. Domeniul IV este domeniul în care au loc sintezele în domeniul gazos definit prin condițiile:	13 15 17
- (p): $p < 1 \text{ bar}$ și temperatura gazului (t): $t_{\text{fierbere}} < t < t_{\text{descompunere}}$;	
- vaporizatorul în IR cu vaporizare în faza de gaz, termostatat, prezentat în fig. 3, realizează preîncălzirea gazelor tehnologice, temperatura maximă de vaporizare fiind de $500\text{ }^\circ\text{C}$, structura fiind de oțel inoxidabil, cu izolație de fibre bazaltice;	19 21
- în fig. 4 este prezentat schematic și sistemul de alimentare cu lichid, sistemul de vaporizare în faza de gaz termostatat, cu preîncălzirea gazelor tehnologice, sistemul de injecție cu geometrie variabilă, cu rupere termică, cu încălzire termostatată, cu măsurarea directă a temperaturii în fluxul de gaz și cu duze reglabile și schimbabile;	23 25
- în fig. 5, soluția tehnică de ansamblul format din injector, camera de reacție, colectorul de pulbere și trapă este modulară, pentru ușurarea operării, în cazul unei utilizări intensive;	27
- în fig. 6, ansamblul de injector de gaz este prevăzut cu: măsurare directă a temperaturii fluxului de gaz, sistem de încălzire termostatat, rupere termică, duze schimbabile și geometrie variabilă;	29 31
- în fig. 7, sistemul de alimentare cu lichid a vaporizatorului cuprinde: rezervor de lichid presurizat, sistem de valve pentru purjare cu gaz inert și detașare sau completare directă, separator de lichid, debitmetru pentru lichide;	33
- în fig. 8, ansamblul instalației cuprinde: generatorul de fascicul laser, sistem de transport și prelucrare fascicul laser, instalația de sinteză de nanoparticule, unitate de control și reglare a temperaturii, presiunii, debitelor și a densității de putere laser.	35 37
Principiile fizice care stau la baza invenției sunt:	
a) etanșeitatea sistemului trebuie să asigure procesarea substanțelor cu grad mare de toxicitate;	39
b) control complet și integrat al parametrilor sintezei și mai ales al temperaturii substanțelor procesate, în așa fel încât reproductibilitatea sintezei să aibă o rată cumulată de minimum $\pm 5\%$;	41 43
c) creșterea duratei sintezei până la un proces continuu cu oprire voluntară;	
d) productivitatea trebuie să aibă valori ridicate atât cantitativ, cât și specific raportat la unitatea de timp, la unitatea de putere a fasciculului și unitatea de debit de precursor utilizat.	45 47

RO 126660 B1

1 Modalitățile de aplicare a acestora la instalația conform invenției sunt:
2 - sistem de vaporizare a precursorilor lichizi cu temperatura de vaporizare până la
3 500°C, cu preîncălzirea gazelor tehnologice;
4 - vaporizarea lichidelor de mare toxicitate este realizată în condiții de etanșeitate care
5 asigură condiții de securitate pentru sănătatea operatorilor;
6 - sisteme de control automat multipunct al temperaturii, pot menține temperatura
7 gazelor în limite stricte - de minimum $\pm 10^\circ\text{C}$ față de o valoare prestabilită, și nu permit
8 condensarea sau descompunerea substanțelor precursoare;
9 - indicatori mari de productivitate masică specifică (de nanoparticule);
10 - durata sintezei limitată practic doar de sistemul de recuperare a produsului sintezei
11 laser sau de opriri de avarie;
12 - posibilitatea de scalare a sistemului pentru mărirea productivității la scară
13 industrială;
14 - reproductibilitatea condițiilor de sinteză prin precizarea și recomandarea unor valori
15 pentru temperaturi, precizie ridicată a sistemului de control al temperaturilor;
16 - optimizarea modului de eficientizare și armonizare a utilizării caracteristicilor fasci-
17 culului laser, a sistemelor optice de prelucrare-transport-focalizare a fasciculului, a sistemelor
18 de alimentare cu precursori, a arhitecturii camerei de reacție și a camerei de ardere.
19 Invenția rezolvă problema duratei sintezei care ajunge practic fără limitare: un proces
20 continuu similar cu arderea în turbine de gaz.
21 Sinteza cu laser se bazează pe excitația unui compus care absoarbe energia radiației
22 laser și transmite această energie unui mediu de reacție a cărui temperatură crește foarte
23 rapid. Temperatura reactanților crește peste temperatura de descompunere a acestora.
24 După disocierea acestor compuși numiți precursori, nanoparticulele sunt formate și sunt
25 brusc răcite, ca efect al ieșirii din flacără și destinderii în colectorul de pulbere. Această
26 scădere bruscă a temperaturii are ca efect oprirea creșterii particulelor. Particulele astfel
27 obținute sunt nanostructurate. Prin stabilirea diverșilor parametri cum ar fi: debite, presiuni,
28 temperaturi, raporturi masice, natura gazelor tehnologice și de confinare, tipuri de precursori,
29 puterea și prelucrarea fasciculului laser, arhitectura camerei de reacție și de ardere, se obțin
30 nanopulberi cu caracteristici fizice și chimice propuse.
31 Principiului fizic de bază al invenției este: transformarea și utilizarea precursorului
32 lichid în faza gazoasă peste temperatura de vaporizare cu minimum 30°C în așa fel încât
33 căldura de vaporizare necesară să fie furnizată de vaporizatorul special conceput pentru
34 instalația de sinteză și precursorii utilizați să fie numai în stare gazoasă la injectarea în zona
35 de reacție.
36 Temperaturile caracteristice care marchează limitele domeniilor stărilor de agregare
37 ale substanțelor sunt: temperatura de topire, de solidificare sau de înghețare și temperatura
38 de fierbere la presiunea de un bar. Transformările de fază ale stărilor de agregare a substan-
39 țelor sunt: topire-solidificare pentru transformarea solid-lichid și invers, vaporizare și con-
40 densare pentru transformarea lichid-vapori. Între temperaturile de topire și de fierbere există
41 însă coexistența celor două faze: lichid și vapori, aflate în echilibru datorită fenomenului de
42 vaporizare superficială, determinat de parametrii presiune - temperatură. Între temperatura
43 de topire și de fierbere într-o substanță, datorită vaporizării superficiale, coexistă faza de
44 vapori și de lichid, în funcție de temperatura și de presiunea date la presiunea de saturație
45 a vaporilor: dacă scade temperatura, se produce fenomenul de condensare și invers vaporiz-
46 zarea, și la fel pentru variația presiunii: cu scăderea presiunii scade temperatura de fierbere
47 și invers, cu creșterea presiunii crește temperatura de fierbere a substanței în acest
48 domeniu.

RO 126660 B1

La temperatura de fierbere în lichid, pe lângă vaporizarea superficială apare și fenomenul de fierbere în masă, ca la oala de gătit sub presiune. Se ajunge în cele din urmă la o temperatură la care presiunea de vapori este suficient de mare încât bulele formate nu se mai condensează în interiorul lichidului. Această temperatură se numește temperatură de fierbere. După ce lichidul începe să fiarbă, temperatura rămâne constantă până când tot lichidul este transformat în gaz. Temperatura substanței lichide rămâne constantă până la vaporizarea completă a substanței, datorită aportului de căldură pentru vaporizarea în masă a substanței. După vaporizarea completă a substanței, substanța în stare gazoasă cunoaște, datorită aportului de căldură, o creștere de temperatură, în cazul unei transformări izobare. Pentru a înlătura posibilitatea condensării gazului, temperatura trebuie menținută cu minimum 30°C peste temperatura de fierbere caracteristică pentru substanța respectivă. Acest gaz nu mai conține fracțiuni lichide sub formă de vapori sau aerosoli care, prin vaporizare, să consume căldură și să-și mărească volumul în mod brutal, datorită încălzirii în timpul sintezei. Temperatura gazului se măsoară direct în fluxul de gaz. Cantitatea de energie necesară pentru a transforma sau vaporiza un lichid în vapori este numită "căldură de vaporizare". În timpul sintezei, această căldură de vaporizare este furnizată de vaporizatorul conceput și adaptat la multitudinea cerințelor și condițiilor specifice: etanșeitate, control și măsură precisă a temperaturii, inerție termică mare, conectare ușoară, lipsa punctelor locale de încălzire, lipsa punctelor reci, compactitate, securitate și siguranță electrică, posibilitate de mixare a precursorilor ($\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{TEOS}$, cu TEOS = tetraetil-ortosilicat).

Vaporizatorul C conceput pentru aplicarea acestui principiu are următoarele funcții: preîncălzirea gazelor tehnologice (gazul transportor, sensibilizatorul), posibilitate de alimentare cu precursori lichizi din substanțe toxice, cu asigurarea etanșeității substanțelor toxice și periculoase, vaporizarea substanței lichide, măsurare și reglare a temperaturii prin termostatare, izolarea termică față de mediul înconjurător, încălzire radiativă - prin sursă de căldură electrică în infraroșu, izolație electrică.

Instalația și procedura de sinteză de pulberi nanostructurate prin piroliză laser - utilizând precursori lichizi uni-sau multicomponent, inclusiv din cei cu mare toxicitate și cu limită mare a temperaturii de vaporizare, de până la 500°C - exclusiv în faza gazoasă, este obținută printr-un sistem de vaporizare termică în două trepte, cu injectarea precursorului lichid între treapta de preîncălzire și treapta de vaporizare. Dozarea precursorului lichid la temperatura ambientală printr-un sistem de măsură și control a debitului masic tip Bronkhorst. Sistemul de control și menținere a temperaturii procesului multipunct în tot domeniul de operare asigură o precizie de $\pm 10^\circ\text{C}$ față de o valoare prestabilită raportată față de temperatura de vaporizare a precursorului sau a precursorilor - în cazul mixării mai multor substanțe precursore lichide - în toate fazele de procesare a precursorului lichid, și asigură ca temperatura fluidului injectat să fie cea prestabilită, cu minimum 30°C peste temperatura de vaporizare a substanței lichide componente cu cea mai mică temperatură de vaporizare.

Realizarea începe, conform fig. 8, prin realizarea ansamblurilor și sistemelor precizate cu materiale suficient de bune pentru a asigura condiția de a procesa substanțe toxice și periculoase. Generatorul de fascicul laser trebuie să aibă o fiabilitate mare, încât să asigure desfășurarea sintezei fără întreruperi. Sistemele de siguranță trebuie să asigure securitate în cazul apariției unei situații de excepție, și să prevină apariția unor incendii, explozii sau intoxicații. Pentru a obține rezultate optime, se armonizează caracteristicile tehnice, fizice și chimice ale tuturor sistemelor componente ale instalației. Toate normele privind manipularea și utilizarea substanțelor toxice și periculoase, referitoare la materialele

RO 126660 B1

1 procesate, vor fi respectate, iar în lipsa unor prevederi în legislația națională, se respectă
normele internaționale în domeniu. Cerințele importante sunt arătate în desene. Drenarea
3 componentelor lichide vor fi asigurate și prin gravitație.

5 Aplicarea industrială presupune armonizarea principalelor sisteme prezentate în
fig. 1...8, în funcție de performanțele propuse ale instalației, prin specificații tehnice întocmite,
care stabilesc clar performanțele cerute. Pentru a obține rezultatele precizate prin specifica-
7 țile tehnice, caracteristicile tehnice, fizice și chimice ale tuturor sistemelor componente ale
instalației se vor optimiza ca un sistem unitar în așa fel încât să se asigure obținerea rezul-
9 tatului propus.

RO 126660 B1

Revendicare

	1
Instalație de sinteză de nanoparticule prin piroliză laser, utilizând vaporizarea unui precursor lichid, compusă dintr-un sistem de alimentare cu precursor și gaz purtător, având un rezervor de precursor lichid (B) și un regulator de debit cu debitmetru (a), un vaporizator (C) cu termostat (b), în care precursorul este vaporizat și amestecat cu un gaz neutru, un reactor de piroliză (D) pentru precursor având o cameră de piroliză (d) la care este atașat un injector de gaz (E) cu termostat (c), și o instalație cu laser (A) cu sistem optic (e) de prelucrare a fasciculului laser, vaporizatorul (C) având o carcasă cilindrică (1) și o parte metalică tubulară interioară, cu un tub radiant (2) cu rezistență electrică, dispus pe direcția axială, și o spirală metalică (3), cu canal de circulare a fluidului de vaporizat, pe exteriorul acestuia, cu capete prelungite de intrare (i) și ieșire (j) a fluidului, precum și un mijloc de control automat al temperaturii formei metalice spiralate, caracterizată prin aceea că respectivul cuplu tub radiant (2) - țeavă metalică spiralată (3) este introdus în interiorul unui ansamblu de două țevi de inox - interioară (4) și exterioară (5), dispuse coaxial cu un spațiu liber între pereții cilindrici, și având la exterior o izolație termică (6) ce prezintă o gaură (g) de fixare a unui termocuplu (7) cu vârful în contact cu țeava metalică spiralată (3), utilizat ca mijloc de control automat al temperaturii acesteia prin conectare la un întrerupător electronic de scoatere de sub tensiune a tubului radiant, țeava metalică spiralată (3) fiind compusă din două spirale (3a și 3b) ce comunică între ele astfel încât să fie realizată combinarea unui gaz inert cu un sensibilizator, cu precursorul vaporizat care este adus în a doua treaptă a vaporizatorului în stare gazoasă, și este injectat apoi în camera de piroliză (d) cu injectorul de gaz (E).	3 5 7 9 11 13 15 17 19 21 23

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01);

F23D 11/44 (2006.01);

B82B 3/00 (2006.01)

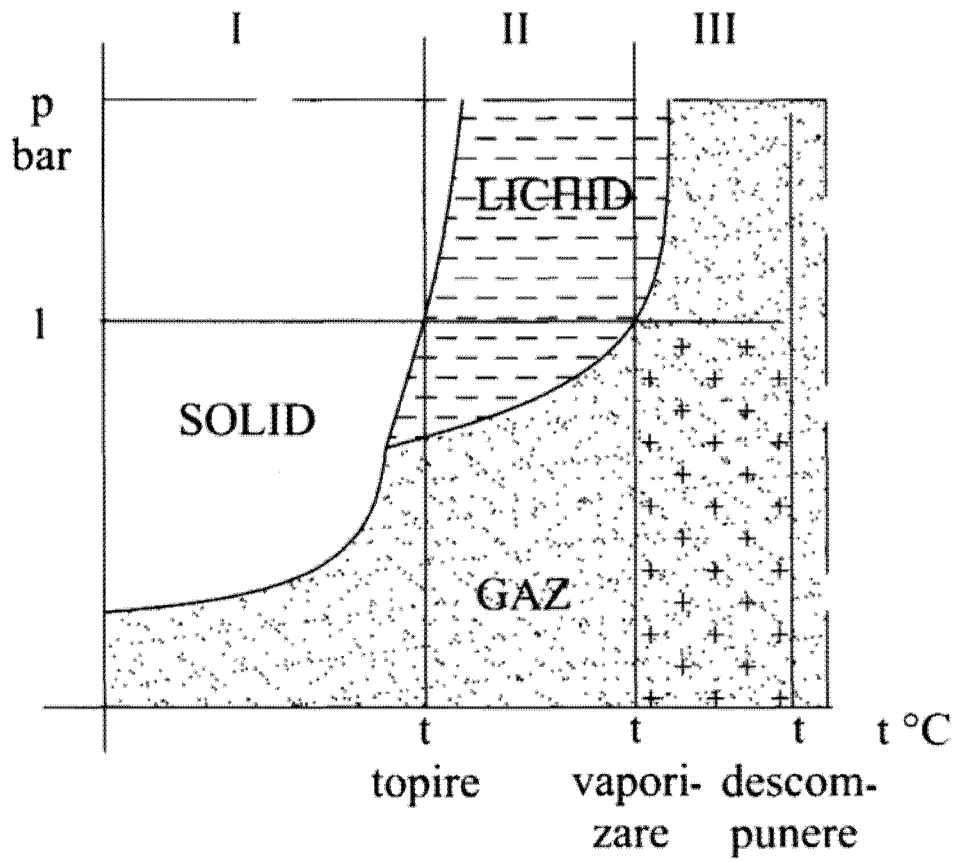


Fig. 1

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01);

F23D 11/44 (2006.01);

B82B 3/00 (2006.01)

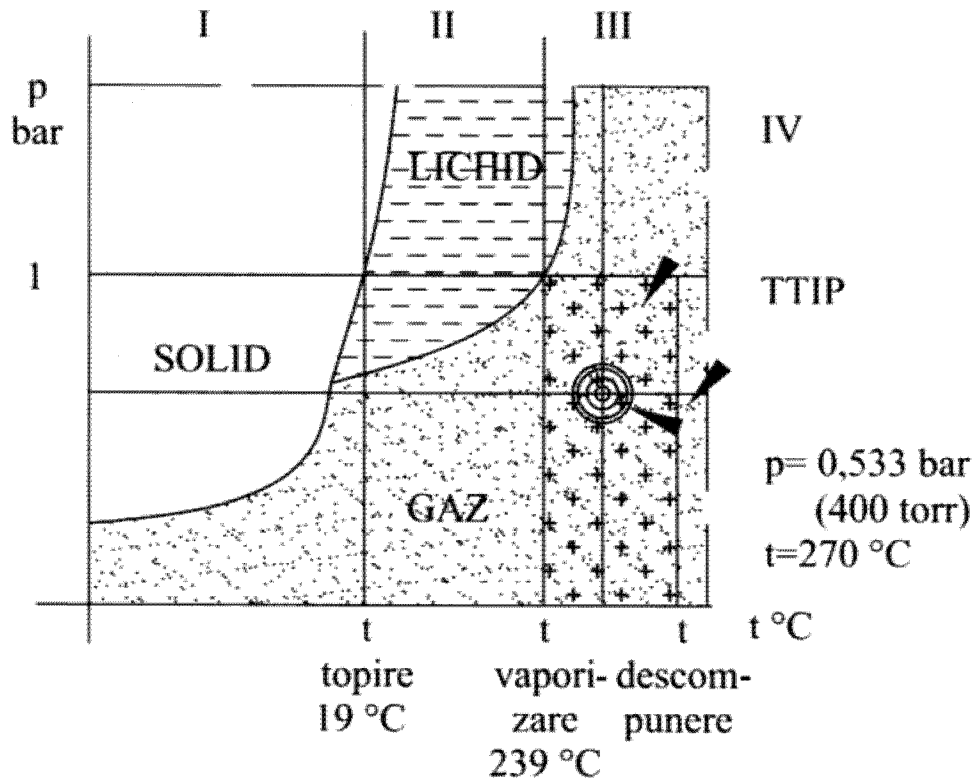


Fig. 2

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01),

F23D 11/44 (2006.01),

B82B 3/00 (2006.01)

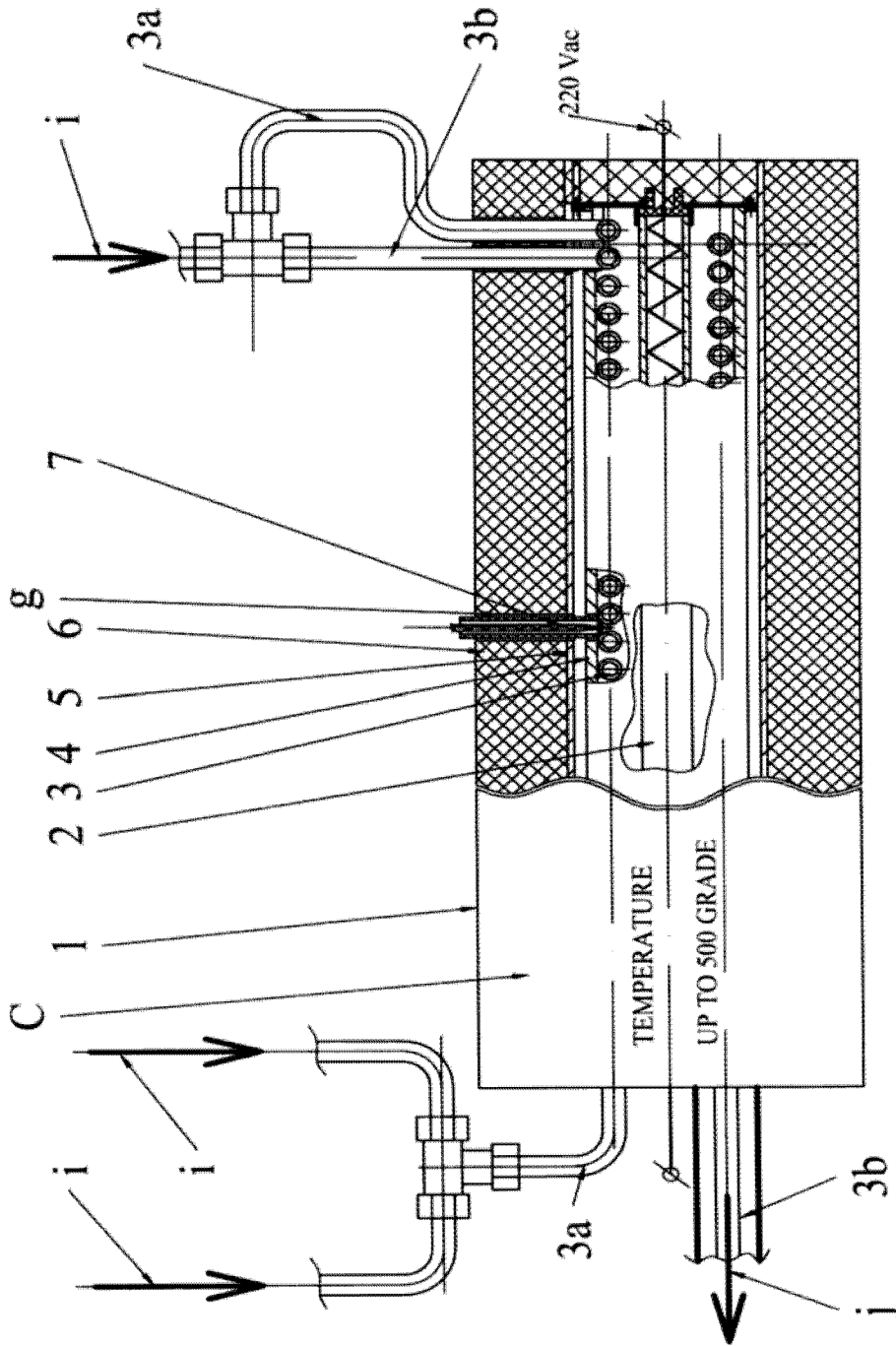


Fig. 3

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01),

F23D 11/44 (2006.01),

B82B 3/00 (2006.01)

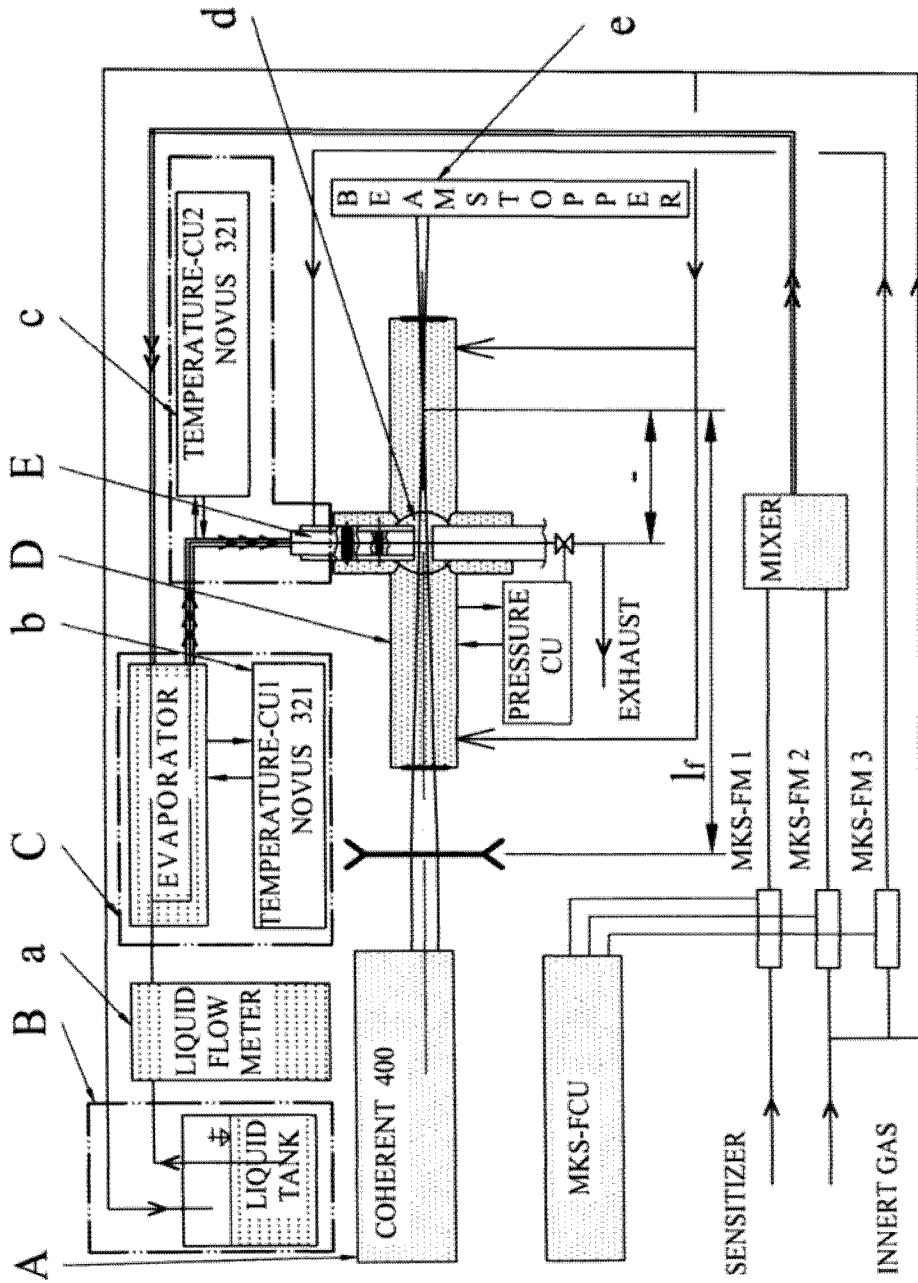


Fig. 4

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01);

F23D 11/44 (2006.01);

B82B 3/00 (2006.01)

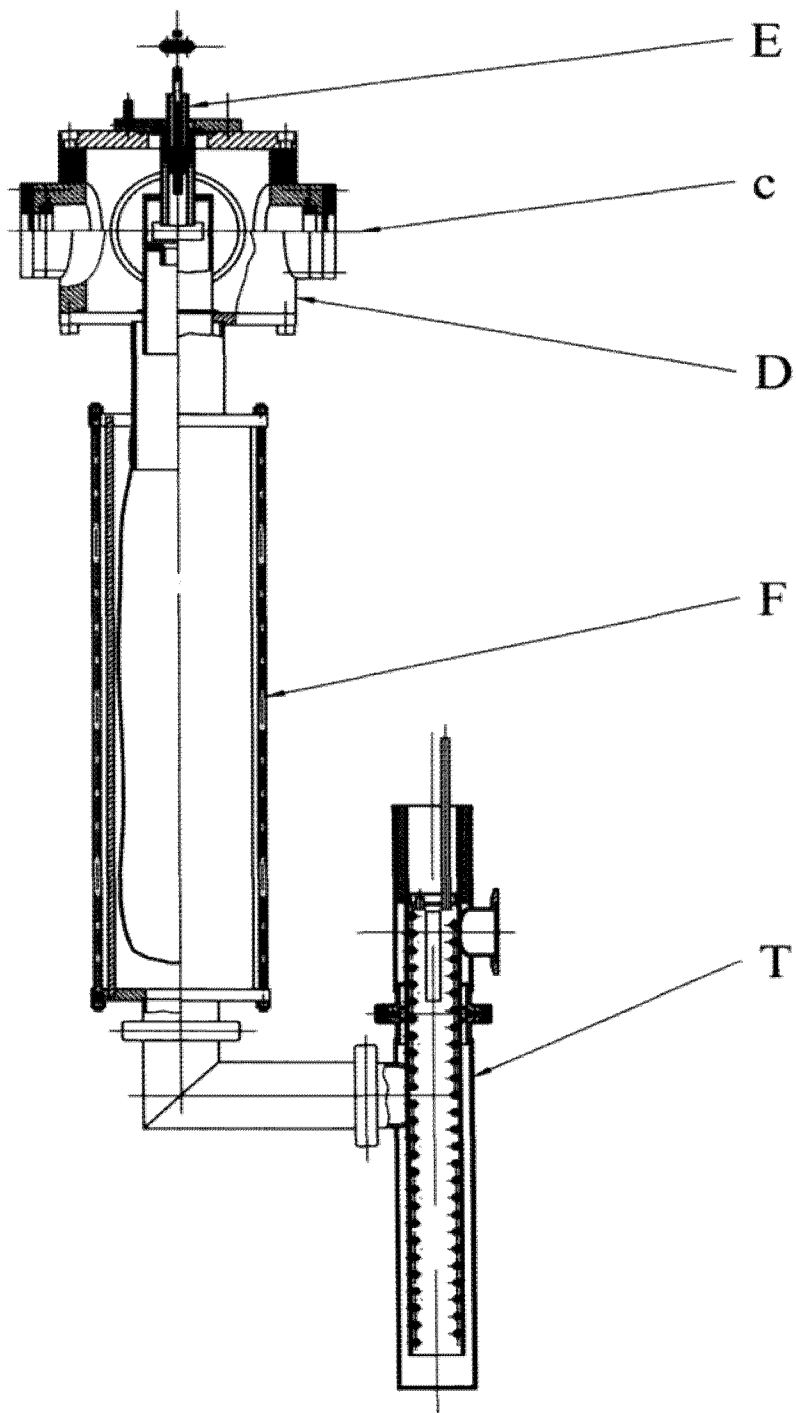


Fig. 5

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01);

F23D 11/44 (2006.01);

B82B 3/00 (2006.01)

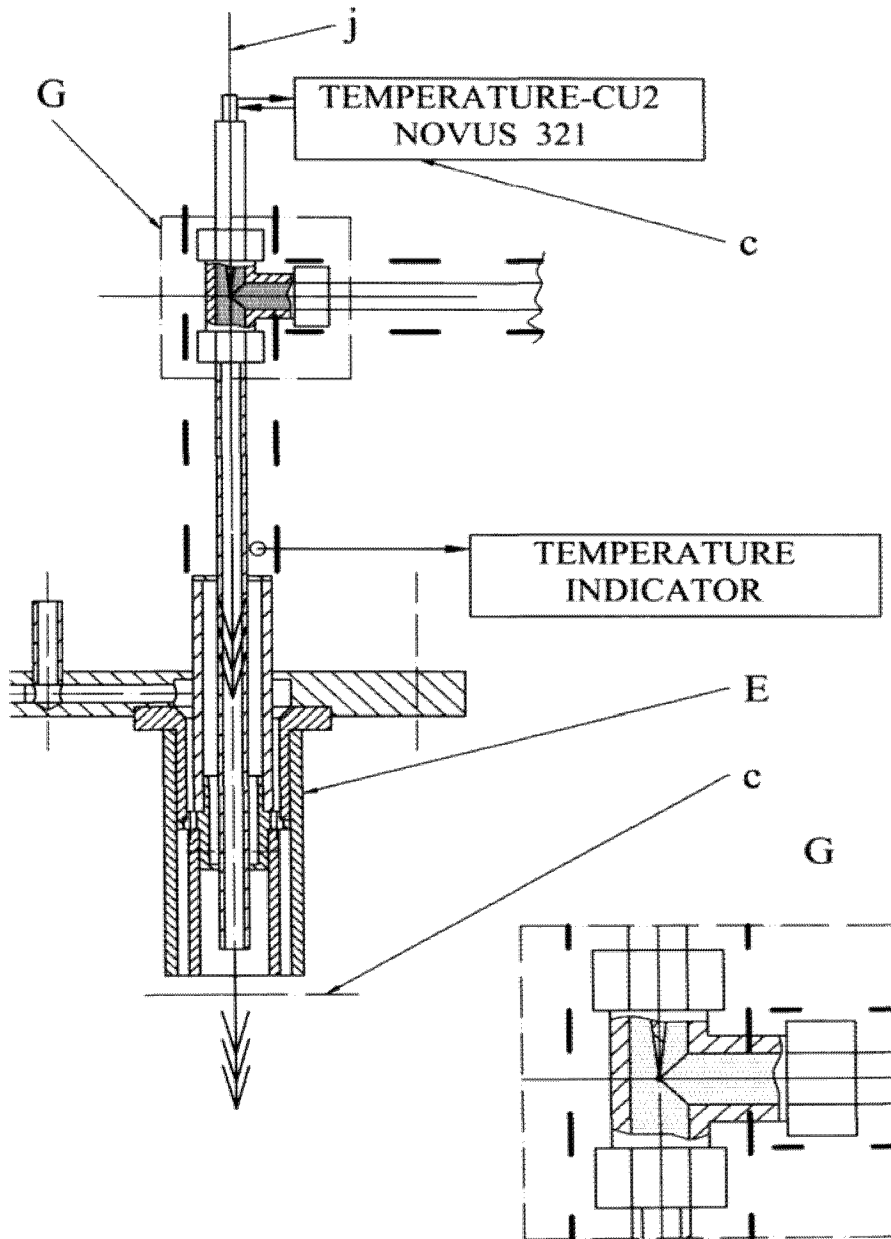


Fig. 6

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01);

F23D 11/44 (2006.01);

B82B 3/00 (2006.01)

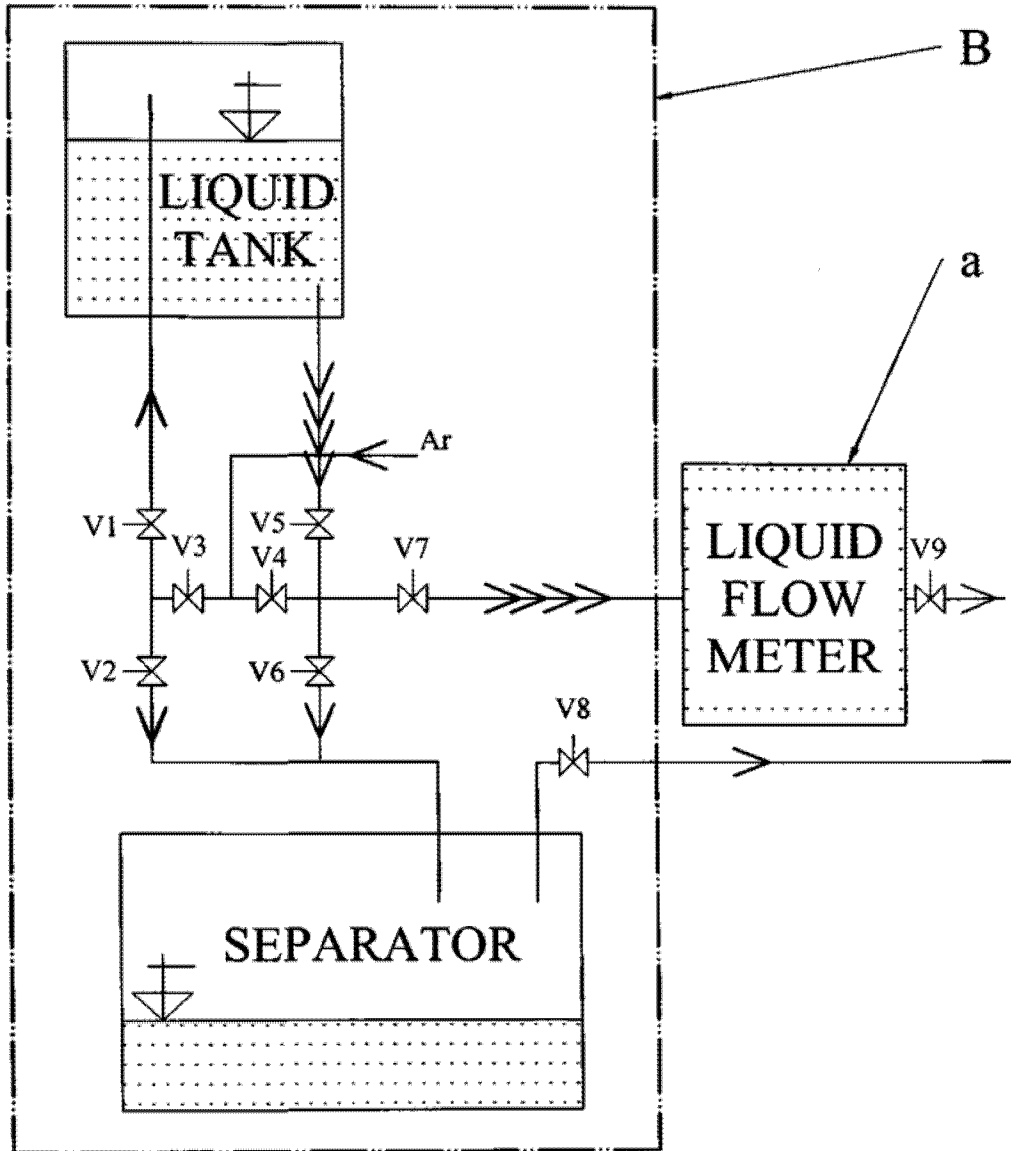


Fig. 7

(51) Int.Cl.

B01J 19/12 (2006.01),

F23D 11/44 (2006.01),

B82B 3/00 (2006.01)

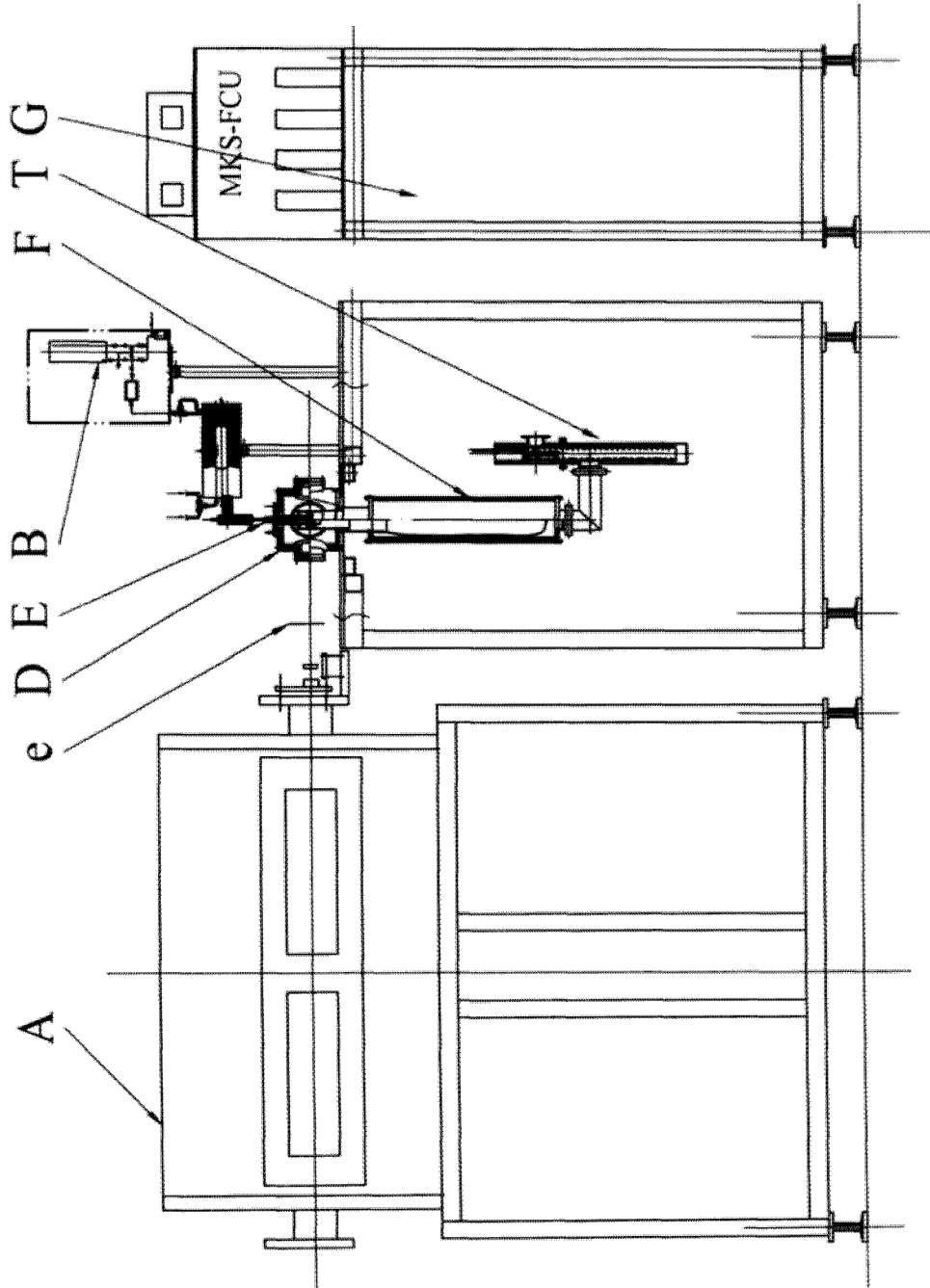


Fig. 8



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 836/2014