



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00935**

(22) Data de depozit: **04/12/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/10/2020** BOPI nr. **10/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/10/2013 BOPI nr. **10/2013**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL PENTRU FIZICA
LASERILOR, PLASMEI ȘI RADIAȚIEI -
INFLPR, STR. ATOMIȘTILOR NR. 409,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **MORJAN ION,
STR. CĂRĂMIDARII DE JOS NR.1, BL.76,
SC.B, ET.8, AP.79, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **POPOVICI ERNEST, ALEEA REȘIȚA D
NR.7, BL.A 5, SC.B, ET.3, AP.26,
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**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**US 7692116 B1; WO 02/076887 A2;
RO 126660 A0**

(54)

INSTALAȚIE DE SINTEZĂ A NANOTUBURILOR CARBONICE PRIN ABLAȚIE LASER A DOUĂ ȚINTE NEPARALELE



RO 128917 B1

1 Invenția se referă la o instalație de sinteză a nanotuburilor carbonice prin ablație laser.
2 Invenția face parte din domeniul tehnic al nanotehnologiilor și a tehnologiei laser care
3 au o contribuție importantă pentru aplicații în diferite domenii ale științei și tehnicii, cum ar fi în
4 industria electronică și microelectronică, în domeniul biotehnologiei și a medicinei, în industria
5 chimică, mai precis în industria protecțiilor anticorozive, etc.

6 Principalele metode de obținere a nanotuburilor (NT) constau în descărcarea electrică
7 între electrozi de grafit sau depunerea chimică prin vaporizare (CVD) ori prin ablație laser.
8 Aceste metode de bază pot fi mixate și îmbinate. Obținerea nanotuburilor prin descărcarea
9 electrică între electrozi de grafit sunt prezentate detaliat [1], electrozii sunt din grafit de puritatea
10 de 99,999%, configurația celor doi electrozi sunt diferite: anodul (A) de Φ 6x80 mm și catodul
11 (K) un pătrat de 40 mm și gros de 10 mm. Curentul de descărcare de 18-30 V la 40-80 A.
12 Această variantă a fost utilizată în mai multe variante [2], [3], [4]. Tehnica obținerii de nanotuburi
13 prin CVD este preferată cu toate că prezintă un dezavantaj major, în utilizare, pentru că
14 rezultatul apare ca o depunere de film subțire și procesarea ulterioară este greoaie din această
15 cauză. Se bazează pe vaporizarea materiei și depunerea pe o suprafață, care de regulă,
16 prezintă un corp rece. Recuperarea corpului rece prin aplicarea procesului de depunere chimică
17 prin vaporizare (CVD) este prezentată prin instalația [5], care asigură un flux tehnologic
18 continuu. O sinteză cu metan cu încălzire într-un cuptor tubular în flux continuu [6]. O
19 combinație este un tip de reactor cu pat fluidizat și depunerea chimică catalitică prin vaporizare
20 (FB-CCVD) care asigură din punct de vedere tehnologic un flux continuu [7]. Alte variante
21 prezentate în [8], [9], [10], [11], [12], [13], [14] finalizate și în brevete, prezintă calea în principal
22 a metodei CVD. O metodă aparte este utilizarea plasmei în metoda de depunere chimică prin
23 vaporizare cu plasma (PECVD) [15]. O metodă studiată dar care nu este productiv să fie
24 economic acceptabil: cantitate mică și scumpă [16], [17], [18]. Analiza a trei metode sau
25 combinația lor este evidențiată și comparată [22], [23], [24]. O comparație între instalații de
26 laborator privind ablația în descărcarea în arc și în fascicul laser este făcut în [25]. Depunerea
27 chimică prin vaporizare datorită fasciculului laser este o metodă productivă care însă păstrează
28 dezavantajul datorită recuperării nanostructurilor rezultate așa cum rezultă din [26], [27], [28],
29 [29]. Analizarea diferitelor metode de obținere a nanotuburilor [30], [31], [32] evidențiază nivelul
30 tehnicilor la care s-a ajuns în aceste sinteze și aplicațiile imediate și directe care cer anumite
31 proprietăți pentru a fi utilizate. Însă cel mai important ce rezultă din studierea referințelor este
32 ca din punct de vedere a costurilor și a productivității o instalație trebuie să fie profitabilă.

33 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în crearea condițiilor fizico-chimice
34 de realizare a parametrilor ceruți pentru sinteza de nanotuburi de carbon.

35 Instalația de sinteză a nanotuburilor carbonice, conform invenției, prin ablație laser a
36 două ținte neparalele este prevăzută cu o sursă laser, un ansamblu suport mobil multireglabil,
37 un dulap de control proces și alimentare electrică, iar pentru îndeplinirea condițiilor fizico-chi-
38 mice de realizare a parametrilor ceruți pentru sinteza de nanotuburi de carbon, fiind carac-
39 terizată prin aceea că mai conține o cameră de reacție unde interacționează fasciculul laser cu
40 ținta, un cuptor de preîncălzire prevăzută cu tub refractar legat cu camera de reacție printr-o
41 flanșă de legătură, un cuptor de creștere nanotuburi prevăzută cu tub refractar cuplat la un
42 sistem gravitațional de recuperare a nanotuburilor de carbon, un sistem de transfer și prelucrare
43 fasciculului laser, funcție de generatorul de fascicul laser disponibil care asigură trans-
44 portul/splitarea fasciculului și focalizarea prin cele două ferestre pe țintele care se rotesc în
45 poziții excentrice prin niște elemente optice în bandă largă transmisive sau reflective, astfel
46 încât jeturile de plasmă generate să fie sincronizate ca direcție și intensitate, un sistem de
47 vidare și un sistem de răcire, prevăzută cu senzor de debit și acționare electrică centrală de pe
48 panoul dulapului de control proces și alimentare electrică, pentru a ține la o anumită tempera-
49 tură de lucru în camera de reacție.

RO 128917 B1

Conform invenției, crearea condițiilor de realizare a parametrilor indispensabili sintezei ține cont de aplicarea cunoștințelor și particularităților atât a tehnologiei laser cât și în domeniul termotehnic, tehnica vidului, gazodinamică, interacțiunea radiației laser cu materia etc, îndeplinind următoarele obiective:	1
- conturarea și controlul precis a fluxului de gaze precursorare format din gaze de transport neutre Ar, He și active cu conținut de carbon ridicat;	3
- controlul riguros a fluxului de gaze sub aspect cantitativ la nivel masic și a parametrilor fizice cum este presiunea, temperatura;	5
- ablația cu fasciculul laser a două ținte care asigură direcționalitate bună pentru plasma produsă prin ablație laser și are ca efect creșterea masei de material smuls prin ablație din ținta cu o contribuție importantă la productivitate;	7
- sincronizarea mobilității celor două ținte printr-un sistem digital de control a vitezei lor;	9
- transportul și prelucrarea fasciculului laser prin utilizarea unui singur generator de fascicul, splitarea fasciculului către cele două ținte și focalizarea controlată individuală pe fiecare țintă separat, astfel încât jeturile de plasmă generate să fie sincronizate ca direcție și intensitate;	11
- asigurarea unui control vizual permanent asupra zonei de reacție atât în timpul reglajului a fasciculului focalizat pe țintă cât și în timpul procesului propriu-zis;	13
- izolația termică combinată cu inerția termică constructivă a camerei asigură o temperatură a mediului de reacție bine controlată;	15
- sistemul de răcire care asigură funcționalitatea etanșărilor atât a celor cu element de etanșare mecanică sau elastică în limita temperaturilor de lucru prevăzute;	17
- conexiunea gazodinamică între zona de preîncălzire și de creștere a nanotuburilor cu eliminarea efectelor de curgere turbulentă;	19
- controlul tunelului de creștere a nanotuburilor sub aspect cinematic, gazodinamic și a parametrilor fizici (temperatura și presiune) care evită depunerea de material solid în tunel;	21
- controlul temperaturii și a duratei de creștere a nanotuburilor;	23
- recuperarea nanotuburilor printr-un sistem de filtrare gravitațională pentru evitarea colmatării a filtrelor ceramice și combinat cu un sistem eficient de răcire a fluxului de material solid și gaze la părăsirea tunelului de creștere a nanotuburilor;	25
- posibilitatea de scalare industrială.	27
Prezentarea avantajelor invenției în raport cu stadiul tehnicii:	29
Invenția reprezintă un pas înainte în domeniul nanotehnologiei, în speță în producerea de nanotuburi care pentru prima dată prezintă o instalație care rezolvă câteva probleme importante în acest domeniu datorate cunoștințelor și experienței acumulate în domeniul sintezelor fotochimice cu laserul, a tehnologiei laser și a aplicațiilor sale în diferite domenii, a interacțiunii dintre radiația laser cu materii sub diferite forme de stări de agregare (gazos, lichid, solid), și anume:	31
- modul de recuperare a nanotuburilor este în stare solidă și nu sub forma depunerilor pe corpuri reci, filme subțiri, etc;	33
- sunt utilizate două ținte sincronizate care asigură directivitatea jetului de plasmă rezultat în urma compunerii celor două jeturi de plasmă generate de cele două ținte iradiate;	35
- faptul că prin preîncălzirea fluxului de gaz de transport jetul de plasmă nu este răcit și este posibilă creșterea nanotuburilor în tubul refractar încălzit la o temperatură la care creșterea nanotuburilor este asigurată;	37
- sunt eliminate procesele de postprocesare; este o instalație pilot de mare productivitate cu aplicare industrială directă;	39
- reprezintă o unitate tehnologică distinctă prin componentele care intră în compunerea sa.	41
	43
	45
	47
	49

RO 128917 B1

1 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției și în legătură cu figurile care
reprezintă:

3 - fig. 1, schema bloc a instalației pentru evidențierea procesului de sinteză a
nanotuburilor,

5 - fig. 2, vedere frontală a instalației propriu-zise,

7 - fig. 3, structura zonei active de ablație, prin evidențierea modului de poziționare a
tuburilor refractare și a cuptoarelor de preîncălzire și de creștere a nanotuburilor.

9 Invenția reprezintă o instalație complexă destinată realizării de nanotuburi prin ablație
laser a două ținte. În principial, instalația se compune din ansambluri funcționale legate între ele
fizic sau prin canale de comunicație optice și/sau electrice, care fizic pot fi detașate, vezi fig. 1
11 schema bloc care reprezintă conexiunea diferitelor sisteme. Ansamblul **1** central al sistemului
este un bloc compus din camera **2** de reacție, cuptorul **3** de preîncălzire al gazelor, cuptorul **4**
13 de creștere nanotuburi cu tub refractar, sistem **7** de vidare și un sistem **8** de răcire. Alte sisteme
componente ale instalației de sinteză sunt: sistemul **5** gravitațional de recuperare nanotuburi,
15 sistemul **6** de transfer și prelucrare fascicul laser, ansamblul **9** suport mobil/multireglabil, sursa
10 laser de mare putere cu undă continuă sau pulsată cu frecvență peste 20 kHz funcție de sis-
17 temul de pompaj și dulapul **11** de control proces și alimentare electrică. Sisteme auxiliare nepre-
zentate în fig. 1 sunt: sursa de aer comprimat, sursa de gaze de proces, care au caracteristici
19 și construcție comune acestor sisteme.

21 Camera **2** de reacție este o incintă vidată care lucrează la o presiune subatmosferică
și cu etanșeitate foarte bine controlată pentru evitarea contaminării procesului cu gaze
atmosferice, are mai multe porturi cu funcționalități bine determinate. Două porturi sunt desti-
23 nate pentru accesul în camera **2** de reacție a suporturilor de țintă. Suportul de țintă este un
ansamblu care are principala funcție de poziționare și activare a țintei în așa fel încât ținta să
25 fie plasată în poziția predeterminată pentru a interacționa cu fasciculul. Ținta este un element
care execută o mișcare de rotație cu turația reglată electronic și afișată pe un display digital.
27 Acest ansamblu are posibilități de reglare axială a poziției țintei și de adaptare la diferite ținte.
Sistemul de izolație termică este realizat în așa fel încât nu afectează compoziția mediului
29 gazos din incinta vidată. Există posibilitatea de răcire a țintei în cazul sintezelor de durată.
Cuplarea cu un cuplaj elastic la grupul motoreductor cu turația reglabilă asigură uniformitatea
31 mișcării de rotație a țintei. Schimbarea țintei se poate realiza cu ușurință. Două porturi ale
camerei **2** de reacție sunt destinate accesului fasciculelor laser pentru a interacționa cu ținta.
33 Sunt prevăzute cu ferestre de ZnSe cu răcire și protejate cu flux de Ar. Alte două porturi sunt
destinate controlului vizual permanent a zonei de reacție în timpul sintezei și a operațiunilor de
35 reglare a interacțiunii fascicul-țintă înainte de începerea sintezei. Sunt prevăzute cu ferestre de
cuarț termorezistente. Camera **2** de reacție are un sistem **8** de răcire activă în zonele de
37 etanșare și sistemul de izolare termică de mare eficiență pentru asigurarea unei inerții termice
ridicate a ansamblului.

39 Cuptorul **3** de preîncălzire al instalației de sinteză, de mare eficiență, are elemente de
încălzire de kantal, sistem de control termostatat, cu afișare digitală și programe de încălzire
41 adaptate condițiilor de încălzire cerute de sinteză. Tubul **12** din oțel refractar cu temperatura de
lucru până la 1200°C este legat cu camera **2** de reacție printr-o flanșă de legătură. Contactul
43 între tubul refractar și cuptorul de preîncălzire nu este mecanic, fiind asigurat doar contactul
termic dintre cele două componente pentru eliminarea posibilității apariției solicitărilor
45 termice-mecanice. Cuptorul **3** de preîncălzire este prevăzut cu un ansamblu de legătură, cu sis-
tem **8** de răcire, prin cupla rapidă pentru a fi cuplat la sistemul de alimentare cu gaze.

RO 128917 B1

Cuptorul **4** de creștere nanotuburi cu tub refractar este asemănător constructiv și funcțional cu cuptorul **3** de preîncălzire existând diferențe de configurații și dimensiuni. Tubul refractar este cuplat la sistemul **5** gravitațional de recuperare nanotuburi. 1
3

Sistemul **5** gravitațional de recuperare de nanotuburi care intră în componența instalației de sinteză este un ansamblu care cuprinde un sistem de răcire a gazelor, colectorul de nanotuburi și filtrele ceramice. 5

Sistemul **6** de transfer și prelucrare a fascicului laser este prevăzut cu optica de bandă largă, funcție de generatorul de fascicul laser disponibil și asigură transportul/splitarea fascicului și focalizarea prin cele două ferestre pe țintele care se rotesc în poziții excentrice prin elemente optice transmisive sau reflective (cu posibilitate de reglare a pozițiilor și a densității de putere și a geometriei de interacțiune radiație laser-țintă). 7
9
11

Sistemul **7** de vidare al instalației este uzual, de vid preliminar, prevăzut cu sistem de evacuare adecvat și control centralizat printr-un sistem electric integrat în sistemul de control proces în dulapul **11** de control proces și alimentare electrică. 13

Sistemul **8** de răcire este de tipul circuit deschis cu senzor de debit și acționare electrică centrală de pe panoul dulapului **11** de control proces și alimentare electrică, iar ansamblul **9** suport mobil/multireglabil este un dispozitiv complex care asigură următoarele funcții: deplasarea sistemului în cazul în care nu este un sistem static, funcție de scalare; adaptabilitatea și reglarea-alinierea sistemului cu sursă de fascicul laser; asigură suport pentru camera **2** de reacție; de asemenea asigură mobilitatea cuptoarelor **3, 4** de încălzire în sens axial, transversal și pe înălțime (prin lagăre cu PTFE reglabile), precum și alinierea cu camera **2** de reacție; pentru retractarea cuptoarelor **3, 4** și pivotarea lor sistemul are o poziție pentru îndepărtarea tuburilor refractare în vederea curățirii lor. 15
17
19
21
23

Sursa **10** laser cu care este prevăzută instalația de sinteză este o sursă cu o putere a fascicului suficient de mare pentru asigurarea densității de putere necesară procesului de ablație. Sursa **10** laser trebuie să fie un sistem autonom cu sistem de obturare și vizualizare a fascicului, monomod, în undă continuă sau pulsat cu frecvență de minimum 20 kHz. 25
27

Dulapul **11** de control proces și alimentare electrică este un sistem de comandă centralizat al procesului și conține sistemele de termostatare, de comandă, control și programare a cuptoarelor; sistemul de control al presiunii din camera **2** de reacție; sistemele de curent mare; sistemele de control al debitelor masice a gazelor, control acționare țintă. 29
31

Sistemul este multifuncțional în privința procesului de ablație făcând posibilă, prin reșezarea elementelor componente a sistemului, ca în cursul procesului de ablație a țintelor direcția jeturilor de plasmă să fie în sensul sau în contrasensul de curgere a gazelor prin sistem. 33

Modul de realizare industrială este dependentă de mărimea scării instalației. Funcție de mărimea instalației propuse ca performanță se aleg părțile componente care sunt comerciale, cum sunt cuptorul **3** de preîncălzire cu tub refractar, cuptorul **4** de creștere nanotuburi cu tub refractar, sursa **10** laser de mare putere, iar celelalte elemente necesită o proiectare și execuție prin utilizarea unor tehnologii curente, uzuale. Execuția componentelor care interacționează cu vidul se face din oțel inox sudabil. Sistemul de automatizare și de acționare se proiectează având în vedere elementele comerciale alese și aprovizionate. Tuburile din oțel refractar sunt elemente speciale și este necesară respectarea unei calități de oțel compatibil cu condițiile și parametri de utilizare. Sistemul în sine reprezintă o instalație care se poate executa numai după stabilirea caracteristicilor produsului solicitat. 35
37
39
41
43

Aplicația industrială a instalației rezultă din proprietățile deosebite pe care posedă nanotuburile: conductivitatea electrică, conductivitatea termică, rezistența mecanică, etc. pe care materialele convenționale nu le posedă. Nanotuburilor sunt potrivite atât pentru aplicații 45
47

1 în producția industrială de masă, cum ar fi în industria electronică și microelectronică, dar și în
2 domenii ca microscopia electronică ultrasensitivă. Datorită faptului că nanotuburile carbonice
3 conțin C în proporție de 100% este posibilă compatibilitatea lor cu celule și cu materiale
4 organice asigurând diferite aplicații și în domeniul biotehnologiei și a medicinei. Modalitatea de
5 aplicare industrială încadrează instalația ca fiind un sistem care procesează și produce materie
6 primă pentru aplicații în alte domenii industriale. Una din aplicațiile cele mai simple dar în
7 același timp cu rezultate spectaculoase este în industria chimică, mai precis în industria pro-
8 tecțiilor anticorozive. Sunt produse materiale de acoperire cu rezistență mecanică deosebită față
9 de cele uzuale. În acest domeniu trebuie menționat și o proprietate electrică fizică deosebită:
10 proprietatea de absorbție a undelor radar care deja este exploatat din plin în domeniul militar
11 și nu numai.

13 Referințe bibliografice

14 [1]. Hyeon Hwan Kim, Hyeong Joon Kim: *“Preparation of carbon nanotubes by DC arc
15 discharge process under reduced pressure in an air atmosphere”*. Materials Science and
16 Engineering B 133 (2006) 241-244, doi: 10.1016/j.mseb.2006.06.017.

17 [2]. Jieshan Qiu, Yongfeng Li, Yunpeng Wang, Fayu Wu, Huiming Cheng, Guobin
18 Zheng and Yasuo Uchiyama: *“Large-scale synthesis of high-quality double-walled carbon
19 nanotubes from coal-based carbon rods in vacuum by arc discharge”*, Prepr. Pap.-Am. Chem.
20 Soc. Div. Fuel Chem. 2004, 49(2), 874.

21 [3]. Seung Jong Lee, Hong Koo Baik, Jae-eun Yoo, Jong Hoon Han: *“Large scale
22 synthesis of carbon nanotubes by plasma rotating arc discharge technique”*, Diamond and
23 Related Materials 11 (2002) 914-917, PII: S0925-9635Z01.00639-2.

24 [4]. T. W. Ebbesen & P. M. Ajayan: *“Large-scale synthesis of carbon nanotubes”*, Nature
25 358, 220-222 (16 July 1992); doi: 10.1038/358220a0.

26 [5]. Li Song, Lijie Ci, Lianfeng Sun, Chuanhong Jin, Lifeng Liu, Wenjun Ma, Dongfang
27 Liu, Xiaowei Zhao, Shudong Luo, Zengxing Zhang, Yanjuan Xiang, Jianjun Zhou, Weiya Zhou,
28 Yong Ding, Zhonglin Wang, and Sishen Xie: *“Large-Scale Synthesis of Rings of Bundled
29 Single-Walled Carbon Nanotubes by Floating Chemical Vapor Deposition”*, Adv. Mater. 2006,
30 18, 1817-1821, DOI:10.1002/adma.200502372.

31 [6]. Alan M. Cassell, Jeffrey A. Raymakers, Jing Kong, and Hongjie Dai: *“Large Scale
32 CVD Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotubes”*, J. Phys. Chem. B 1999, 103, 6484-6492,
33 DOI:10.1021/jp990957s.

34 [7]. Aurore Morancais, Brigitte Caussat, Yolande Kihn, Philippe Serp, Philippe Kalck,
35 Dominique Plee, Patrice Gaillard, Daniel Bernard: *“Large scale production of multi-walled
36 carbon nanotubes by fluidized bed catalytic chemical vapor deposition: a parametric study”*,
37 <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2006.10.009>.

38 [8]. A. Bachmatiuk, R. J. Kaleńczuk, M. H. Rummeli, T. Gemming, E. Borowiak-Palen:
39 *“Preparation of ultra-large-scale catalysts for catalytic vapour deposition of carbon nanotubes”*,
40 Materials Science-Poland, Vol. 26, No. 1, 2008.

41 [9]. W. Z. Li, S. S. Xie, L. X. Qian, B. H. Chang, B. S. Zou, W. Y. Zhou, R. A. Zhao, G.
42 Wang: *“Large-Scale Synthesis of Aligned Carbon Nanotubes”*, SCIENCE * VOL. 274 * 6
43 December 1996, 1701-1703.

44 [10]. Kenji Hata, Don N. Futaba, Kohei Mizuno, Tatsunori Namai, Motoo Yumura, Sumio
45 Iijima: *“Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Impurity-Free Single-Walled Carbon
46 Nanotubes”*, Science 306, 1362 (2004). DOI: 10.1126/science.1104962.

47 [11]. Ruth Yu-Ai Zhang, Gilbert, Islamshah Amlani, Chandler, Jeffrey H. Baker, *“Method
48 for chemical vapor deposition of single walled carbon nanotubes”*, US 6,764,874 B1-2004.

RO 128917 B1

- [12]. Wenzhi Li, Jian Guo Wen, Zhi Feng Rem "Varied morphology carbon nanotubes and method for their-manufacture", US 7,157,068 B2-2007. 1
- [13]. Akio Kawabata: "Method of manufacturing carbon nanotubes", US 7.504,570 B2-2009. 3
- [14]. Serge Bordere, Patrice Gaillard, Carole Baddour: "Method for synthesis of carbon nanotubes", US 7,622,059 B2-2009. 5
- [15]. Xiaosi Qi, Chuan Qin, Wei Zhong, Chaktong Au, Xiaojuan Ye and Youwei Du: "Large-Scale Synthesis of Carbon Nanomaterials by Catalytic Chemical Vapor Deposition: A Review of the Effects of Synthesis Parameters and Magnetic Properties", Review, Materials 2010, 3, 4142-4174; doi: 10.3390/ma3084142. 7 9
- [16]. A. Swartbooi and B. North: "Synthesis of carbon nanotubes using fluidized bed technology", IFSA 2008, Industrial Fluidization South Africa, pp300-307. Edited by T. Hadley and P. Smit, Johannesburg: South Africa Institute of Mining and Metallurgy, 2008. 11 13
- [17]. Fei Wei, Yao Wang, Guohua Luo, Hao Yu, Zhifei Li, Weizhong Qian, Zhanwen Wang, Yong Jin: "Continuous mass production of carbon nanotubes in a nano-agglomerate fluidized-bed and the reactor", US 0151654 A1-2004. 15
- [18]. Toshihiko Setoguchi, Yuichi Fujioka, Yoshihiko Tsuchiyama, Akinori Yasutake, Matsuhei Noda, Norihisa Kobayashi, Ryoichi Nishida, Hitoshi Nishino, Katsuhide Okimi, Akihiro Hachiya: "Manufacturing method for a carbon nanomaterial, a manufacturing apparatus for a carbon nanomaterial, and manufacturing facility for a carbon nanomaterial", US 0000697 A1-2004. 17 19 21
- [19]. D. W. Lee and J. W. Seo: "Preparation of carbon nanotubes from graphite powder at room temperature", arXiv: 1007.1062 (July 2010), <http://eprintweb.org/S/article/cond-mat/1007.1062>. 23
- [20]. Liming Dai: "Low-Temperature, Controlled Synthesis of Carbon Nanotubes", small 2005, I, No. 3, 274-276, DOI: 10.1002/smll.200400153. 25
- [21]. J.-F. Colomer, C. Stephan, S. Lefrant, G. Van Tendeloo, I. Willems, Z. Ko'nya, A. Fonseca, Ch. Laurent, J. B.Nagy: "Large-scale synthesis of single-wall carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition CCVD/method". Chemical Physics Letters 317 2000. 83-89, PII: S0009- 2614 99.01338-X. 27 29
- [22]. S. Karthikeyan, P. Mahalingam and M. Karthik: "Large Scale Synthesis of Carbon Nanotubes", Review, ISSN: 0973-4945; E-Journal of Chemistry 2009, 6(1), 1-12. <http://www.e-journals.net>. 31 33
- [23]. Peter J. F. Harris: "Carbon nanotubes and related structures", ISBN 0 521 55446 2 hardback, Printed in the United Kingdom at the University Press, Cambridge. 35
- [24]. Will Soutter: "Synthesis of Carbon Nanotubes", <http://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3029>. 37
- [25]. Erik T. Thostenson, Zhifeng Ren, Tsu-Wei Chou: "Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review", Composites Science and Technology 61 (2001) 1899-1912, PII: S0266-3538(01)00094-X. 39
- [26]. Kinghong Kwok, Wilson K.S. Chiu: "Growth of carbon nanotubes by open-air laser-induced chemical vapor deposition", Carbon 43 (2005) 437-446, doi: 10.1016/j.carbon.2004.10.005. 41 43
- [27]. A.G. Rinzler, J. Liu, H.Dai, P. Nikolaev, C.B. Huffman, F.J. Rodriguez-Macias, P.J. Boul, A.H. Lu, D.Heymann, D.T. Colbert, R.S. Lee, J.E. Fischer, A.M.Rao, P.C. Eklund, R.E. Smalley: "Large-scale purification of single-wall carbon nanotubes: process, product, and characterization", Appl. Phys. A 67, 29-37 (1998), PACS: 81.15T; 72.80R; 61.48. 45 47

RO 128917 B1

1 [28]. Xiaolei Liu, Chenglung Lee, Song Han, Chao Li, and Chongwu Zhou: “*Carbon*
2 *Nanotubes: Synthesis, Devices, and Integrated Systems*”, ISBN: 1-58883-006-3, Molecular
3 Nanoelectronics Edited by M. A. Reed and T. Lee.

4 [29]. S.N. Bondi, W.J. Lackey, R.W. Johnson, X. Wang, Z.L. Wang: “*Laser assisted*
5 *chemical vapor deposition synthesis of carbon nanotubes and their characterization*”, Carbon
6 44 (2006) 1393-1403, doi: 10.1016/j.carbon.2005.11.023.

7 [30]. Peter J. F. Harris: “*Carbon nanotubes and related structures*”, Cambridge University
8 Press 1999, ISBN 0 521 55446 2 (hc.).

9 [31]. Niraj Sinha: “*Carbon Nanotubes for Biomedical Applications*”, IEEE
10 TRANSACTIONS ON NANOBIOSCIENCE, VOL. 4, NO. 2, June 2005 [32]. Will Soutter:
11 “*Synthesis of Carbon Nanotubes*”, [http://
www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3029](http://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3029).

RO 128917 B1

Revendicare

1

Instalație de sinteză a nanotuburilor carbonice prin ablație laser a două ținte neperalele 3
prevăzută cu o sursă (10) laser, un ansamblu (9) suport mobil multireglabil, un dulap (11) de 5
control proces și alimentare electrică **caracterizată prin aceea că**, în vederea îndeplinirii 5
condițiilor fizico-chimice de realizare a parametrilor ceruți pentru sinteza de nanotuburi de 7
carbon, mai este constituită dintr-o cameră (2) de reacție unde interacționează fasciculul laser 7
cu ținta, un cuptor (3) de preîncălzire prevăzut cu tub (12) refractar legat cu camera (2) de 9
reacție printr-o flanșă de legătură, un cuptor (4) de creștere nanotuburi prevăzut cu tub (12) 9
refractar cuplat la un sistem (5) gravitațional de recuperare a nanotuburilor de carbon, un sistem 11
(6) de transfer și prelucrare a fasciculului laser, funcție de generatorul de fascicul laser dispo- 11
nibil care asigură transportul/splitarea fasciculului și focalizarea prin cele două ferestre pe țintele 13
care se rotesc în poziții excentrice prin niște elemente optice în bandă largă transmisive sau 13
reflective, astfel încât jeturile de plasmă generate să fie sincronizate ca direcție și intensitate, 15
un sistem (7) de vidare și un sistem (8) de răcire, prevăzut cu senzor de debit și acționare 15
electrică centrală de pe panoul dulapului (11) de control proces și alimentare electrică, pentru 17
a ține la o anumită temperatură de lucru în camera (2) de reacție.

(51) Int.Cl.

C01B 32/16 (2017.01);

B82Y 40/00 (2011.01);

B82B 3/00 (2006.01)

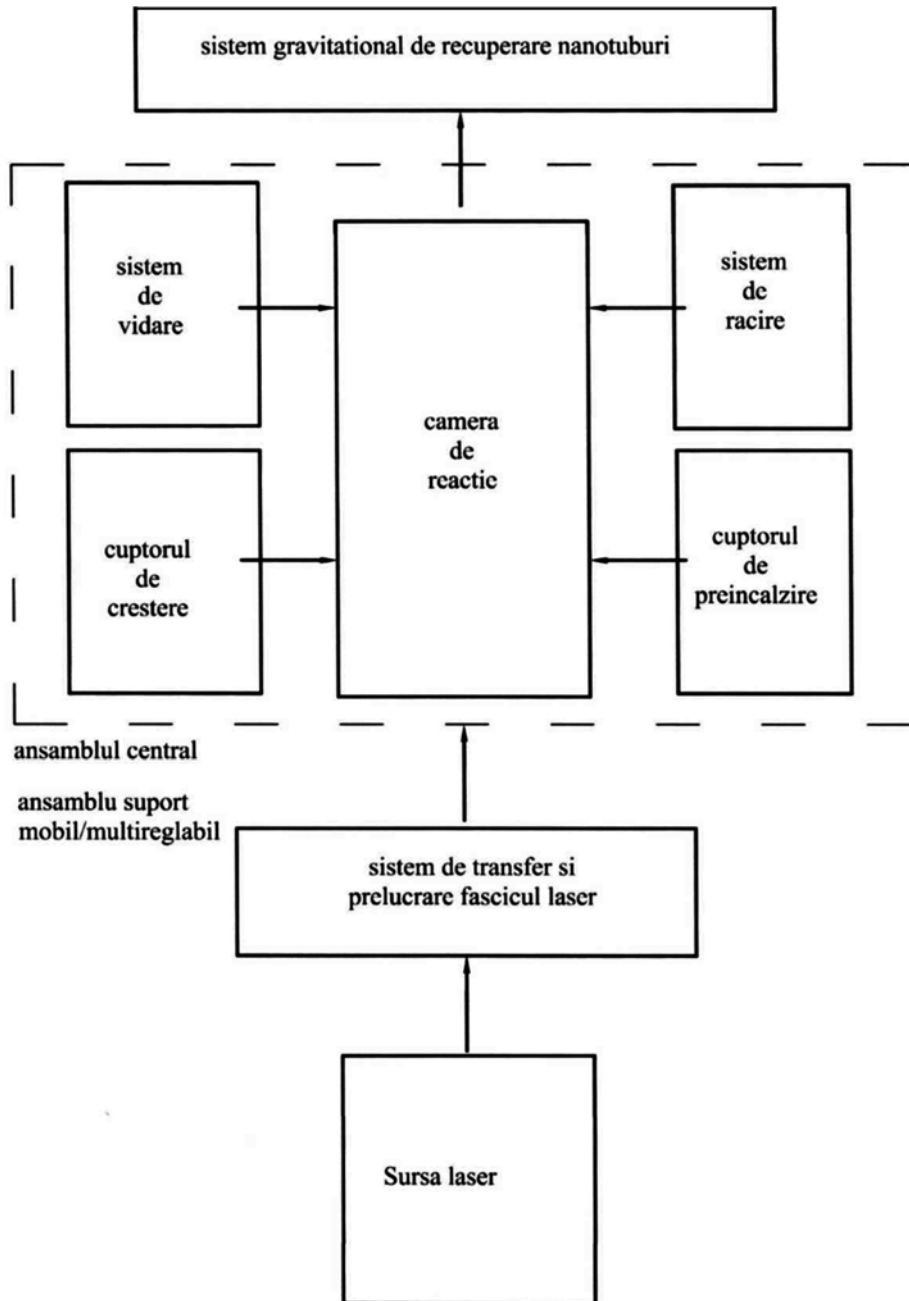


Fig. 1

(51) Int.Cl.

C01B 32/16 (2017.01);

B82Y 40/00 (2011.01);

B82B 3/00 (2006.01)

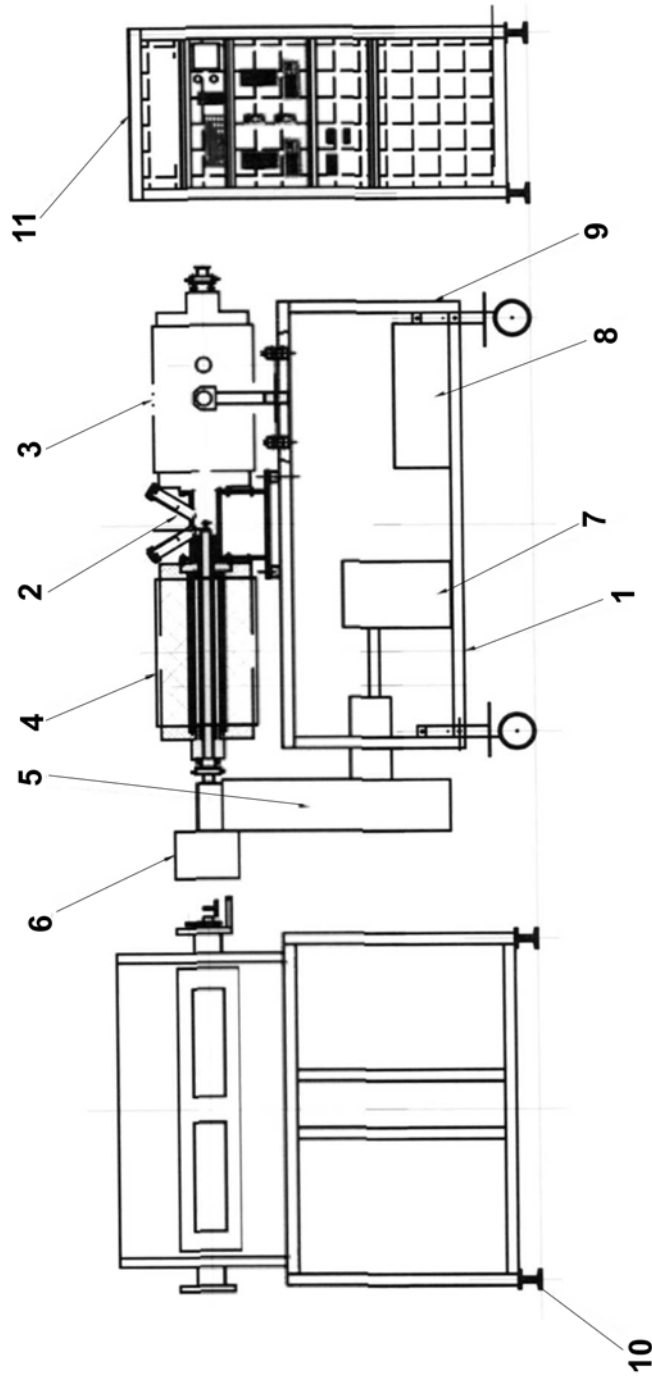


Fig. 2

(51) Int.Cl.

C01B 32/16 (2017.01);

B82Y 40/00 (2011.01);

B82B 3/00 (2006.01)

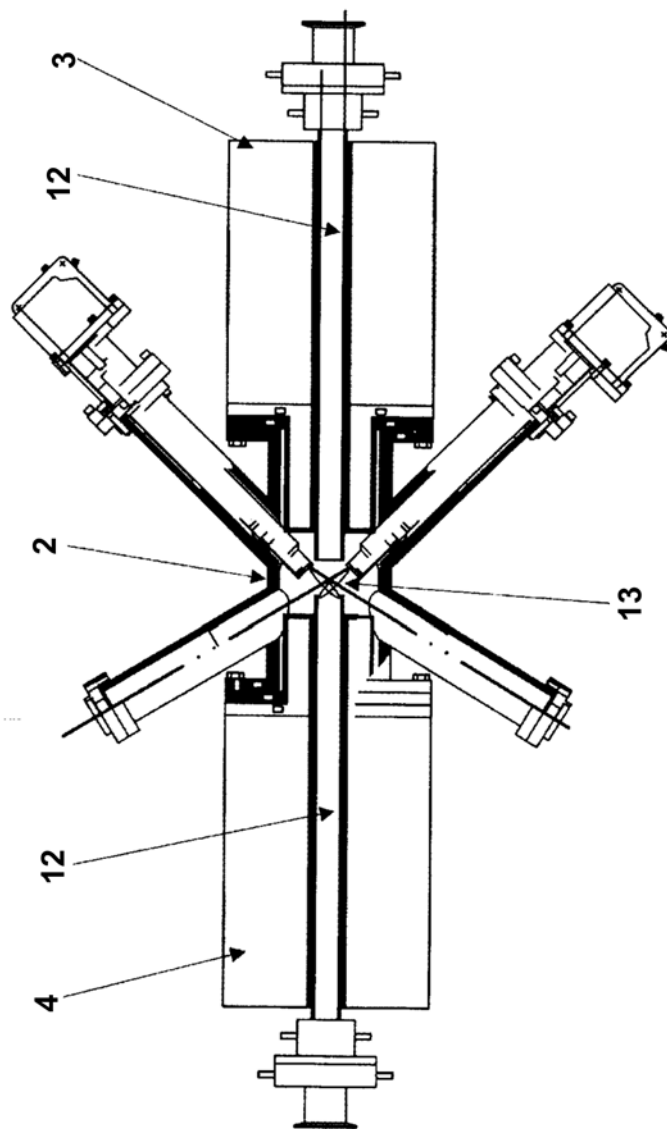


Fig. 3



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 416/2020