



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2015 00273

(22) Data de depozit: 21/04/2015

(41) Data publicării cererii:
28/10/2016 BOPI nr. 10/2016

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI
RADIĂȚIEI, 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;

• GAVRLĂ-FLORESCU CARMEN LAVINIA,
STR. FOCȘANI NR. 4, BL. M183, SC. 1,
AP. 200, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
• MORJAN ION, STR. CĂRĂMIDARII DE
JOS NR.1, BL.76, SC.B, ET.8, AP.79,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• ILIE ALINA GEORGIANA,
INTRAREA RONDA NR. 3, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) METODE DE GEOMETRII OPTICE PENTRU SINTEZA DE
NANOPULBERI PRIN PIROLIZA LASER CO2/MICROMETRIC,
CU ȘI FĂRĂ PRECURSOR SOLID

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de sinteză de nanopulberi prin piroliza cu laser CO2/micrometric, cu și fără precursor solid. Metoda conform invenției constă în emiterea, de către o sursă (SRL) de radiație laser, a unui fascicul laser brut, care este apoi prelucrat în niște compartimente de transport și procesare a fasciculului, fiind adus la parametri geometrice și optici preconizați în zona de reacție, în funcție de sursa (SRL) de radiație transportul putând fi efectuat cu ajutorul unor oglinzi reflexive sau prin fibră, iar procesarea fasciculului fiind efectuată cu ajutorul unor ansambluri optice, în funcție de lungimea de undă, asigurând o trecere dublă prin camera de reacție (CR) care comunică și cu un compartiment de procesare a unor precursori, iar produsele sintezei sunt colectate într-un compartiment de recuperare a nanoparticulelor/ nanostructurilor.

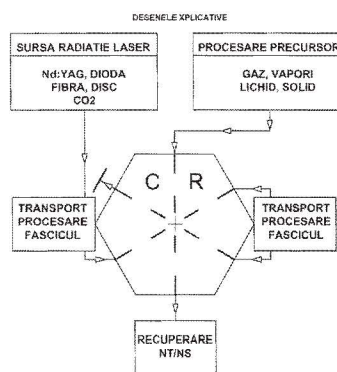
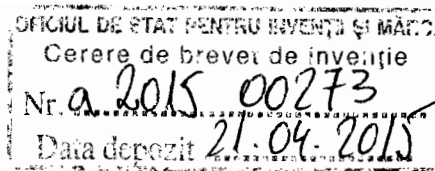


Fig. 1

Revendicări: 1
Figuri: 6

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).





154

DESCRIEREA INVENTIEI

TITLUL INVENTIEI

METODE DE GEOMETRII OPTICE PENTRU SINTEZA DE NANOPULBERI PRIN PIROLIZA CU LASER CO₂ / MICROMETRIC CU SI FARA PRECURSOR SOLID

DOMENIUL TEHNIC

Inventia face parte din domeniul tehnic al nanotehnologiilor, tehnologiei laser si a nanomaterialelor fotocatalitice. Nanotehnologiile reprezinta obtinerea, procesarea si aplicatiile nanoparticulelor / nanostructurilor obtinute pe cale artificiala la scara moleculara cu ordine de dimensionalitate nanometrica, conventional in limitele 1-100 (500) nm. Tehnologiile laser reprezinta un domeniu atotcuprinzator a metodelor de obtinere a fasciculului/radiatiei laser, a transportului si prelucrarii lui, a interactiunii radiatiei cu materia si a aplicatiilor radiatiei laser in toate domeniile activitatilor umane cum ar fi sociale, tehnice, medicale, comerciale, etc.

STADIUL TEHNICII

Avand in vedere ca sinteza de nanoparticule / nanostructuri (NP/NS) prin piroliza cu laser este la confluenta mai multor directii interdisciplinare, care au o dezvoltare independenta, cum ar fi: tehnologia laser, interactiunea radiatia laser - materia, procesarea precursorilor si sinteza de NP/NS, etc. se impune implementarea/adaptarea rezultatelor obtinute ca un proces absolut normal.¹ Stadiul tehnicii in domeniul tehnologiei laser in ultimii cativa ani a suferit modificari substantiale.²⁻⁴ In domeniul laserilor de mare putere, in detrimentul laserilor cu mediu activ gazos cu CO₂, cu pompaj in radiofrecventa sau cu circulatia gazelor transversala/axiala, s-au impus de laseri de concepii absolut noi cum ar fi laserii cu fibra activa, cu disc, cu dioda, cu diferitele lor combinatii si variante. Acesti laseri, a caror caracteristica comuna este ca fac parte din categoria laserilor cu mediu activ solid, au lungimea de unda a radiatiei in limitele a 300-1100 nm, adica de ordinea de marime a micrometrilor, de unde sunt denumite generic si ca laseri micrometrici.⁵⁻⁹ In privinta sintezelor de NT/NS prin piroliza laser, daca s-a considerat la inceputuri ca fiind o procesare in exclusivitate a precursorilor gazosi in timpul evolutiei au aparut procesarea precursorilor lichizi sub forma de vapori / gaz - prin barbotare, prin vaporizare termica, prin dispersie ultrasonica - procesarea precursorilor solizi sub forma dizolvata in diferiti solventi, in prezent au aparut

conditiile de procesare si a precursorilor solizi datorita evidentierii transferului energetic intre radiatia laser si materia/particule solide.¹⁰⁻¹⁵ Datorita proprietatilor fizice a substantelor procesate si a lungimii de unda a radiatiei laser apar anumite incompatibilitati in procesare. Lungimea de unda, $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$, proprie radiatiei generate prin laserii cu mediu activ gazos cu CO₂, permite cuplajul energetic intre gazele precursorare si radiatie selectiv, impunand utilizarea unor substante denumite sensitivante, care au un cuplaj mai mult sau mai putin bun cu radiatia generat prin laserul cu CO₂.¹⁶⁻²³ Datorita faptului ca au aparut cu o valoare tehnica si economica laserii cu mediu activ solid a caror performanta fac apte pentru aplicatii in domeniul sintezei de NP/NS prin piroliza cu laser, vezi Tab. 1, dar a caror cuplare cu medii gazoase este la lungimea de unda micrometrica foarte proasta, se impune necesitate de utilizare de substante solide in precursori sub forma de substanta activa sau pasiva, doar cu rol de transfer energetic.²⁴⁻²⁶ Transportul fasciculului in domeniul micrometric se poate realiza prin fibra pasiva care asigura siguranta si flexibilitate in aplicatiile industriale si de laborator. Nivelul industrial atins de transportul si procesarea fasciculelor micrometrice asigura o mare fiabilitate si experienta in aplicatii.²⁷⁻³⁰

REFERINTE

1. Manfred Berger, 'Recent Advances of High Power 1 μm Lasers', II-VI DeutschlandALT'09 – Antalya - Sept. 09
2. 'Disc versus fiber - Industrial Laser Solutions', <http://www.industrial-lasers.com/articles/print/volume-20/issue-1/featu..>
3. 'Fiber lasers: The state of the art - Laser Focus World', <http://www.laserfocusworld.com/articles/print/volume-48/issue-04/feat...>
4. 'Laser-and-optical-fibers', <http://www.slideshare.net/deps3110/laser-and-optical-fibers>
5. Gérard Mourou, 'Modern Laser for High Energy Particle Acceleration: A long term view', Institut de Lumière Extreme, EUROnnac, CERN, 3 May 2011
6. E. Cormier, 'High power fiber lasers emitting at 1030 nm and 976 nm', CELIA Université Bordeaux I-CNRS-CEA, 351 cours de la Libération F-33405 Talence, France
7. David Larcombe, 'Fibre versus CO₂ laser: you decide!', <http://www.pesmag.co.uk/features/33/201311/2645/>, 2013
8. 'Collimating Optics: CO₂ Laser Optics', <http://www.iiviinfrared.com/CO2-Laser-Optics/collimating-optics.html>
9. 'F-Theta Lenses and Beam Expanders', JENOPTIK AG, <http://www.jenoptik.com/lasers-material-processing>
10. 'Tech. Note: Fiber Optic Beam Delivery Systems', <http://www.uslasercorp.com/envoy/fobd.html>

11. Teresita K. Kolenchak, Michael R. McKinney, and Robert Ireland with contributions from Manfred Berger, Gary Herritt, and Herman Reedy, 'Competitive High-Power Laser Technology Overview', https://www.google.com/search?q='blreland_5laserStudy-02b.pdf&ie=utf-8&oe=utf-8
12. 'Diode Laser | Lasers & Material Processing | JENOPTIK AG', <http://www.jenoptik.com/en-diode-laser>
13. 'U.S. Laser Corp: Beam Delivery System', <http://www.uslasercorp.com/catalog/beamdel.html>
14. 'U.S. Laser Corp: Fiber Optic Beam Delivery', <http://www.uslasercorp.com/catalog/fobd.html#FOBDSYSTEM>
15. 'FiberMate - Industrial Laser Collimators', <http://www.iivinfra.com/1-Micron-Optics-Materials/fibermate.html>
16. 'JOLD-3000-CANN-25A', Product details | Lasers & Material Processing | JENOPTIK AG, http://www.jenoptik.com/cms/jenoptik.nsf/id/en_generic_productpage?...
17. 'Vertical Diode Laser Stacks cw, actively cooled, high power', www.jenoptik.com/diodelasers
18. 'Fiber Lasers | Lasers & Material Processing', JENOPTIK AG, <http://www.jenoptik.com/en-fiber-laser-technology>
19. 'JenLas® fiber cw 1000 High Power cw Fiber Lasers', www.jenoptik.com/solidstatelasers
20. 'Preliminary: JenLas® fiber cw 3000 High Power cw Fiber Lasers', www.jenoptik.com/solidstatelasers
21. 'Diode Laser Modules Product Overview', www.jenoptik.com/diodelasers
22. 'Optical Fibre Cables –for special applications in spectral range VIS & NIR', www.jenoptik.com/light-modulators
23. 'Microlens Arrays for Fiber Collimators', www.jenoptik.com, JenLas® fiber cw 1000 High Power cw Fiber Lasers', JENOPTIK Laser GmbH
24. 'Cutting and Welding with Micron Precision Laser Processing Head μ ', www.highyag.com/Laser-Processing-Heads/laser-processing-micron.html
26. Ernest Popovici, Ion Nicolae Mihailescu, Carmen Ristoscu, Gabriela Demian, 'Laser systems for synthesis of nanostructured materials from liquid and gaseous precursors for biomedical applications', ROM. J. BIOCHEM., 50, 1, 53–63 (2013)
27. Sujeet Kumar, James T. Gardner, Xiangxin Bi, Nobuyuki Kambe, 'Reaction methods for producing metal oxide particles', US 6,680,041
28. Trung Tri Doan, 'Chemical mechanical polishing slurry', US 6,893,333
29. Hariklia Dris Reitz, Sujeet Kumar, Xiangxin Bi, Nobuyuki Kambe, Ronald J. Mosso, James T. Gardner, 'Multiple reactant nozzles for a flowing reactor', US 7,507,382

30. 'High-power Nd:YAG Self-floating Laser Cutting Head', Sintec Optronics Technology Pte Ltd, <http://www.SintecOptronics.com>

PREZENTAREA PROBLEMEI TEHNICE PE CARE INVENTIA O REZOLVA

Prezenta inventie sinteza de nanopulberi prin piroliza cu laser CO₂ / micrometric cu si fara precursor solid rezolva urmatoarele probleme tehnice:

- i. -utilizarea intregii game de laseri industriali, in domeniul pirolizei cu laser de NP/NS, nu numai a celor cu CO₂, datorita utilizarii printre precursori si de substante solide,
- ii. -realizarea de temperaturi de sinteza mari, datorita transferului energetic radiatie laser - materiale solide, transferul de energie este mai eficient in raport cu cea de radiatie laser - gaz.
- iii. -control direct si precis in timp real a temperaturii in toata gama de la 500 pana la peste 2000 C^o, in zona de sinteza, prin controlul puterii fasciculului laser
- iv. -prin recircularea radiatiei reziduale, cca. 90-95 % din puterea initiala, dupa prima trecere prin camera de reactie, se obtine o quasi dublare a densitatii de putere, ceea ce inseamna o putere investitionala redusa la jumatate, sau dublarea productivitatii instalatiei de sinteza de NP/NS
- v. -mare flexibilitate in transportul fasciculului, cele micrometrice sunt transportabile prin fibra optica pasiva, inclusiv pe calea de recirculare
- vi. -securitate si protectie marite in manipularea fasciculului
- vii. -prin configurarea sectiunii si a intersectiei celor doua fascicule se produce o omogenizare a conditiilor de sinteza in zona de reactie si permite o scalare dimensionala/industrială cu buna reproductibilitate a parametrilor in toate zona de sinteza,
- viii. -introduce in domeniul sintezelor de NP/NS realizările obtinute in domeniul generarii de radiatie laser, interactiunii radiatie laser - materie, alimentarii precursorilor in special a celor solizi
- ix. -utilizeaza produsele altor sinteze de NP/NS
- x. -inventia rezolva utilizarea metodei/sistemului atat in conditii de laborator, experimentale cat si in conditii de utilizare/aplicare industrială prin elaborare de instalatii de aplicatii tipizate in domeniu
- xi. - flexibilitate de conexiune la sisteme de sinteza si la sistemele de procesare a precursorilor,
- xii. - posibilitatea de scalare industrială, este posibila utilizarea la volume de sinteza marite.
- xiii. - cresterea in omogenitate si reproductibilitate a sintezei in ansamblu

EXPUNEREA INVENTIEI

Inventia reprezinta o metoda de sinteza de NP/NS prin piroliza cu laser CO₂ / micrometric cu si fara precursor solid. Diagrama functionala a metodei vezi Fig. 1 cuprinde principalele compartimente functionale si legaturile lor reciproce: sursa radiatie laser (SRL), procesare precursori (CPP), transport - procesare fascicul direct, transport - procesare fascicul recirculat, camera de reactie, recuperare-colectare NT/NS. Compartimentele SRL si CPP au functionalitate independenta, fara legaturi reciproce. SRL in cadrul acestei metode poate sa fie o sursa cu CO₂ sau o sursa cu radiatie micrometrica vezi, Fig. 4 poz.1, unde principiile lor functionale sunt prezentate, mai putin a celei de CO₂. Tipurile de surse care pot fi utilizati fac parte din familia laserilor cu mediu activ gazos cu CO₂, cu diferitele sale variante, dar caracterizate prin aceeasi lungime de unda si cele cu mediu activ solid, cum ar fi cele cu Nd:YAG, semiconductor, fibra dopata, disc, caracterizate cu o lungime de unda micrometrica. Prin CPP se proceseaza precursorii in stare de agregare gaz, vapori, lichid, solid. Cele gazoase se supun la un tratament de stabilizare termica la temperaturi apropiate celei a mediului ambiant sau la temperaturi sub limita temperaturilor de descompunere. Precursorii sub stare de agregare de vapori se proceseaza prin barbotare TiCl₄, Fe(CO)₅, dispersie ultrasonica sau vaporizare termica. Precursorii lichizi sunt procesati prin aducerea lor in stare de vapori sau gaz prin metodele enumerate. Precursorii solizi sub forma de pulbere nano sau micrometrica sunt procesati ca atare eventual si prin stabilizare termica sau prin aducerea lor in faza de lichid prin dizolvare in solventi. CPP si SRL comunica direct cu camera de reactie (CA). Cuplarea tipica a sistemului de transport si prelucrare a fascicului cu camera de reactie este prezentata in Fig. 2. SRL livreaza fasciculul laser brut colimat sistemului, vezi Fig. 3, care in compartimentele de transport si procesare a fasciculului sunt adusi la parametri geometrici si optici optimizati in zona de reactie, vezi Fig. 5 si 6. Alimentarea camerei de reactie cu fascicul se face pe baza unei scheme compartimentate Fig. 3, in care este figurata o varianta de transport a fasciculului prin fibra, proprie radiatiei cu lungime de unda micrometrica. Poz. 13 este o sursa de radiatie cu caracteristicile prezentate comparativ tabelar in Tab. 1 si 2. Transportul in varianta cu fibra pasiva poz. 12 transporta radiatia la un decodor-colimator poz. 11, care aduce fasciculul la o geometrie bruta, care sa asigure caracteristicile preliminare pentru procesarea optica. Acest ansamblu este proprie pentru cele doua feluri de radiatie. Fasciculul expandat si colimat este preluat de un ansamblu optic poz. 9 compus din lentile de focalizare sferice si/sau cilindrice si o extensie mecanica poz. 10 cu rolul de a aduce fasciculul la profilul geometric si energetic proiectat. Fascicolul formatat, printr-o fereastră optica poz. 16, accede in camera de reactie si traverseaza zona de sinteza, dupa care paraseste camera de reactie printr-o fereastră optica. Fascicolul este colimat/decolimat in dispozitivul poz.3 asamblat printr-o extensie mecanica poz. 4 la CR si printr-o lentila de focalizare poz. 2 este

introdus in sistemul de transport poz. 1, care depinde de natura fasciculului utilizat, in cazul ilustrat in fibra optica pasiva. In continuare fasciculul este procesat in dispozitivul poz. 17 similar ca la poz. 11. Poz. 14 si 15 sunt similare cu pozitiile 9 si 10. Prin fereastra demontabila poz. 14 si respectiv prin vizorul poz. 5 se poate monitoriza desfasurarea sintezei inclusiv printr-o analiza imagistica in time, inasa nu in timp real. Poz.7 si 8 sunt beam stopperul si respectiv o extensie pentru a controla sarcina termica specifica. Unghiul β , este determinat constructiv, pozitioneaza amplasarea reciproca a camerei de reactie cu sistemele de transport si procesare a fasciculelor, in cazul celor doua treceri prin camera de reactie. Drumul optic pe care parcurge fasciculul este schitata in Fig. 4, printr-o prezentare schematica. Generatorul de sursa de radiatie poz. 1, emite un fascicul brut, caracterizat printr-o geometrie circulara cu fascicul colimat, poz. 2. Primul dispozitiv optic de procesare a fasciculului este dispozitivul de incarcare a fasciculului pe sistemul de transport poz.3. In cazul reprezentat fasciculul este transportat printr-o fibra optica pasiva. Dispozitivul de incarcare prin elemente optice, simple sau compuse, consecutive de decolimare (a), de colimare (b) si de focalizare (c) proceseaza fasciculul in limitele de suportabilitate a opticii si introduce fasciculul in fibra pasiva poz. 5, cuplat printr-un conector a fibrei optice la poz. 3. Prin cuplorul poz.15 fibra de transport este introdusa in dispozitivul de procesare poz. 14. Fascicolul expandat la parasirea fibrei optice este procesat la valori presetate privind geometria si densitatea de putere printr- un colimator (g) cu distanta focala potrivita si un sistem optic compus din lentile sferice si / cilindrice (f). Trecerea directa I si respectiv si respectiv recirculata II a fasciculului reprezinta cele doua treceri a fasciculului prin camera de reactie unde se intersecteaza in zona de sinteza. Poz. 11, 13 principial sunt asemanatoare cu dispozitivul de procesare poz. 14. Elementele optice (d), (e), (f) si (g) sunt similare, ca rol functional, cu (b) si (c). Poz. 12 este bucla de fibra de transport de impaturire a fasciculului pentru recirculare. Ferestrele optice poz. 10 compatibile cu lungimea de unda a fasciculului procesat, sunt montate pe camera de reactie poz. 8 prin aperturi de protectie care sa previna depunerile si deteriorarea. sunt Captatorul de fascicul rezidual poz. 6 si respectiv extensia poz. 7, permit ajustarea sarcinii termice pe captator. Functie de sursa de radiatie transportul fasciculului este cu oglinzi reflexive sau prin fibra vezi Tab 1 si 2. Prin ansamble optice fascicolul este procesat in functie de lungimea sa de unda, asigurand o trecere dubla prin camera de reactie. Impactul prelucrării fasciculului asupra produselor de sinteza, vezi Fig. 5 si 6 este importanta, este de dorit obtinerea unei geometrii rectangulare, in sectiune, pentru fasciculul laser caz in care omogenitatea campului de densitate de putere este uniform in spatiul paralelepipedic H/h/h, determinat de intersectia fasciculelor in cazul cu/sau fara recircularea fasciculului. In cazul intersectiei fasciculelor cilindrice in Fig. 6 este prezentat prin cotele a si b neuniformitatea datorita intersectiei cilindrice a fasciculului/fasciculelor cu un flux de precursori cilindric sau rectangular. O componenta de

neomogenitate rezulta si din intersectia fasciculelor I si II in cazul sectiunilor circulare. Produsele sintezei sunt colectate in compartimentul de recuperare NT/NS.

PREZENTAREA AVANTAJELOR INVENTIEI IN RAPORT CU STADIUL TEHNICII

In raport cu stadiul tehnicii inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- a) In domeniul sursei de energie inventia introduce ultimile realizari in domeniu. S-a considerat ca sinteza de nanopulberi prin piroliza cu laser se poate face in mediu gazos - vapori/gaz- cu sursa laser cu CO₂. In ultimii 10 ani insa s-au impus laseri cu mediu activ solid cu aplicatii industriale. Inventia datorita utilizarii printre precursori si de substante solide in domeniul pirolizei cu laser de NP/NS face posibila utilizarea surselor atat cu CO₂ cat si a celor cu mediu activ solid, a intregii game de laseri industriali.
- b) Realizeaza temperaturi de sinteza mari, datorita transferului energetic radiatie laser - materiale solide, transferul de energie este mai eficient in raport cu cea de radiatie laser - gaz.
- c) Cresterea in omogenitate si reproductibilitate a sintezelor in ansamblu, prin omogenizarea densitatii de putere a radiatiei in zona de sinteza.
- d) Nu necesita densitati de putere mari, sursa laser este de putere mai mica la aceesi temperaturi de sinteza.
- e) Prin recircularea radiatiei reziduale, dupa prima trecere prin camera de reactie, cca. 90-95 % din puterea initiala. Se realizeaza o quasi dublare a densitatii de putere sau reducerea puterii sursei, ceea ce inseamna o putere investitionala redusa la jumatate, sau dublarea productivitatii instalatiei de sinteza de NP/NS.
- f) Control direct si precis a temperaturii in zona de sinteza, prin controlul puterii sursei de radiatie, in timp real, in toata gama de temperaturi de la 500 pana la peste 2000 C⁰.
- g) Prin configurarea geometriei si a intersectiei celor doua fascicule se produce o omogenizare a conditiilor de sinteza in zona de reactie si permite o scalare dimensionala/industrială cu buna reproductibilitate a parametrilor in toate zonele de sinteza,
- h) Timpul de rezidenta este controlata prin stabilirea marimii geometrice a fasciculului in sensul curgerii precursorilor prin sistemele optice utilizate.
- i) Mare flexibilitate in transportul fasciculului pe calea directa si pe cea de recirculare a fasciculului, cele micrometrice sunt transportabile prin fibra optica pasiva.
- j) Introduce in domeniul sintezelor de NP/NS prin piroliza laser realizarile obtinute in domeniul: generarii de radiatie laser, interactiunii radiatie laser - materie, alimentarii precursorilor in special a celor solizi.
- k) Utilizarea produselor altor sinteze de NP/NS prin piroliza laser.
- l) Securitate si protectie marite in manipularea fasciculului laser.

- m) Flexibilitate de conexiune la sisteme de sinteza si la sistemele de procesare a precursorilor prin utilizarea sistemelor comerciale, elaborate la standarde industriale.
- n) Inventia rezolva utilizarea metodei/sistemului atat in conditii de laborator, experimentale cat si in conditii de utilizare/aplicare industriala prin elaborare de instalatii de aplicatii tipizate in domeniu.
- o) Posibilitatea de scalare industriala, este posibila utilizarea la volume de sinteza marite.

PREZENTAREA FIGURILOR DIN DESENE

Fig. 1. Diagrama functionala a metodei de sinteza de nanopulberi prin piroliza cu laser cu CO₂/micrometric cu precursor solid. Sunt evidentiata principalele compartimente functionale si legaturile lor reciproce. Cele doua compartimente de pornire cu functionalitate independenta, fara legaturi reciproce sunt sursa de radiatie laser (SRL) si compartimentul de procesare precursori (CPP). SRL in cadrul acestei metode poate sa fie o sursa cu CO₂ sau o sursa de radiatie micrometrica a caror principii functionale sunt prezentate in Fig. 4 poz.1. Tipurile de surse care pot fi utilizati fac parte din familia laserilor cu mediu activ gazos cu CO₂ si solid, Nd:YAG, semiconductor, fibra dopata, disc, cu lungime de unda micrometrica. CPP este un compartiment care proceseaza precursori in stare de agregare gazoasa, vapori -prin barbotare TiCl₄, Fe(CO)₅, dispersie ultrasonica sau vaporizare termica -, lichizi prin aducerea lor in stare de vapori sau gaz, solizi sub forma de pulbere nano sau micrometrica sau prin dizolvare in solventi. CPP comunica direct cu camera de reactie (CA). SRL livreaza fasciculul laser brut care in compartimentele de transport si procesare a fasciculului sunt adusi la parametri geometrici si optici preconizati in zona de reactie. Functie de sursa de radiatie transportul poate sa fie cu oglinzi reflexive sau prin fibra. Prin ansamble optice fascicolul este procesat functie de lungimea de unda, asigurand o trecere dubla prin camera de reactie. Produsele sintezei sunt colectate in compartimentul de recuperare NT/NS.

Fig. 2. Reprezinta cuplajul intre camera de reactie poz. 4 si dispozitivul optic de cuplare a fasciculului poz. 1. prin intermediul unei extensii poz. 2 si 3, un dispozitiv mecanic necesar pentru asigurarea incarcarii elementelor optice in limite admisibile.

Fig. 3. Reprezinta o schema compartimentata de alimentare a camerei de reactie cu fascicul. Este prezentata calea de transport a fasciculului prin fibra, proprie radiatiei cu lungime de unda micrometrica. Poz. 13 este o sursa de radiatie cu caracteristicile prezentate in Tab. 1 si 2. Transportul in varianta cu fibra pasiva poz. 12 transporta radiatia la un decodor-colimator poz.11, care aduce fasciculul la o geometrie bruta, care sa asigure caracteristicile preliminare pentru procesarea optica. Acest ansamblu este proprie pentru cele doua feluri de

radiatie. Fasciculul expandat si colimat este preluat de un ansamblu optic poz. 9 compus din lentile de focalizare sferice si/sau cilindrice si o extensie mecanica poz. 10 aducand fasciculul la profilul geometric si energetic proiectat. Fasciculul formatat printr-o fereastră optica poz. 16 accede in camera de reactie si traverseaza zona de sinteza dupa care paraseste camera de reactie tot printr-o fereastră optica. Fasciculul este colimat/decolimat in dispozitivul poz.3 asamblat printr-o extensie poz. 4 la CR si printr-o lentila de focalizare poz. 2 este introdus in sistemul de transport poz. 1, care depinde de natura fasciculului utilizat, in cazul ilustrat in fibra optica pasiva. In continuare fasciculul este procesat in dispozitivul poz. 17 similar ca la poz. 11. Poz. 14 si 15 sunt similare cu pozitiile 9 si 10. Prin fereastră demontabila poz. 14 si respectiv prin vizorul poz. 5 se poate monitoriza desfasurarea sintezei inclusiv printr-o analiza imagistica in time. insa nu in timp real. Poz.7 si 8 sunt beam stopperul si respectiv o extensie pentru a controla sarcina termica specifica. Unghiul β fixeaza pozitia reciproca a camerei de reactie cu sistemul de transport si procesare a fasciculului.

Fig. 4 Este o prezentare schematica a drumului optic pe care parcurge fasciculul, unde:

-poz. 1 este generatorul de sursa de radiatie, -poz. 2 este fasciculul brut generat, caracterizat printr-o anumita geometrie, poz. 3 dispozitivul de incarcare a fasciculului pe sistemul de transport, in cazul reprezentat prin fibra optica pasiva, se compune dintr-un element optic de decolimare (a), un colimator (b) si o lentila de focalizare (c) care introduce fasciculul in fibra pasiva, poz. 4 este un conector a fibrei optice la poz. 3, poz. 5 este fibra pasiva de transport. Prin cuplorul poz.15 fibra este introdusa in dispozitivul de procesare poz. 14 unde (g) este un colimator cu distanta focala potrivita si (f) un sistem optic compus din lentile sferice si / cilindrice. I si respectiv II reprezinta cele doua treceri a fasciculului care se intersecteaza in camera de reactie. Poz. 11, 13 principal sunt asemanatoare cu dispozitivul de procesare poz. 14, unde elementele optice (d), (e), (f) si (g) sunt similare, ca rol functional, cu (b) si (c). Poz. 12 este bucla de fibra de transport de impaturire a fasciculului. Poz. 10 sunt ferestrele optice compatibile cu lungimea de unda a fasciculului procesat, montate pe camera de reactie poz. 8. Poz. 6 si 7 sunt captatorul de fascicul si respectiv extensia, cu care se poate ajusta sarcina termica pe captator.

Fig. 5 Intersectia celor doua treceri a fasciculului cu fluxul de precursori. Este evidentiata faptul ca volumul de intersectie a celor doua fascicole in cazul in care sunt rectangulare asigura o densitate de putere uniforma in spatiul de intersectie. Dimensiunea transversala a fascicolelor este H/h si determina densitatea de putere a radiatiei. Sectiunea injectorului este de d in cazul in care este circulara L/l in cazul sectiunilor rectangulare.

Fig. 6 Este o reprezentare schematica simplificata a geometriei de intersectare a precursorilor d cu fasciculul D de forma circulara. Neomogenitatea conditiilor de expunere

este ilustrata prin diferenta de valoare intre (b), care reprezinta drumul in fascicul a substantei in partea centrala a precursorilor si (a) in partea exterioara.

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

Un mod de realizare a unei instalatii se presupune cativa pasi de parcurs:

- Stabilirea tintei urmarite. Acest pas implica stabilirea rezultatelor sintezei sub aspect calitativ si cantitativ.
- Stabilirea preliminara pe baza diagramei functionale a principalelor caracteristici a compartimentelor functionale si a legaturilor reciproce. Cele doua compartimente de pornire cu functionalitate independenta, fara legaturi reciproce sunt sursa de radiatie laser (SRL) si compartimentul de procesare precursori (CPP).
- Stabilirea si identificarea elementelor componente disponibile, de aprovizionat, de proiectat si de realizat. de exemplu a sursei de radiatie, a dispozitivelor de procesat precursori, etc.
- Elaborarea unei scheme detaliate de realizare si realizarea instalatiei propuse.
- Executarea unor sinteze exploatorii, cu implementarea modificarilor rezultate din analize, omologarea procedurii de sinteza.
- Aplicarea sintezelor omologate productive.

Pentru eficientizare metoda propune utilizarea si adaptarea elementelor comerciale. Pentru a prezenta un mod de realizare cat mai detaliat, figurile anexate contin detalii constructive elaborate cum sunt in Fig. 2 si 3. Camera de reactie in Fig. 2 contine informatii detaliate privind injectorul, racordurile pentru ferestrele optice, extensiile pentru modulurile optice de legatura pentru fascicul intre calea de transport si camera de reactie, etc. Pentru a explicita un mod de realizare cat mai detaliat si logic posibil cele patru figuri Fig. 1-4 sunt elaborate si anexate intr-o ordine logica. Procesarea fasciculului avand o importanta deosebita este trata in Fig. 4 detaliat. De figurile Fig. 4, 6 se tine cont la proiectarea ansamblurilor poz.23, 14 Fig. 4.

MODUL IN CARE SE POATE APLICA INDUSTRIAL

Aplicatia industrială este tinta urmarita, intrucat aceasta metoda corespunde conditiilor unei utilizari industriale. Cerintele care sunt satisfacute sunt urmatoarele:

- Are un potential de scalare foarte bun si de adaptabilitate la sintezele de NP/NS propuse.
- Tintite sunt sintezele de TiO₂ cu aplicatii in acoperiri cu efect fotocatalitic si de NP/NS pe baza de Fe in domeniul imagisticii RMN.
- Aplicatia industrială este avantajoasa datorita polivalentei in exploatare si a realizarii prin tehnologii clasice.

- Aplicarea industrială se face urmărind capitolul 'prezentarea în detaliu a unui mod de realizare cu referire la desene'.
- Cunoștințele sunt necesare aplicării industriale, datorită prezentării în detaliu a instalației de sinteză sunt cunoștințe generale.

REVENDICARILE

Este revendicata metoda de sinteza de nanopulberi prin piroliza cu laser CO₂ / micrometric cu si fara precursor solid, caracterizata prin aceea ca, utilizeaza intreaga gama de laseri industriali, realizeaza temperaturi de sinteza mari cu control direct si precis in timp real a temperaturii in toata gama de la 500 pana la peste 2000 C⁰ in zona de sinteza prin controlul puterii fasciculului laser, realizeaza o recirculare a radiatiei reziduale, are mare flexibilitate in transportul fasciculului in conditii de securitate si protectie marite, prin configurarea sectiunii si a intersectiei celor doua fascicule este asigurata o omogenizare a conditiilor de sinteza in zona de reactie, introduce in domeniul sintezelor de NP/NS realizările obtinute in domeniul generarii de radiatie laser, interactiunii radiatie laser - materie, alimentarii precursorilor in special a celor solizi, asigura scalarea industrială, si este compus din sistem de sursa de radiatie laser Nd:YAG, dioda, fibra, disc sau CO₂, sisteme de alimentare / procesare precursori in stare de gaz, vapori, lichid, solid, sistem de transport / procesare fascicul pentru radiatii de 10,6 μm si 0,5 + 1,06 μm, prin oglinzi sau fibra, sistem de recirculare a fasciculului rezidual dupa prima trecere, sisteme optice de formare a geometriei fasciculului in zona de sinteza, camera de reactie si sisteme de recuperare a pulberilor NP/NS.

DESENELE XPLICATIVE

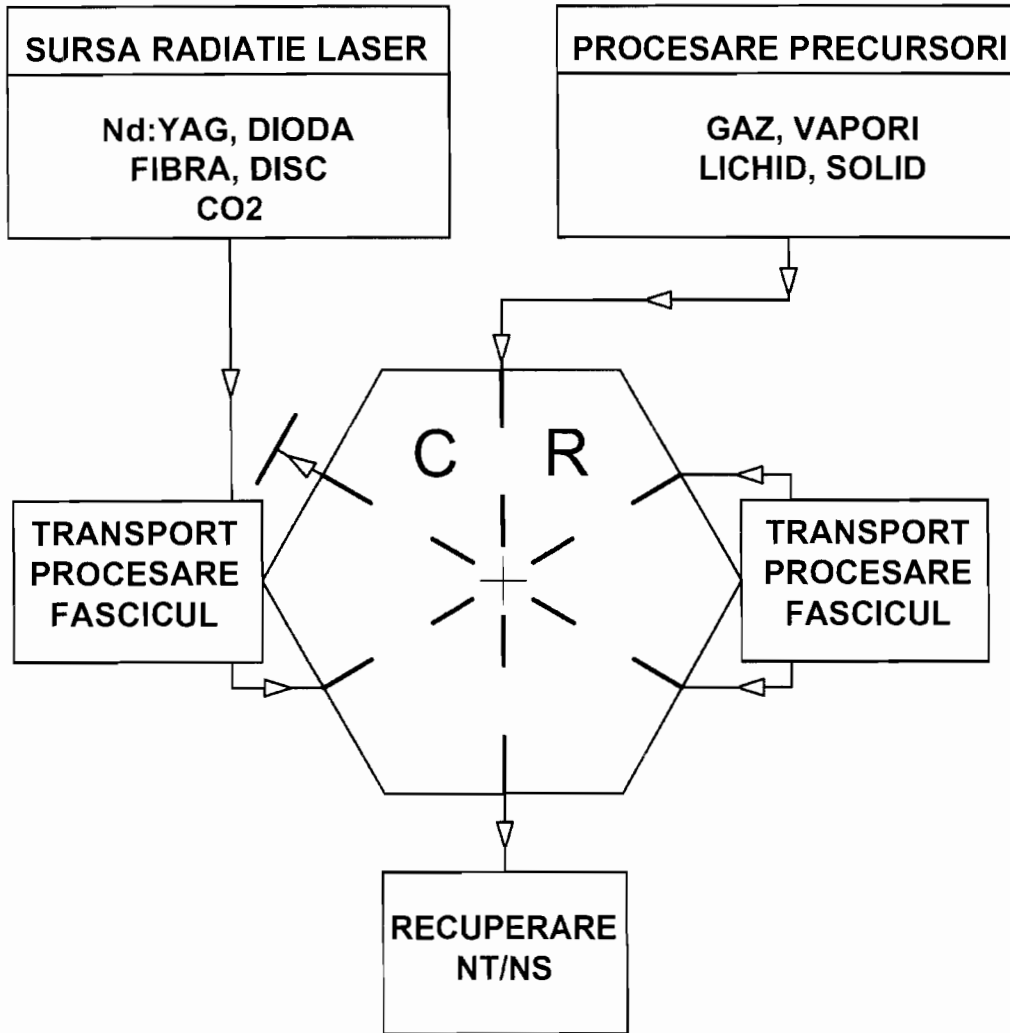


FIG. 1

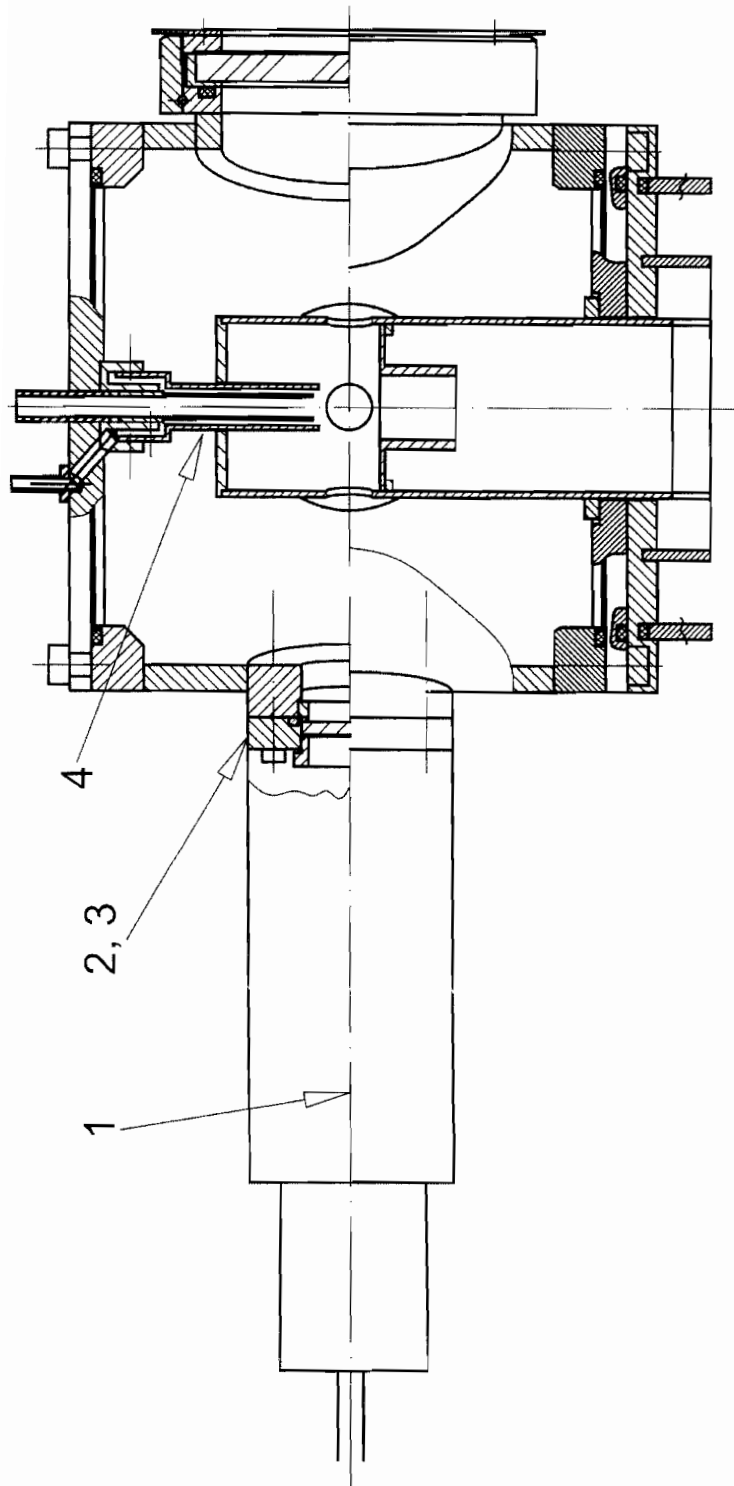


FIG. 2

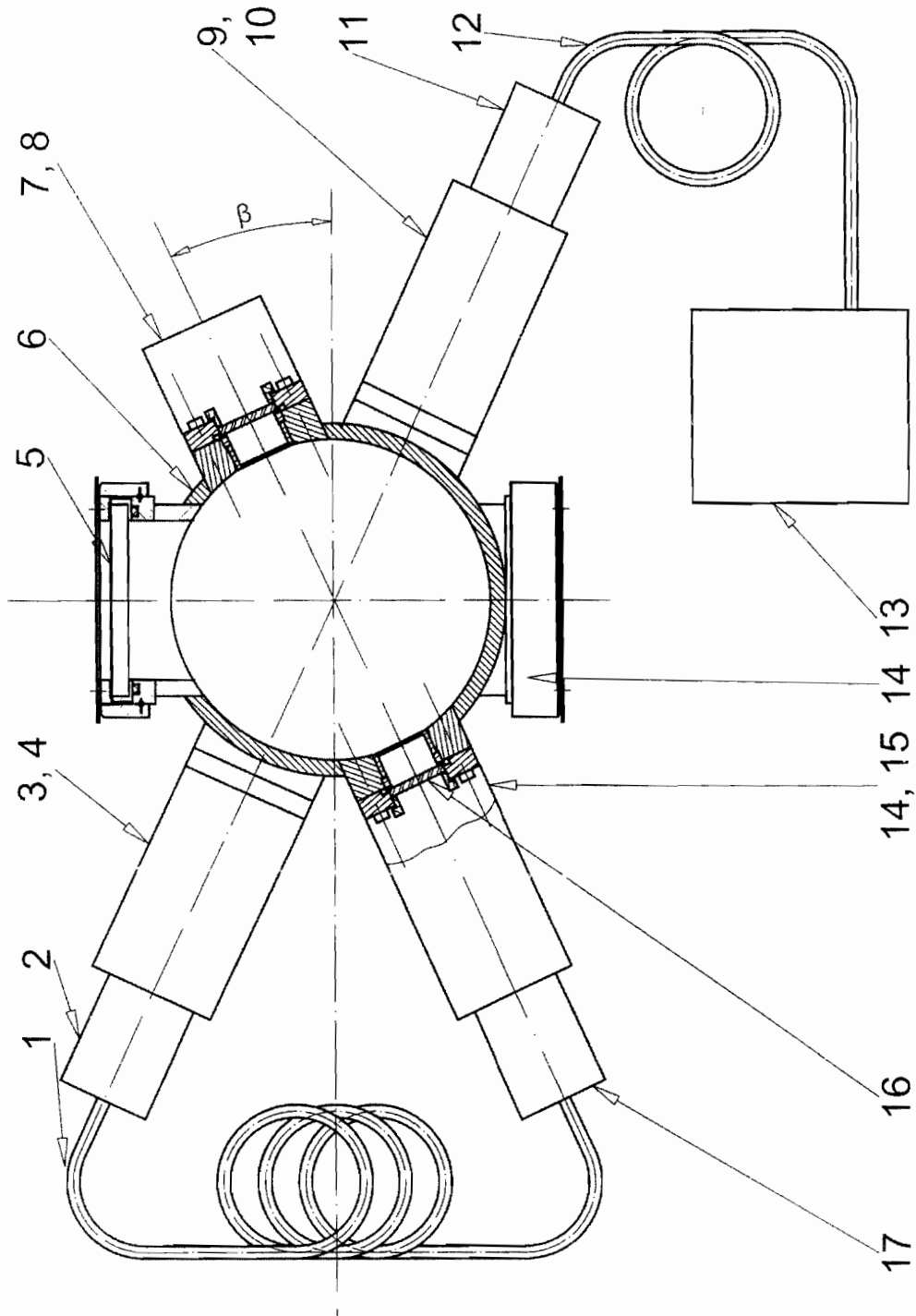


FIG. 3

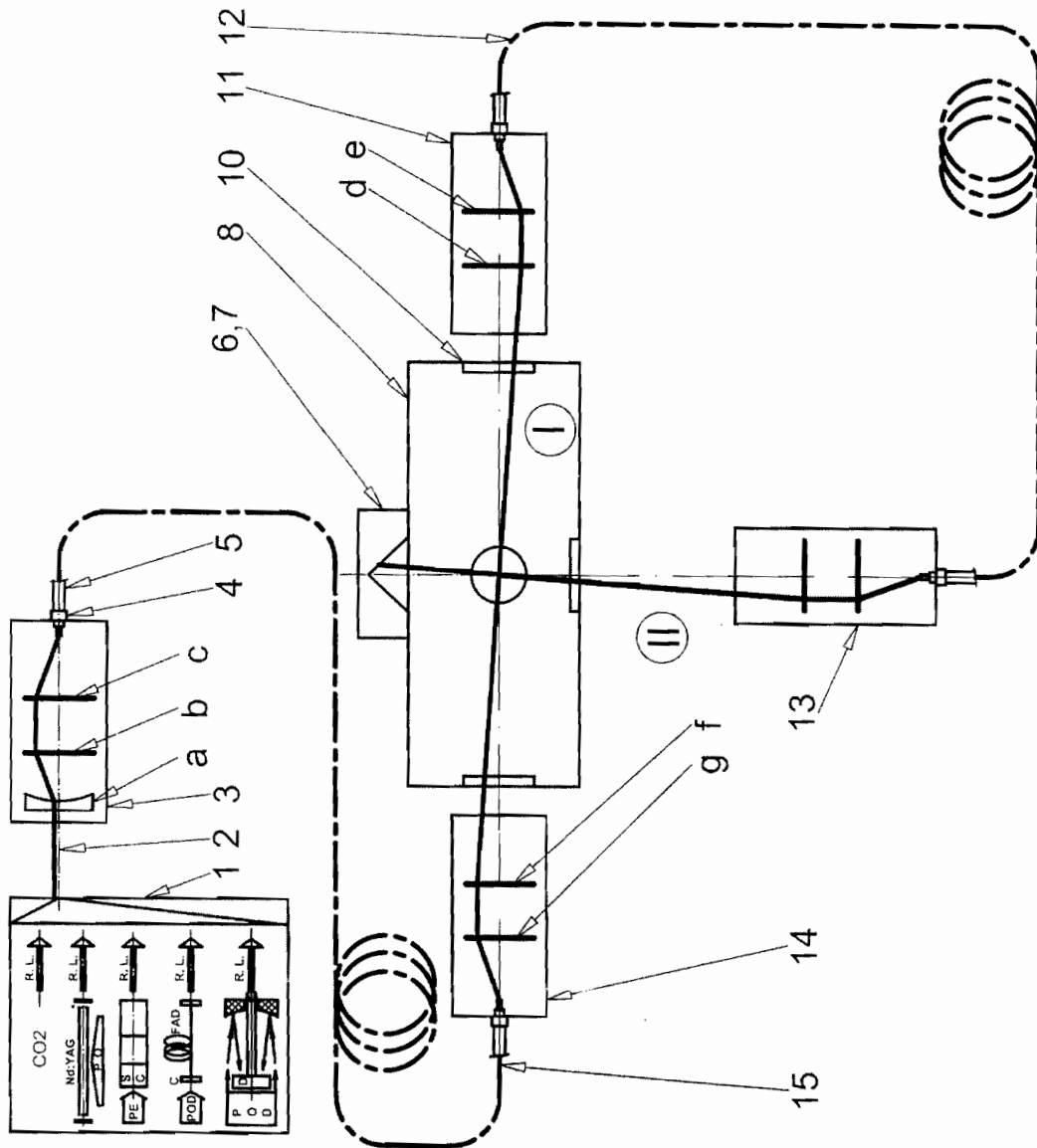


FIG. 4

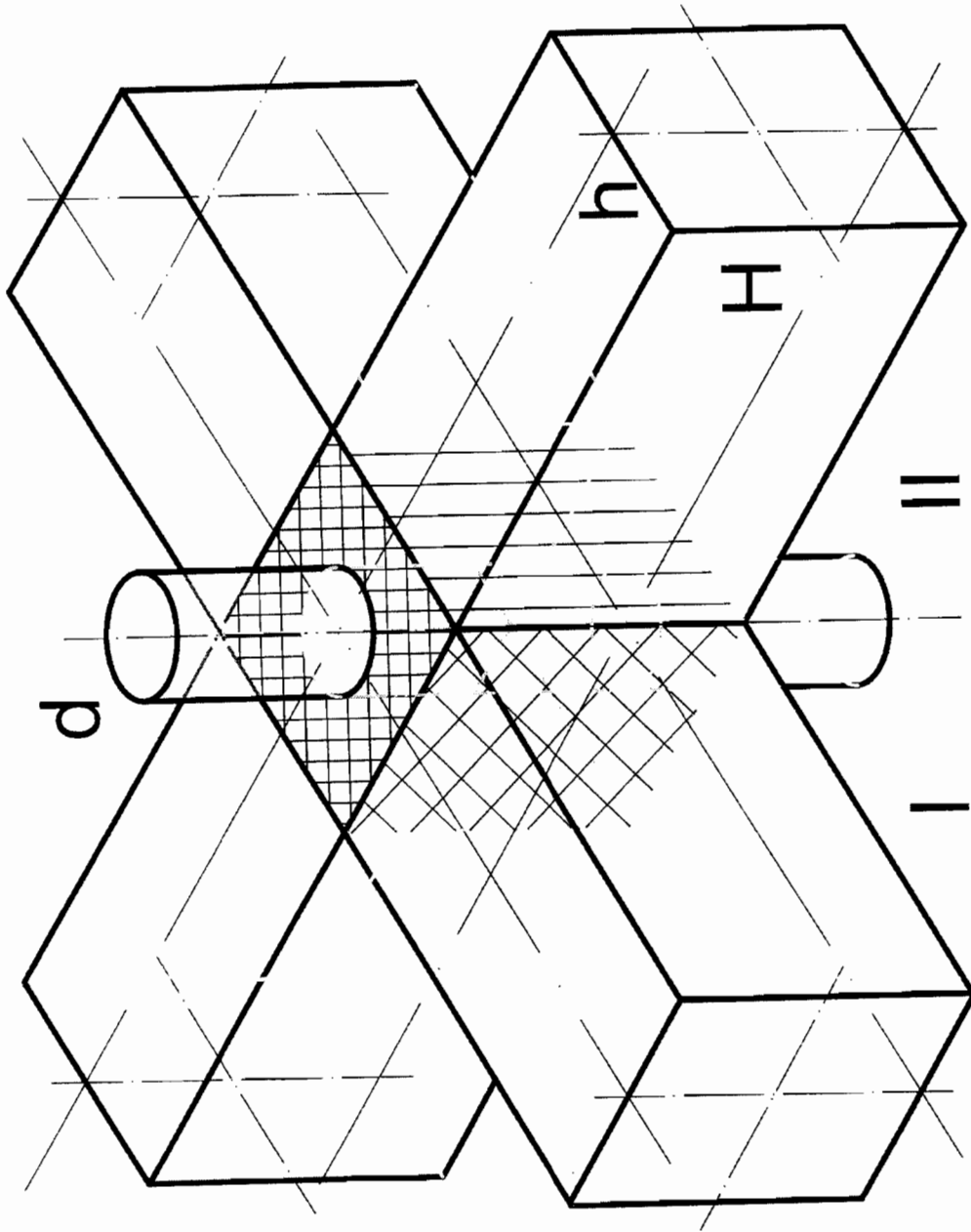


FIG. 5

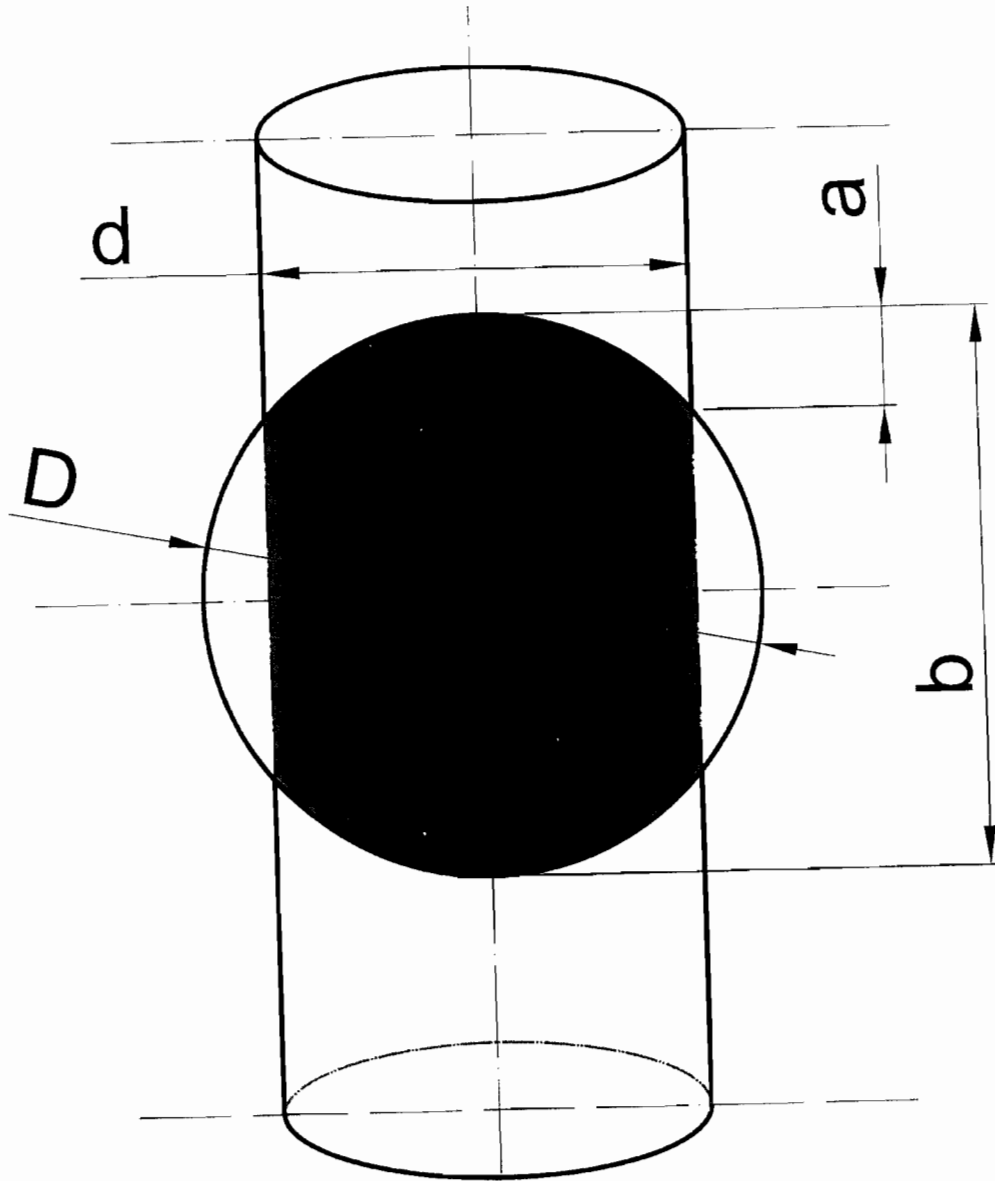


FIG. 6

Tab. 1 Caracteristicile diferitelor tipuri de laseri cu aplicatii in procesarea materialelor.

CARACTERISTICILE DIFERITELOR TIPURI DE LASERI					
DENUMIREA					
CO ₂	GAZ	CURGERE LENTA	10,6	ELECTRIC	2
		CURGERE TRANSVERSALA LENTA			5
		CURGERE AXIALA RAPIDA			8
		CIRCUIT INCHIS			8
SOLID	SOLID	Nd:YAG	~ 1	OPTIC CU LAMPA	4
		Nd:YAG		4	
		Yb:YAG DISK		CU DIODA	27
		YB:SIO ₂ FIBRA		10	

Tab 2 Date privind aplicatiile laserilor

MEDIU/BUN	SLAB	F.SLAB	F. BUN	
MIC	MEDIU	MIC	MARE	
REFLECTIV	REFLECTIV/FIBRA		FIBRA	
MEDIU		F.MIC	MEDIU	MIC
OPTICA	OPTICA (POMPAJ)			
GAZ				
MARE	MEDIU	MIC	MARE	
MARE			MICA	
10,6	1,06	0,8 - 1,0	1,03	1,03