

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00935

(22) Data de depozit: 04.12.2012

(41) Data publicării cererii:
30.10.2013 BOPI nr. 10/2013

(71) Solicitant:
• 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.A5, SC.B, ET.3, AP.26, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• LUCULESCU ROMEO CĂTĂLIN,
STR. DRUMUL TABEREI NR. 104, BL. M 17,
SC. A, ET. 5, AP. 30, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **INSTALAȚIE DE SINTEZĂ MULTIFUNCȚIONALĂ DE MARE
PRODUCTIVITATE CU LASER CW CU CO₂ DE NANOTUBURI
CARBONICE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o instalație de sinteză multifuncțională de mare productivitate, cu laser CW cu CO₂, destinată realizării de nanotuburi prin ablație laser. Instalația conform invenției este compusă dintr-o cameră de reacție (2), un sistem (5) gravitațional de recuperare a nanotuburilor, un sistem (6) de transfer și prelucrare a fasciculului laser, un sistem (7) de vidare, un sistem (8) de răcire, un ansamblu suport (9) multireglabil și o sursă (10) laser de mare putere, precum și din niște sisteme auxiliare, constând dintr-o sursă de aer comprimat și dintr-o sursă de gaze de proces, precum și dintr-un dulap (11) de control al procesului și de alimentare electrică.

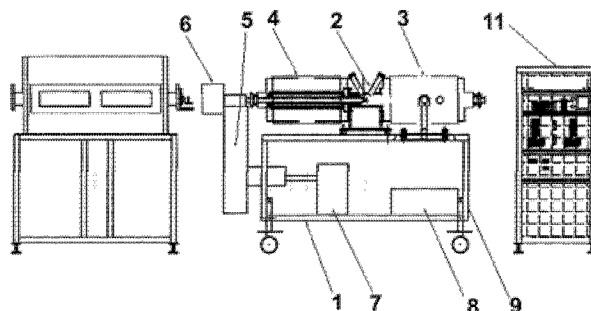


Fig. 2

Revendicări: 1
Figuri: 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



48

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2012 00935
Data depozit 04-12-2012

DESCRIEREA INVENTIEI

TITLUL INVENTIEI

INSTALATIE DE SINTEZA MULTIFUNCTIONALA DE MARE PRODUCTIVITATE CU LASER CW CU CO2 DE NANOTUBURI CARBONICE

DOMENIUL TEHNIC

Inventia face parte din domeniul tehnic al nanotehnologiilor si a tehnologiei laser care au o contributie importanta, in egala, masura in elaborarea inventiei. Nanotehnologie inseamna prelucrarea si manipularea materiei la scara moleculara. Sub aspect dimensional se pot defini nanomaterialele ca fiind materiale care au cel putin una din dimensiune in limitele de 0,1-100 nm. Inventia are in vedere elaborarea materiei prime sub forma de nanotuburi de carbon pentru aplicatii in diferite domenii ale stiintei si tehnicii. In medicina aplicatiile sunt in diagnosticare, industria medicamentelor, ingineria celulelor, etc. Alte domenii de aplicatii sunt mediul, energia (reducerea consumului electric prin realizarea de componente cu emisie de camp), informatica si comunicare (semiconductoare, display-uri, dispozitive opto-electronice), industria, etc.

STADIUL TEHNICII

Principalele metode de obtinere a nanotuburilor (NT) sunt in descarcarea electrica intre electrozi de grafit, depunerea chimica prin vaporizare (CVD), prin ablatie laser si altele. Aceste metode de baza pot fi mixate si imbinat. Obtinerea nanotuburilor prin descarcarea electrica intre electrozi de grafit sunt prezentate detaliat [1], electrozii sunt din grafit de puritatea de 99,999%, configuratia celor doi electrozi sunt diferite: anodul (A) de \varnothing 6x80 mmsi catodul (K) un patrat de 40 mm si gros de 10 mm. Curentul de descarcare de 18-30 V la 40-80 A. Aceasta varianta a fost utilizata in mai multe variante [2], [3], [4]. Tehnica obtinerii de nanotuburi prin CVD este preferata cu toate ca prezinta un dezavantaj major, in utilizare, pentru ca rezultatul apare ca o depunere de film subtire si procesarea ulterioara este greoaie din aceasta cauza. Se bazeaza pe vaporizarea materiei si depunerea pe o suprafata, care de

regula, prezinta un corp rece. Recuperarea cu corp rece este prezent si in instalatia [5], incercand asigurarea unui flux tehnologic continuu. O sinteza cu metan cu incalzire intr-un cuptor tubular in flux continuu [6]. O combinatie este un tip de reactor cu pat fluidizat si depunerea chimica catalitica prin vaporizare (FB-CCVD) care asigura din punct de vedere tehnologic un flux continuu [7]. Alte variante prezentate in [8], [9], [10], [11], [12], [13], [14] finalizate si in brevete, prezinta calea in principal a metodei CVD. O metoda aparte este utilizarea plasmei in metoda de depunere chimica prin vaporizare cu plasma (PECVD) [15]. O metoda studiată dar care nu este productivă sa fie economic acceptabil: cantitate mica si scumpa [16], [17], [18]. Analiza a trei metode sau combinatia lor este evidentiata si comparata [22], [23], [24]. O comparatie între instalatii de laborator privind ablatia in descarcarea in arc si in fascicul laser este facut in [25]. Depunerea chimica prin vaporizare datorita fasciculului laser este o metoda productiva care insa pastreaza dezavantajul datorita recuperarii nanostructurilor rezultate asa cum rezulta din [26], [27], [28], [29]. Analizarea diferitelor metode de obtinere a nanotuburilor [30], [31], [32] evidentiaza nivelul tehnicilor la care s-a ajuns in aceste sinteze si aplicatiile imediate si directe care cer anumite proprietati pentru a fi utilizate. Insa cel mai important ce rezulta din studierea referintelor este ca din punct de vedere a costurilor si a productivitatii o instalatie trebuie sa fie convingator.

Referinte

- [1]. Hyeon Hwan Kim, Hyeong Joon Kim: 'Preparation of carbon nanotubes by DC arc discharge process under reduced pressure in an air atmosphere', *Materials Science and Engineering B* 133 (2006) 241–244, doi:10.1016/j.mseb.2006.06.017,
- [2]. Jieshan Qiu, Yongfeng Li, Yunpeng Wang, Fayu Wu, Huiming Cheng, Guobin Zheng and Yasuo Uchiyama: 'Large-scale synthesis of high-quality double-walled carbon nanotubes from coal-based carbon rods in vacuum by arc discharge', *Prepr. Pap.-Am. Chem. Soc., Div. Fuel Chem.* 2004, 49(2), 874,
- [3]. Seung Jong Lee, Hong Koo Baik, Jae-eun Yoo, Jong Hoon Han: 'Large scale synthesis of carbon nanotubes by plasma rotating arc discharge technique', *Diamond and Related Materials* 11 (2002) 914–917, PII: S0925-9635(01)00639-2,
- [4]. T. W. Ebbesen & P. M. Ajayan: 'Large-scale synthesis of carbon nanotubes', *Nature* 358, 220 - 222 (16 July 1992); doi:10.1038/358220a0,
- [5]. Li Song, Lijie Ci, Lianfeng Sun, Chuanhong Jin, Lifeng Liu, Wenjun Ma, Dongfang Liu, Xiaowei Zhao, Shudong Luo, Zengxing Zhang, Yanjuan Xiang, Jianjun Zhou, Weiya Zhou, Yong Ding, Zhonglin Wang, and Sishen Xie: 'Large-Scale Synthesis of Rings of Bundled

- Single-Walled Carbon Nanotubes by Floating Chemical Vapor Deposition', *Adv. Mater.* 2006, 18, 1817–1821, DOI:10.1002/adma.200502372
- [6]. Alan M. Cassell, Jeffrey A. Raymakers, Jing Kong, and Hongjie Dai: 'Large Scale CVD Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotubes', *J. Phys. Chem. B* 1999, 103, 6484-6492, DOI:10.1021/jp990957s
- [7]. Aurore Morançais, Brigitte Caussat, Yolande Kihn, Philippe Serp, Philippe Kalck, Dominique Plee, Patrice Gaillard, Daniel Bernard: 'Large scale production of multi-walled carbon nanotubes by fluidized bed catalytic chemical vapor deposition: a parametric study'. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2006.10.009>
- [8]. A. Bachmatiuk, R. J. Kaleńczuk, M. H. Rummeli, T. Gemming, E. Borowiak-Palen: 'Preparation of ultra-large-scale catalysts for catalytic vapour deposition of carbon nanotubes', *Materials Science-Poland*, Vol. 26, No. 1, 2008,
- [9]. W. Z. Li, S. S. Xie, L. X. Qian, B. H. Chang, B. S. Zou, W. Y. Zhou, R. A. Zhao, G. Wang: 'Large-Scale Synthesis of Aligned Carbon Nanotubes', *SCIENCE * VOL. 274 * 6* December 1996, 1701-1703,
- [10]. Kenji Hata, Don N. Futaba, Kohei Mizuno, Tatsunori Namai, Motoo Yumura, Sumio Iijima: 'Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Impurity-Free Single-Walled Carbon Nanotubes', *Science* 306, 1362 (2004), DOI: 10.1126/science.1104962,
- [11]. Ruth Yu-Ai Zhang, Gilbert, Islamshah Amlani, Chandler, Jeffrey H. Baker: 'Method for chemical vapor deposition of single walled carbon nanotubes', US 6,764,874 B1-2004
- [12]. Wenzhi Li, Jian Guo Wen, Zhi Feng Ren: 'Varied morphology carbon nanotubes and method for their-manufacture', US 7,157,068 B2-2007,
- [13]. Akio Kawabata: 'Method of manufacturing carbon nanotubes', US 7,504,570 B2-2009,
- [14]. Serge Bordere, Patrice Gaillard, Carole Baddour: 'Method for synthesis of carbon nanotubes'. US 7,622,059 B2-2009,
- [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,
- [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

- [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,
- [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,
- [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>
- [20]. Liming Dai: 'Low-Temperature, Controlled Synthesis of Carbon Nanotubes', small 2005, 1, No. 3, 274–276, DOI: 10.1002/smll.200400153.
- [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.
- [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>,
- [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
- [24]. Will Soutter: 'Synthesis of Carbon Nanotubes', <http://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3029>
- [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.
- [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,
- [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.

- [28]. Xiaolei Liu, Chenglung Lee, Song Han, Chao Li, and Chongwu Zhou: 'Carbon Nanotubes: Synthesis, Devices, and Integrated Systems', ISBN: 1-58883-006-3, Molecular Nanoelectronics Edited by M. A. Reed and T. Lee,
- [29]. S.N. Bondi, W.J. Lackey, R.W. Johnson, X. Wang, Z.L. Wang: 'Laser assisted chemical vapor deposition synthesis of carbon nanotubes and their characterization', Carbon 44 (2006) 1393–1403, doi:10.1016/j.carbon.2005.11.023
- [30]. Peter J. F. Harris: 'Carbon nanotubes and related structures', Cambridge University Press 1999, ISBN 0 521 55446 2 (hc.)
- [31]. Niraj Sinha: 'Carbon Nanotubes for Biomedical Applications', IEEE TRANSACTIONS ON NANOBIOSCIENCE, VOL. 4, NO. 2, June 2005
- [32]. Will Soutter: 'Synthesis of Carbon Nanotubes',
<http://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3029>

PREZENTAREA PROBLEMEI TEHNICE PE CARE INVENTIA O REZOLVA

Inventia rezolva doua genuri de probleme tehnice care sunt cerute de aplicatiile care sunt in curs de realizare sau care sunt in perspectiva apropiata sau indepartata: una de elaborare a unei noi proceduri de sinteza de nanotuburi si crearea conditiilor fizico-chimice de realizarea parametrilor ceruti de noua procedura si perspectiva de scalare industriala. Este importanta eliminarea unor probleme legate de procesarea ulterioara care fac posibile gasirea unor noi tipuri de aplicatii noi. Procedura elaborata tine cont de eliminarea neajunsurilor majore sau minore ale sistemelor care sunt la nivelul stadiului momentan al tehnicii si care au fost prezentate mai sus. Crearea conditiilor de realizare a parametrilor indispensabili sintezei tine cont de aplicarea cunostintelor si particularitatilor atat a tehnologiei laser cat si in domeniul termotehnic, tehnica vidului, gazodinamica, interactiunea radiatiei laser cu materia, etc.

Conturarea si controlul precis a fluxului de gaze precursore format din gaze de transport neutre Ar, He si active cu continut de carbon ridicat.

Control riguros a fluxului de gaze sub aspect cantitativ la nivel masic si a parametrilor fizice cum este presiunea, temperatura.

Ablatia cu fasciculul laser a doua tinte care asigura directiionalitate buna pentru plasma produsa prin ablatie laser si are ca efect cresterea masei de material smuls prin ablatie din tinta cu o contributie importanta la productivitate.

Sincronizarea mobilitatii celor doua tinte printr-un sistem digital de control a vitezei lor.

Transportul si prelucrarea fasciculului laser prin utilizarea unui singur generator de fascicul, splitarea fasciculului catre cele doua tinte si focalizarea controlata individuala pe fiecare tinta separat, astfel incat jeturile de plasma generate sa fie sincronizate ca directie si intensitate.

Este asigurat un control vizual permanent asupra zonei de reactie atat in timpul reglajului a fasciculului focalizat pe tinta cat si in timpul procesului propriu-zis.

Izolatie termica combinata cu inertia termica constructiva a camerei asigura o temperatura a mediului de reactie bine controlata.

Sistem de racire care asigura functionalitatea etansarilor atat a celor cu element de etansare mecanica sau elastica in limita temperaturilor de lucru prevazute.

Conexiune gazodinamica intre zona de preincalzire si de crestere a nanotuburilor cu eliminarea efectelor de curgere turbulenta.

Controlul tunelului de crestere a nanotuburilor sub aspect cinematic, gazodinamic si a parametrilor fizici (temperatura si presiune) care evita depunerea de material solid in tunel.

Instalatia asigura controlarea temperaturii si a duratei de crestere a nanotuburilor

Recuperarea nanotuburilor printr-un sistem de filtrare gravitacionala pentru evitarea colmatarii a filtrelor ceramice si combinat cu un sistem eficient de racire a fluxului de material solid si gaze la parasirea tunelului de crestere a nanotuburilor.

Posibilitatea de scalare industriala.

EXPUNEREA INVENTIEI

Inventia reprezinta o instalatie complexa destinata realizarii de nanotuburi prin ablatie laser a doua tinte. Principial instalatia se compune din ansambluri functionale legate intre ele fizic sau prin canale de comunicare optice si/sau electrice, care fizic pot fi detasate. Ansamblul central al sistemului este un bloc compus din camera de reactie, cuptorul de preincalzire al gazelor, cuptorul de crestere nanotuburi cu tub refractar, sistem gravitacional de recuperare nanotuburi, sistem de transfer si prelucrare fascicul laser, sistem de vidare, sistem de racire, ansamblu suport mobil/multireglabil. Sursa laser de mare putere cu unda continua sau pulsata. Dulap de control proces si alimentare electrica. Sisteme auxiliare: sursa aer comprimat, sursa de gaze de proces.

Camera de reactie este o incinta vidata care lucreaza la o presiune subatmosferica si cu etanseitate foarte bine controlata pentru evitarea contaminarii procesului cu gaze atmosferice, are mai multe porturi cu functionalitati bine determinate. Doua porturi sunt destinate pentru accesul in camera de reactie a suporturilor de tinta. Suportul de tinta este un ansamblu care are principala functie de pozitionare si activare a tinteii in asa fel incat tinta sa fie plasata in pozitia predeterminata pentru a interactiona cu fasciculul. Tinta este un element care executa o miscare de rotatie cu turatia reglata electronic si afisata pe un display digital. Acest ansamblu are posibilitati de reglare axiala a pozitiei tinteii si de adaptare la diferite tinte. Sistemul de izolare termica este realizata in asa fel incat nu afecteaza compozitia mediului gazos din incinta vidata. Exista posibilitatea de racire a tinteii in cazul sintezelor de durata. Cuplarea cu un cuplaj elastic la grupul motoreductor cu turatia reglabila asigura uniformitatea miscarii de rotatie a tinteii. Schimbarea tinteii se poate realiza cu usurinta. Doua porturi sunt destinate accesului fasciculelor laser de-a interactiona cu tinta. Sunt prevazute cu ferestre de ZnSe cu racire si protejate cu flux de Ar. Alte doua porti sunt destinate controlului vizual permanent a zonei de reactie in timpul sintezei si a operatiunilor de reglare a interactiunii fascicul-tinta inainte de inceperea sintezei. Sunt prevazute cu ferestre de quart termorezistente. Camera de reactie are un sistem de racire activa in zonele de etansare si un sistem de izolare termica de mare eficienta pentru asigurarea unei inertii termice ridicate a ansamblului. Cuptorul de preincalzire de mare eficienta are elemente de incalzire de kantal, sistem de control termostatat, cu afisare digitala si programe de incalzire adaptate conditiilor de incalzire cerute de sinteza. Tubul din otel refractar cu temperatura de lucru pana la 1200 °C este legat cu camera de reactie printr-o flansade legatura. Contactul intre tubul refractar si cuptorul de preincalzire nu este mecanic, fiind asigurat doar contactul termic dintre cele doua componente pentru eliminarea posibilitatii aparitiei solicitarilor termice-mecanice. Este prevazut cu un ansamblu de legatura, cu sistem de racire, prin cupla rapida pentru a fi cuplat la sistemul de alimentare cu gaze. Cuptorul de crestere nanotuburi cu tub refractar este asemanator constructiv si functional cu cuptorul de preincalzire existand diferente de configuratii si dimensiuni. Tubul refractar este cuplat la sistemul gravitacional de recuperare nanotuburi. Sistemul gravitacional de recuperare de nanotuburi este un ansamblu care cuprinde un sistem de racire a gazelor, colectorul de nanotuburi si filtrele ceramice. Sistemul de transfer si prelucrare a fasciculului laser este prevazut cu optica de banda larga, functie de generatorul de fascicul laser disponibil. Asigura transportul/splitarea fasciculului si focalizarea prin cele doua ferestre pe tinte care se rotesc in pozitii excentrice prin elemente optice transmissive sau reflectice (cu posibilitate de reglare a pozitiiilor si a densitatii de putere si a geometriei de

interactiune radiatie laser-tinta). Sistemul de vidare este uzual, de vid preliminar cu sistem de evacuare adecvat si control centralizat printr-un sistem electric integrat in sistemul de control proces in dulapul de control proces si alimentare electrica. Sistemul de racire este de tipul circuit deschis cu senzor de debit si actionare electrica centrala de pe panoul dulapului de control proces si alimentare electrica. Ansamblul suport mobil/multireglabil este un dispozitiv complex care asigura urmatoarele functii: deplasarea sistemului in cazul in care nu este un sistem static, functie de scalare; adaptabilitatea si reglarea-alinierea sistemului cu sursa de fascicul laser; asigura suport pentru camera de reactie; de asemenea asigura mobilitatea cuptoarelor de incalzire in sens axial, transversal si pe inaltime (prin lagare cu PTFE reglabile), precum si alinierea cu camera de reactie; pentru retractarea cuptoarelor si pivotarea lor sistemul are o pozitie pentru indepartarea tuburilor refractare in vederea curatirii lor. Sursa laser este o sursa cu o putere a fasciculului suficient de mare pentru asigurarea densitatii de putere necesara procesului de ablatie. Sursa laser trebuie sa fie un sistem autonom cu sistem de obturare si vizualizare a fasciculului, monomod, in unda continua sau pulsata cu frecventa de minimum 20kHz. Dulap de control proces si alimentare electrica este un sistem de comanda centralizat al procesului. Contine sistemele de termostatare, de comanda, control si programare a cuptoarelor; sistemul de control al presiunii din camera de reactie; sistemele de curent mare; sistemele de control al debitelor masice a gazelor, control actionare tinta. etc.

Sistemul este multifunctional in privinta procesului de ablatie facand posibila, prin reasezarea elementelor componente a sistemului, ca in cursul procesului de ablatie a tintelor directia jeturilor de plasma sa fie in sensul sau in contrasensul de curgere a gazelor prin sistem.

PREZENTAREA AVANTAJELOR INVENTIEI IN RAPORT CU STADIUL TEHNICII

Inventia reprezinta un pas inainte in domeniul nanotehnologiei, in speta in producerea de nanotuburi care pentru prima data prezinta o instalatie care rezolva cateva probleme importante in acest domeniu datorate cunostintelor si experientei acumulate in domeniul sintezelor fotochimice cu laserul, a tehnologiei laser si a aplicatiilor sale in diferite domenii, a interactiunii dintre radiatia laser cu materii sub diferite forme de stari de agregare (gazos, lichid, solid), si anume: - modul de recuperare a nanotuburilor este in stare solida si nu sub forma depunerilor pe corpuri reci, filme subtiri, etc.; - sunt utilizate doua tinte sincronizate care asigura directivitatea jetului de plasma rezultat in urma compunerii celor doua jeturi de

plasma generate de cele doua tinte iradiate; - faptul ca prin preincalzirea fluxului de gaz de transport jetul de plasma nu este racit si este posibila cresterea nanotuburilor in tubul refractar incalzit la o temperatura la care cresterea nanotuburilor este asigurata; - sunt eliminate procesele de postprocesare; este o instalatie pilot de mare productivitate cu aplicare industriala directa; - reprezinta o unitate tehnologica distincta prin componentele care intra in compunerea sa.

PREZENTAREA FIGURILOR DIN DESENE

FIG. 1 Schema bloc a procesului. Reprezinta conexiunea sistemelor componente in asa fel incat procesul de crestere a nanotuburilor sa fie vizibila intr-o succesiune logica

FIG.2 Sistemele si ansamblele componente ale instalatiei. Localizarea si pozitia fiecarui sistem component. Ansamblurilor functionale legate intre ele fizic sau prin canale de comunicare optice si/sau electrice si fizic putand fi detasate in componentele reprezentate. Ansamblul central poz.1 al sistemului este un bloc care este compus din camera de reactie, poz. 2, sistem gravitacional de recuperare nanotuburi poz. 5, sistem de transfer si prelucrare fascicul laser poz.6, sistem de vidare poz. 7, sistem de racire poz.8, ansamblu suport mobil/multireglabil poz.9, sursa laser de mare putere poz.10 cu unda continua sau pulsata. Dulap de control proces si alimentare electrica poz.11. Sistemele auxiliare: sursa aer comprimat, sursa de gaze de proces nu sunt reprezentate.

FIG.4 Arata configuratia zonei active de ablatie, modul de interactiune fascicul laser-tinta. Este evidentiata modul de pozitionare a tuburilor refractare si a cuptoarelor de preincalzire si de crestere a nanotuburilor.

PREZENTAREA IN DETALIU A UNUI MOD DE REALIZARE CU REFERIRE LA DESENE

Modul de realizare industriala este dependenta de marimea scalarii instalatiei. Functie de marimea instalatiei propuse ca performanta se aleg partile componente care sunt comerciale, cum sunt cuptorul de preincalzire cu tub refractar poz. 3, cuptorul de crestere nanotuburi cu tub refractar poz. 4, sursa laser de mare putere poz.10. Celelalte elemente necesita o proiectare si executie prin utilizarea unor tehnologii curente, uzuale. Executia componentelor care interactioneaza cu vidul se face din otel inox sudabil. Sistemul de automatizare si de actionare se proiecteaza avand in vedere elementele comerciale alese si

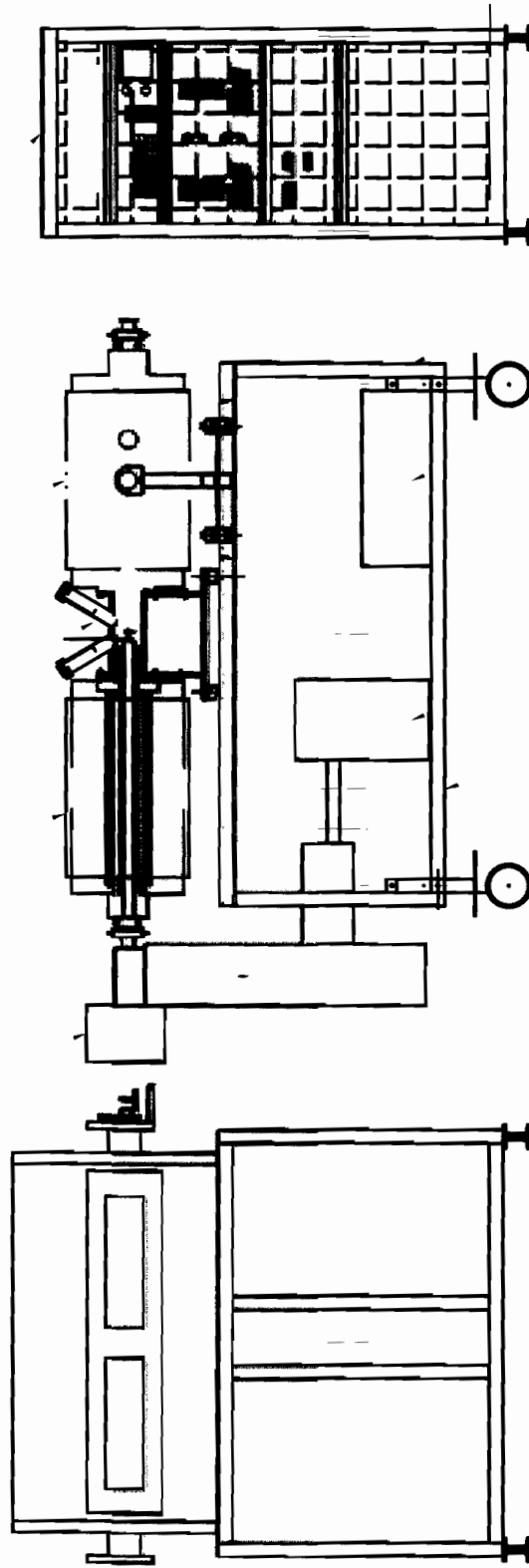
aprovizionate. Tuburile din otel refractar sunt elemente speciale si este necesara respectarea unei calitati de otel compatibila cu conditiile si parametri de utilizare. Sistemul in sine reprezinta o instalatie care se poate executa numai dupa stabilirea caracteristicilor produsului solicitat.

MODUL IN CARE SE POATE APLICA INDUSTRIAL

Aplicatia industrială a instalatiei rezulta din proprietatile deosebite pe care posedă nanotuburile: conductivitatea electrică, conductivitatea termică, rezistență mecanică, etc. pe care materialele convenționale nu le posedă. Nanotuburilor sunt potrivite atât pentru aplicații în producția industrială de masă, cum ar fi în industria electronică și microelectronică, dar și în domenii ca microscopia electronică ultrasensitivă. Datorită faptului că nanotuburile carbonice conțin C în proporție de 100% este posibilă compatibilitatea lor cu celule și cu materiale organice asigurând diferite aplicații și în domeniul biotehnologiei și a medicinei. Modalitatea de aplicare industrială încadrează instalatia ca fiind un sistem care procesează și produce materie primă pentru aplicații în alte domenii industriale. Una din aplicațiile cele mai simple dar în același timp cu rezultate spectaculoase este în industria chimică, mai precis în industria protecțiilor anticorozive. Sunt produse materiale de acoperire cu rezistență mecanică deosebită față de cele uzuale. În acest domeniu trebuie menționat și o proprietate electrică fizică deosebită: proprietatea de absorbție a undelor radar care deja este exploatat din plin în domeniul militar și nu numai.

REVENDICARILE

Este revendicata instalatia de sinteza multifunctionala de mare productivitate cu laser de nanotuburi carbonice caracterizata prin compunerea sa din camera de reactie, cuptor de preincalzire cu tub refractar, cuptor de crestere nanotuburi cu tub refractar, sistem gravitational de recuperare nanotuburi, sistem de transfer si prelucrare fascicul laser, sistem de vidare, sistem de racire, ansamblu suport mobil/multireglabil; sursa laser de mare putere cu unda continua sau pulsata, dulap de control proces si alimentare electrica, sisteme auxiliare: sursa aer comprimat, sursa de gaze de proces si care asigura:-conturarea si controlul precis a fluxului de gaze precursore format din gaze de transport neutre Ar, He si active cu continut de carbon ridicat; -controlul riguros a fluxului de gaze sub aspect cantitativ la nivel masic si a parametrilor fizice cum este presiunea, temperatura; -ablatare cu fasciculul laser a doua tinte care asigura directionabilitate buna pentru plasma produsa prin ablatie laser si are ca efect cresterea masei de material smuls prin ablatie din tinta cu o contributie importanta asupra productivitatii; sincronizarea mobilitatii celor doua tinte printr-un sistem digital de control a vitezei lor; -transportul si prelucrarea fasciculului laser prin utilizarea unui singur generator de fascicul, splitarea fasciculului catre doua tinte si focalizarea controlata individuala pentru fiecare tinta separat, astfel incat jeturile de plasma generate sa fie sincronizate ca directie si intensitate; -un control vizual permanent asupra zonei de reactie atat in timpul reglajului a fasciculului focalizat pe tinta cat si in timpul procesului propriu-zis; -izolatie termica combinata cu inertia termica constructiva a camerei si asigura o temperatura a mediului de reactie bine controlata; -racirea prezervand functionalitatea etansarilor atat a celor cu element de etansare mecanica sau elastica in limita temperaturilor de lucru prevazute; -conexiunea gazodinamica intre zona de preincalzire si de crestere a nanotuburilor cu eliminarea efectelor de curgere turbulenta; -controlul tunelului de crestere a nanotuburilor sub aspect cinematic, gazodinamic si a parametrilor fizici (temperatura si presiune) care evita depunerea de material solid in tunel; -controlarea temperaturii si a duratei de crestere a nanotuburilor; -recuperarea nanotuburilor printr-un sistem de filtrare gravitationala pentru evitarea colmatarii a filtrelor ceramice si este combinat cu un sistem eficient de racire a fluxului de material solid si gaze la parasirea tunelului de crestere a nanotuburilor; -posibilitatea de scalare industrială.



6 5 4 2 3 11

10 10

1 1 7 7 8 8 9 9

DESENELE EXPLICATIVE

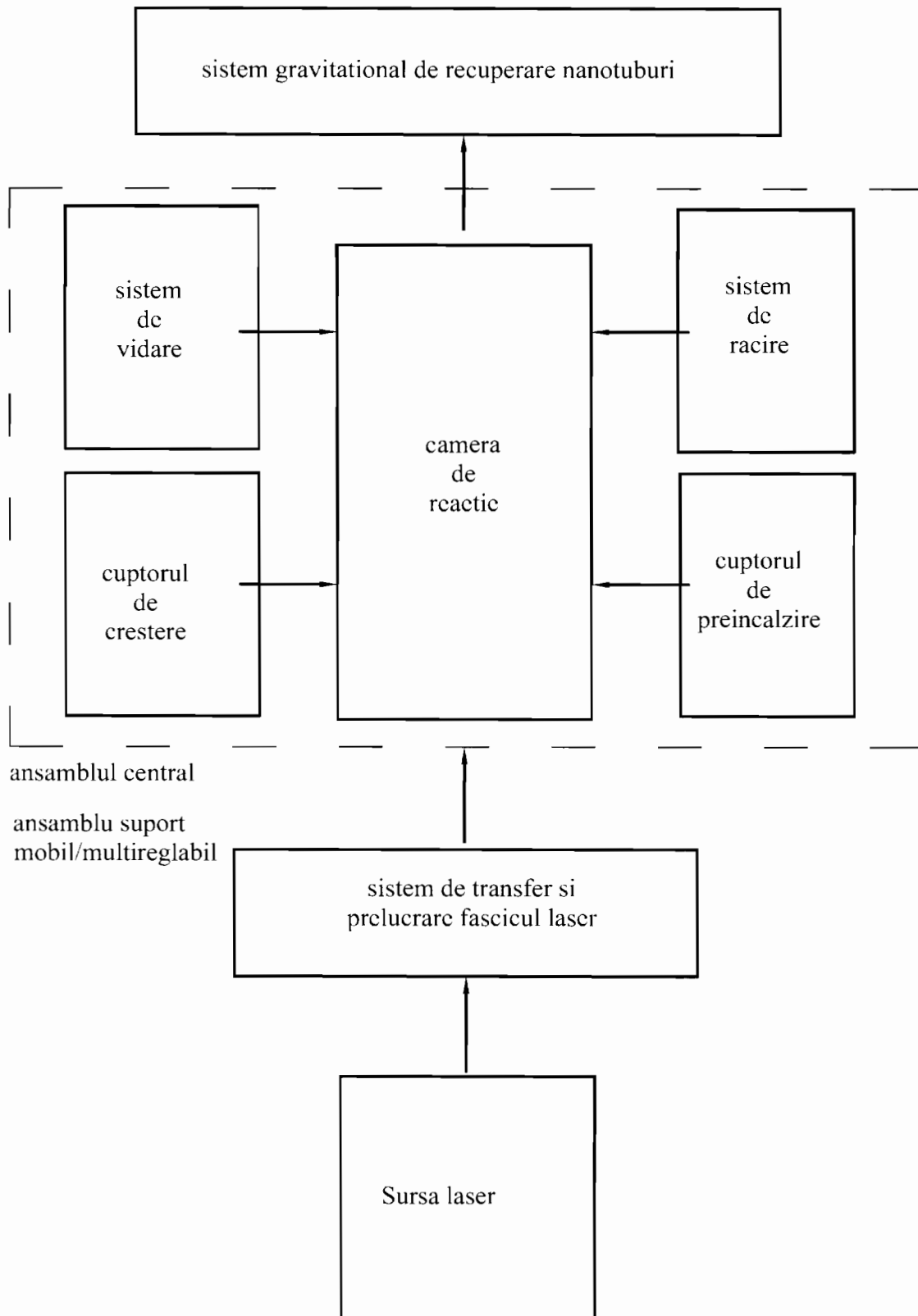


FIG.1 Schema bloc a procesului reprezinta conexiunea diferitelor sisteme

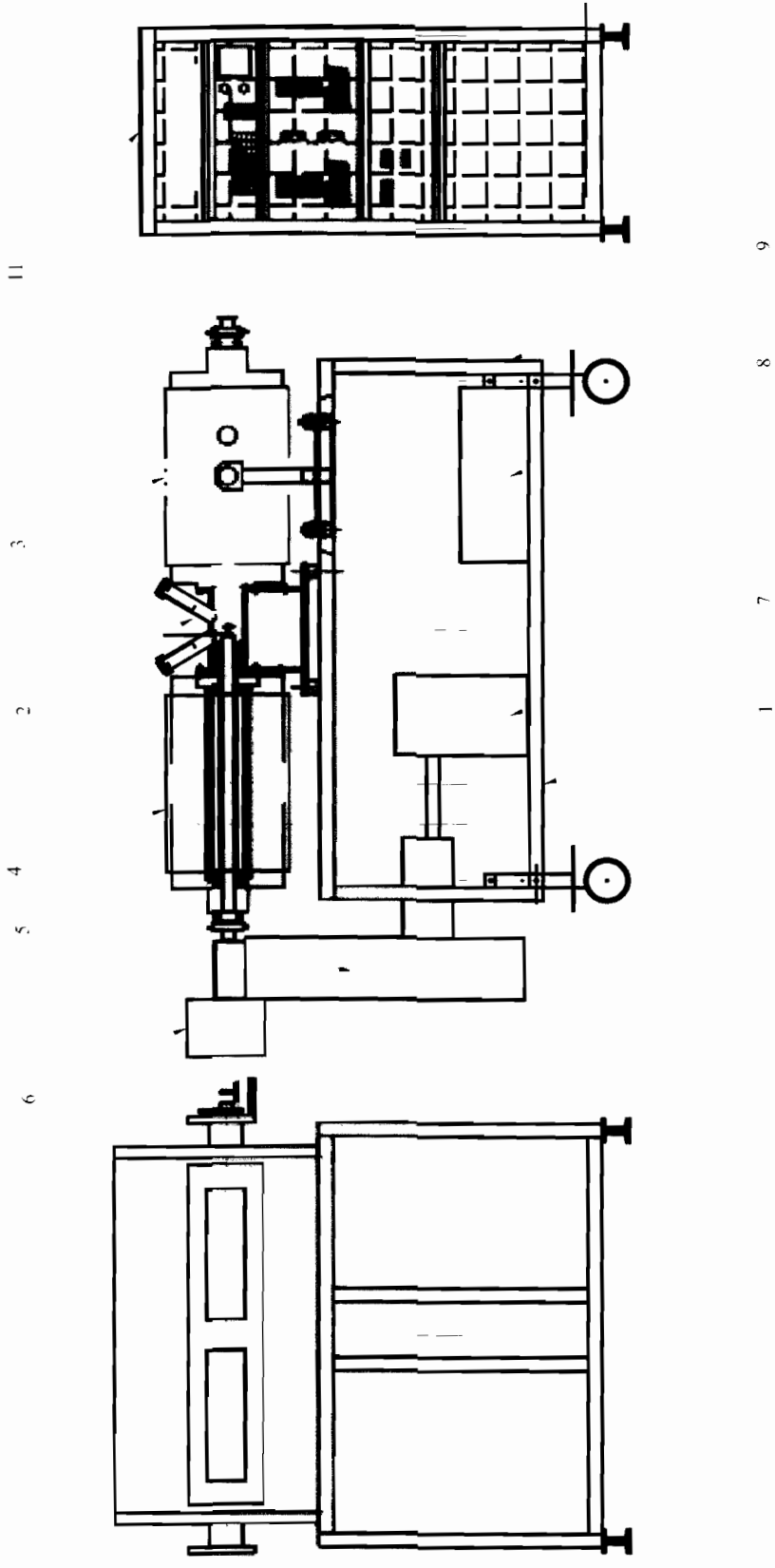


FIG.2 Sistemele si ansamblele componente ale instalatiei

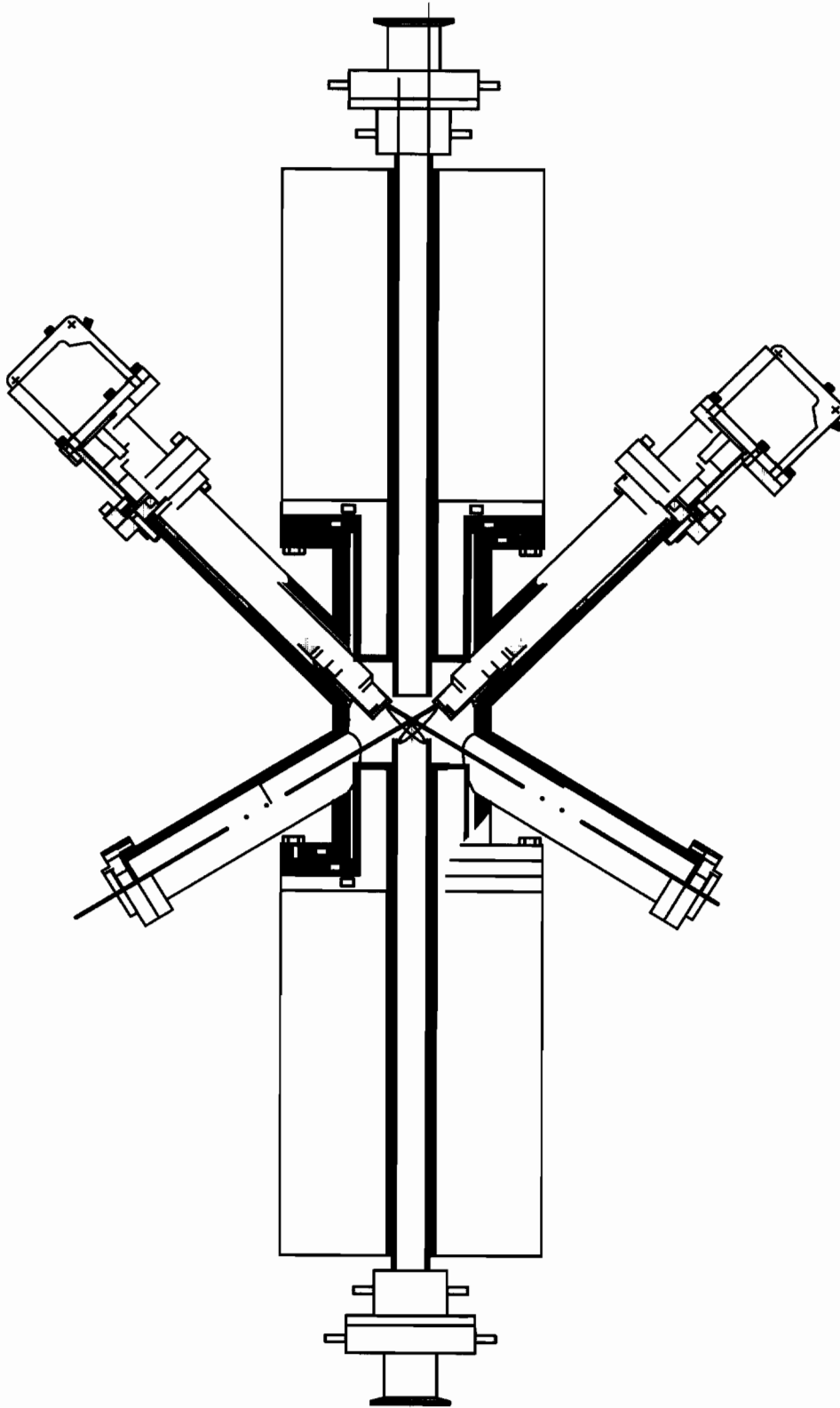


FIG.3 Modul de asamblare a camerei de reactie cu cuptoarele de incalzire