



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00681**

(22) Data de depozit: **21/09/2015**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2017 BOPI nr. **3/2017**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
ȘI DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
LASERILOR, PLASMEI ȘI RADIAȚIEI
(INFLPR), STR. ATOMIȘTILOR NR. 409,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **POPOVICI ERNEST, ALEEA REȘIȚA D
NR.7, BL.A 5, SC.B, ET.3, AP.26,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **MORJAN ION,
STR.CĂRĂMIDARII DE JOS NR.1, BL.76,
SC.B, ET.8, AP.79, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **DUMITRACHE FLORIAN,
STR. PECINEAGA NR. 7, BL. 25, SC. 2,
ET. 3, AP. 31, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **MIRON DAN, STR. MĂRĂȘEȘTI NR. 12,
BL. B4, SC. 1, ET. 3, AP. 10, MĂGURELE,
IF, RO**

(54) **SINTEZĂ DE NANO SiC CU PIROLIZĂ LASER CU
APRINDERE LINIARĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de sinteză a nano SiC prin piroliză laser. Metoda conform invenției constă în piroliza laser cu aprindere liniară și arderea/ descompunerea precursorilor silan/acetilenă prin inițierea punctuală/liniară a flăcării de sinteză a silanului materializat în lungul axei optice a fasciculului laser focalizat la o geometrie convenabilă și la o densitate de putere

necesară sintezei, într-o cameră de reacție, cu propagarea flăcării în direcția de curgere a gazelor, spre colector, până la răcirea lor împreună cu nanoparticule de SiC rezultate din sinteză.

Revendicări: 1
Figuri: 8





DESCRIEREA INVENTIEI

TITLUL INVENTIEI

SINTEZA DE NANO SiC CU PIROLIZA LASER CU APRINDERE LINIARA

DOMENIUL TEHNIC

Inventia face parte din domeniul tehnic al nanotehnologiilor, tehnologiei laser, a chimiei si a metodelor de caracterizare a materialelor nanostructurate. 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. Nanotehnologia este stiinta, inginerie, tehnologie realizat la scara nanometrica. 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

In ultimii ani interesul pentru noi aplicatii a nanoparticulelor (PN) de carbura de siliciu (SiC) [1] nu a incetat sa creasca si implicit interesul de a dezvolta, cerceta / descoperi noi metode de productie industriala pentru a obtine calitatea si cantitatile de NP solicitate [2-8]. Procesul de sinteza prin piroliza laser ramane inca, unul cu multe aspecte neexplorate ale proceselor implicate in acest tip de sinteza. Dorinta de a spori calitatea, eficienta si productivitatea sintezei SiC a dus la experimente, luand in considerare atat realizarile istorice ale altor cercetatori [12] si cele mai recente realizari in acest domeniu [13-16]. Sinteza SiC are natura interdisciplinara pronuntata si in unele cazuri cu opinii nuanțate sau diferite, publicate sau acceptate in acest domeniu privind:

- a. Proprietatile particulare ale silanului (SiH₄), precursor principal folosit [17-23], si a acetilenei (C₂H₂) [24], [25].
- b. Scalarea industriala a instalatiilor de piroliza: dimensiuni, debite, etc., transfer tehnologic [26]. Exista anumite criterii care trebuie respectate si indeplinite: i) mentinerea coerenței si/sau repetabilitatii a procesului si a produsului, ii) o scara mai mare pentru a produce cantitati comerciale, si iii) dezvoltarea de metode standardizate de testare, formate de raportare si materiale specificatii [27], [28].

a - 2015 - - 00681 -
21-09-2015

- c. Evolutia in timp datorita efectului de dimensionalitate, a dus la cresterea neomogenitii a zonei de reactie de sinteza, in ceea ce priveste variatia a principalilor parametri ai procesului, consideram mai ales temperatura.
- d. "Arderea" specifica pentru SiH_4 , in sine un proces de descompunere exoterma, este o ardere fara oxigen, dar cu toate caracteristicile unei combustii oxidante, cum ar fi eliberarea de caldura insotite de un efect de lumina "flacara", care are un front de propagare [29-32], spatiala bine definit fata de suprafata si cinetic de viteza de propagare. Zona de reactie este dificil de distins si mai ales in timpul de rezidenta, deoarece se ia in considerare un debit cvasi-stationar este caracterizat de cresterea neomogenitatii spatiale.
- e. Temperatura de sinteza este decisiv [33], precum si importanta controlului cu o precizie ridicata a acestui parametru poate a asigura omogenitatea de pulbere obtinuta sub aspect dimensional si structural [34], [35]. Si-are punct de topire $1414\text{ }^\circ\text{C}$ si punctul de fierbere $3265\text{ }^\circ\text{C}$, cu o caldura de vaporizare de $50.21\text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$. Sub $1414\text{ }^\circ\text{C}$ rezultatul descompunerii SiH_4 este in stare solida [36], [37] si peste aceasta temperatura este in faza de vapori (lichid) si solid [38-40], pana la punctul de fierbere si peste care, este in stare gazoasa. Este o stare oarecum instabila dpdv. fizic si variatiile de temperatura produc neomogenitati mari sau mici si afecteaza reproductibilitatea [41]. Un alt actor important al sintezei este carbonul (C). C are, de asemenea o caracteristica fizica pe care trebuie sa avem in vedere: temperatura de sublimare de $3642\text{ }^\circ\text{C}$, peste care exista si in faza de vapori, de asemenea. Avem deci trei valori caracteristice ale temperaturii pentru sinteza SiC : pana la $1414\text{ }^\circ\text{C}$ unde Si si C sunt in stare solida, pana la $3265\text{ }^\circ\text{C}$ avem Si in faza de vapori/solid si C in faza solida, pana la $3642\text{ }^\circ\text{C}$ Si este gazos si C solid si peste $3642\text{ }^\circ\text{C}$ au Si gaz si C vapori/solid.
- f. Geometria camerei de reactie, care este important pentru dinamica de curgere a gazelor si formarea fluxului de gaz inainte, in timpul si dupa intalnirea cu fasciculul laser [42-44]. Interesant este efectul asupra dezvoltarii flacarii si, prin urmare, pentru cerintele de omogenitate spatiala de sinteza [45].
- g. Geometria injectorului, marimea dimensionala si pozitia relativa fata de fasciculul laser, etc. Dimensiunea injectorului a crescut de la $\varnothing 1-1,5\text{ mm}$ / $0.8-1.8\text{ mm}^2$ [2], in perioada de inceput a atins acum de exemplu 78 mm^2 , o crestere de 52-78 ori. Forma lor si pozitia fata de fasciculul laser a fost, de asemenea, modificat.

a - 2015 - - 00681 -
21-09-2015

64

- h. Sinteza dpdv. chimic a fost analizata in mai multe centre de cercetare in mai multe lucrari [46], [47]. Se poate face completari, dupa aceasta analiza, contributi la diverse aspecte ale sintezei chimice: functie de combinatii, cum ar fi solid-solid, solid-vapori, solid - gaz, vapori-gaz.
- i. Proprietatile fasciculului laser, sistemul de transport si prelucrare optica, si, in final interactiunea fasciculului cu SiH₄ si efectele rezultate[48], [49]. Dimensionalitatea a pus amprenta asupra acestui domeniu important, de asemenea,
- j. Sisteme de recuperare a produsului [14], [16], recuperarea trei trepte cu filtru de recuperare electrostatic, de mare capacitate.
- k. Cel mai importantinsa este modul de abordare a interactiunii in faza de precursor. Metoda termica de preprocesare intre produse-fascicul-precursor-sinteza, procesul de descompunere-ardere, flacara si modul sau de propagare, etc .
- l. Nu s-au gasit referiri la transferul de caldura intre fasciculul si particulele solide rezultate din SiH₄ si C₂H₂ descompunere.
- m. Un model a fenomenelor care au loc in diferite moduri de incalzire. Particulele solide si temperatura vaporilor poate depasi punctual, pe microscara, temperatura de 3642 °C, in cazul in care densitatea de putere are un nivel destul de mare [50-54].

Caracterizarea stadiului tehnicii:

- i) Au fost studiate surse incepand din anii '80 si ultimele aparitii in domeniu: au fost studiate unele aspecte, cum ar fi forma colectorului si efectul dimensiunal asupra stabilitatii flacarii si curgerea gazelor in camera.
- ii) Sinteza, exista contradictii in abordarea intre inceputuri si azi. Dintr-o abordare aproape omogena a zonei de sinteza s-a ajuns la a evidentia neomogenitatea in acest domeniu, in principal din cauza scalarii dimensionale. Raportul zona activa a injectorului a crescut de aproape 52 la 78 de ori, asa cum a aratat mai sus [3], zona activa a volumului de reactie a crescut in aceeasi masura (amplificat), dar este, de asemenea determinata de caracteristicile fasciculului laser: a mod de prelucrare optic a fasciculului, de tipul si de dinamica de ardere si a anumitor parametri a gazelor (viteza, presiune, etc.), conditiile termodinamice (temperatura, transfer de caldura, etc).
- iii) Abordarea modului de ardere a silanului si caracteristicile lui. Silanul este un gaz care a castigat larga utilizare in anii '80 in industria electronica si a inceput sa fie studiat extensiv. Piroliza cu laser a silanului si asubstantei silan a avut, in ceea ce priveste evolutia lor, un mod paralel.

a - 2015 - - 00681 -

21-09-2015

iv) Proprietatile gazului silan este oarecum special si diferit de cele mai multe gazele utilizate in piroliza laser si trebuie sa se ia in considerare si a face uz de ele. Dintre toate gazele piroforice silanul este cel mai imprezibil, reactioneaza intr-un mod imprezibil: aprindere intarziata-explozie, nicio aprindere, aprindere imediata [18]. Descompunerea SiH₄ si C₂H₂ a fost studiat: descompunerea incepe la 380 °C si la 500 °C este foarte rapid, datorita emisiilor de caldura, se aseamana cu o reactie in lant [20].

v) - Poate automentine in sine sau poate fi un proces de ardere amplificata.

VI - Domeniul de piroliza laser a SiH₄ este oarecum ingust, dar pe de alta parte, are un caracter puternic interdisciplinar.

PREZENTAREA PROBLEMEI TEHNICE PE CARE INVENTIA O REZOLVA

Prezenta inventie rezolva problemele tehnice privind sinteza de nano SiC prin piroliza laser in umatoarele conditii:

- sinteza de nano SiC prin piroliza laser cu aprindere liniara, este o metoda nestudiata/nementionata in literatura de specialitate sau in brevete, nementionata in cercetari in domeniu, originala, creativa si inventiva, care rezolva productia industrială de NP/NS de SiC,
- reduce puterea fasciculului laser necesar pentru sinteza de la ordinul kW la oordinul W, de ex. in unele aplicatii
- prezinta o metoda imagistica de control a sintezei/procesului in timp cuasi-real,
- productivitate industrială/cantitativa prin piroliza cu laser de nano SiC,
- descompunerea completa a silanului in procesul de ardere,
- prima metoda industrială cu mecanisme de control elaborate al procesului de sinteza,
- randament de sinteza ridicat,
- utilizarea unui laser de puteri reduse, care asigura conditii eficiente investitionale,
- conditii economico financiare favorabile.

EXPUNEREA INVENTIEI

Inventia de sinteza de nano SiC prin piroliza laser cu aprindere liniara se refera la o o sinteza cu piroliza laser cu procesul de ardere numit: "arderea silanului cu aprindere liniara", care poate fi descris ca o initiere punctuala/liniara a flacarii de sinteza a silanului materializat in lungul axei optice a fasciculului laser focalizat, care se petrece intr-o camera de reactie schitata similar cu cea din in Fig. 1. Fasciculul laser nu acopera toate sectiunea fluxului de gaze reactive, este focalizat la un

a-2015--00681-
21-09-2015

62

diametru de \emptyset min. 20 μm si \emptyset max. < decat dimensiunea sectiunii transversala a injectorului precursorilor intr-un plan perpendicular pe axa longitudinala a fasciculului. Sectiunea injectorului poate sa aiba o geometrie diferita de cea circulara. Frontul flacarii generate este cilindrica in sensul axei longitudinale a fasciculului si propagarea acestuia este radiala. Arderea se desfasoara intr-un volum cilindric care se afla in expansiunea radiala, ca frontul flacarii in jurul liniei de aprindere. Propagarea flacarii in sensul perpendicular vitezii de curgere a fluxului este limitata de debitul de gaz de confinare. Fluxul de gaz precursor impinge mai mult sau mai putin, in functie de viteza de curgere a precursorului, frontul de flacara in directia de curgere a gazelor, in functie si de viteza sa de propagare. Propagarea flacarii se produce in directia de curgere a gazelor, spre colector, pana la racirea lor impreuna cu NP/NS de SiC rezultate. In Fig. 2 este reprezentat schematic acest proces/fenomen al aprinderii si arderii cuasi-statice. Fig. 2a este o sectiune in planul determinat de axa fasciculului si axa injectorului, unde sunt vizualizate pozitia relativa in acest plan a fluxului de gaz si a fasciculului laser – d, unde LBOA reprezinta axa optica a fasciculului laser. Descompunerea in faza de aprindere are loc in volumul determinat de intersectia geometrica a cilindrilor cu dimensiunile precursorilor D/d. Sunt figurate si particulele NP/NS solide in drumul lor pe directia injector – INJ / colector – C. Este reprezentata variatia campului termic, care scade in intensitate spre colector din cauza cantitatii gazelor precursoare nedescompuse si datorita racirii sub influenta gazului de confinare si a celor din mediu. Propagarea frontului de flacara – RFFP este idealizat reprezentat in cele doua figuri [a] si [b]. In Fig. 3 [a] si [b] este un exemplu de ilustrare a fenomenului expus mai sus cu prelucrarea / interpretarea imagistica. Este prezentata acest proces de sinteza in doua etape: prima imagine Fig. 3 a prezinta imaginea originala a flacarii facut cu un filtru de culoare inchisa, iar al doilea Fig. 3b dupa prelucrare a acestei imagini, prezinta diagrama termica / de caldura a flacarii, care contine informatii utile despre parametri de sinteza: temperatura flacarii este cel mai important dintre acestea, geometria flacarii, turbulenta in camera de reactie, timpul de rezidenta (cea mai mare temperatura, lungimea câmpului termic), luminozitatea flacarii, diagrama vitezei precursorilor in sectiunea transversala a fluxurilor, etc. Notate pe Fig. 3 este aratat sectiunea transversala care reprezinta forma diagramei de viteza a gazelor reactive 'a', precursorii curg impotriva directiei de propagare radiale a flacarii. In Fig. 4 este evidentiat modul de desfasurare a fenomenului si prin comparatie se arata ca nivelul

a-2015--00681-
21-09-2015

6)

puterii fasciculului laser nu are o influenta asupra procesului de sinteza si asupra temperaturii de sinteza care se desfasoara la o temperatura determinata de procesul de descompunere exoterma a precursorilor. Timpul de rezidenta t_r si timpul de racire t_c depind de alti parametri a sintezei cum ar fi viteza de curgere, debitele precursorilor, geometria injectorului si a colectorului, etc. cum sunt prezentate si corelate / comparate intr-un mod sintetic legatura dintre parametri de proces si fenomenul de sinteza, vezi Fig. 5, 6. Legatura dintre parametri de sinteza si structura NP/NS de SiC obtinute se face prin caracterizarea pulberilor prin SEM, EDAX, TEM, etc., vezi Fig. 7, 8 pentru exemplificare. Productivitatea procesului de sinteza este de aproape 100%. Acest proces de ardere exista, din cauza caracterului puternic exoterm de descompunere a silanului/C₂H₂.

Privind reproductibilitatea sintezei se poate concluziona urmatoarele:

- exista un grad de neomogenitate in cazul geometriei circulare a fluxului de precursori, care pot fi eliminate prin masuri constructive la elaborarea injectorului,
- intensitatea descompunerii scade cu cresterea razei a frontului de flacara.
- pentru reducerea dispersiei dimensionale si a neomogenitatii structurale diametrul fasciculului focalizat trebuie sa fie cat mai redusa.

PREZENTAREA AVANTAJELOR INVENTIEI IN RAPORT CU STADIUL TEHNICII

Prezenta inventie in raport cu stadiul tehnicii rezolva problemele tehnice privind sinteza de nano SiC prin piroliza laser si inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- i. sinteza de nano SiC prin piroliza laser cu aprindere liniara,
- ii. sinteza de NP/NS de SiC cu caracteristici dimensionale si structurale predictibile, avand in vedere marele numar de structuri, aproape 300, pentru SiC,
- iii. productivitate industriala/cantitativa prin piroliza cu laser de nano SiC,
- iv. descompunerea completa a silanului in procesul de ardere,
- v. randament de sinteza ridicat,
- vi. utilizarea unui laser de puteri reduse, care asigura conditii eficiente investitionale,
- vii. conditii economico financiare favorabile,
- viii. metoda asigura conditiile ca interactiunea fascicul - material a precursorilor si influenta lor termica asupra procesului chimic sa fie bine definit, cu continut minim de impuritati sub forma de Si si/sau C liber,

a-2015--00681-
21-09-2015

- ix. ofera o metoda de sinteza prin piroliza cu laser de NP/NS, cu proprietati imbunatatite in cantitati industriale/comerciale, convenabile economic,
- x. asigura un inalt grad de coerenta si/sau repetabilitate a sintezei/procesului si produsului prin procesele elaborate,
- xi. asigura un potential de scalare industriala pentru sinteza de cantitati comerciale, in conditii de eficienta economica/financiara,
- xii. permite elaborarea si dezvoltarea de metode si formate de testare/standardizare pentru materialele nano realizate, prin caracterizarile propuse pentru NP/NS realizate,
- xiii. permite elaborarea unei formule de optimizare intre debite, sectiunile injectorului si interactiunea fasciculului laser cu materia,
- xiv. metoda asigura continuitatea procesului prin elaborare unui sistem de alimentare non - stop atat cu precursori cat si recuperarea continua a produsului sintezei
- xv. metoda asigura un control a dimensionalitatii in limite foarte largi de ordinul nm si pana la peste 200 nm acoperand domeniile utile,
- xvi. controlul dimensionalitatii, este asigurata, prin parametri cum ar fi presiunea, timpul de rezidenta, temperatura, racirea produselor, caracteristicile temporale, spatiale si energetice al fasciculului,
- xvii. dezvolta produse in domeniul nanomaterialelor care raspund cerintelor noilor aplicatii, tine cont de interdependenta materiale – aplicatii,

PREZENTAREA FIGURILOR DIN DESENE

Fig. 1 Schita principiala a unei camere de reactie pentru sinteza de NP/NS de SiC. Sunt evidentiata principalele elemente componente: injectorul, colectorul, optica de cuplare, fascicul laser, etc.

Fig. 2 Aprinderea liniara si arderea / descompunerea precursorilor SiH₄/C₂H₂ cu formare de NP/NS de SiC. Este reprezentarea schematica principiala a metodei de aprindere liniara si de ardere / descompunere a precursorilor SiH₄/C₂H₂ si cu sinteza de NP/NS de SiC. Cele doua sectiuni prezinta informatii privind metoda si mecanismele de aprindere / ardere fara oxigen a precursorilor, care sunt gaze piroforice, periculoase/ imprevedibile.

Fig. 3 Metoda de control imagistic privind principalele elemente care iau parte la sinteza. Fig.3a este o imagine reala a flacarii neprocesata prelevat in anumite conditii particularizate in asa fel incat sa poate fi procesat in continuare imagistic

a - 2015 - - 00681 -
21 -09- 2015

59

pentru obtinerea informatiilor utile pentru procesul de sinteza. Fig.3b este o imagine procesata si scalata pentru obtinerea de informatii calitative si cantitative privind sinteza in derulare. Informatiile obtinute sunt de doua categorii: - de utilizare in timp cuasi-real pentru corectarea parametrului a sintezei, - de utilizare de perspectiva prin creare a unei baze de date industrial/stiintifice cu utilizare si in domeniul de cercetare fundamentala si aplicativa orientata si pentru a putea obtine date prin metode / cai statistice.

Fig. 4 Diagrama grafica comparativa privind doua moduri de sinteza cu aprindere liniara. Reprezinta faptul, demonstrat experimental, ca aceasta metoda de sinteza de NP/NS de SiC nu depinde de nivelul puterii fasciculului laser precum si faptul ca temperatura sintezei se afla in domeniul temperaturii de descompunere a gazelor precursora, cu toate acestea exista masuri parametrice care pot controla sinteza.

Fig. 5 Diagrama grafica comparativa privind diferite sinteze de SiC. Diagrama care corelat cu Fig. 6 ofera o baza de comparatie si de concluzii cu influenta parametrilor sintezelor.

Fig. 6 Grafic sintetic de analiza parametrice. Acest grafic face o interfata intre parametri cum ar fi puterea fasciculului laser, densitatea de putere /modul de prelucrare si transport a fasciculului, viteza precursorilor, geometria si constructia injectorului, si dimensionalitatea pulberii obtinute. Coroborat cu Fig. 5 pot fi realizate sinteze, cu aceasta metoda, de realizare de NP/NS predictibile.

Fig. 7 Imagine SEM de NP/NS de SiC.

Fig. 8 Imagine TEM de SiC. Aceste caracterizari, introduse in baza de date, urmaresc realizarea de legaturi intre structura NP/NS si parametri de sinteza cu care au fost obtinuti

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

Se poate executa un proiect tehnic care sa tina cont de datele privind caracteristicile cantitative si calitate a NP/NS de SiC, propuse de a fi obtinute, prin metoda sinteza de nano SiC cu piroliza laser cu aprindere liniara.

In Fig. 1 sunt prezentate detalii constructive care supuse unei scalari corespunzatoare poate fi baza/tema unui proiect de executie pentru camera de reactie. Descrierea si prezentarea figurilor din desene contin date tehnice indispensabile realizarii unei procesari pe baza acestei metode inventive.

Configuratia sistemului de injectare a precursorilor Fig. 3 poate reduce gradul de neomogenitate a SiC, intrucat face legatura intre calitatea si cantitatea de NP/NS de SiC tintite si capacitatea de iradiere a sistemului de generare, de transport si de prelucrare optica a fasciculului laser, necesita valrificarea unor cunostinte in domeniul gazodinamic, termodinamic, inginerie / tehnologie, etc. Pentru realizarea sistemului de alimentare cu precursori este necesar o cooperare / realizare din partea unor firme cu experienta. Sunt prezentate date concrete experimentale privind aprinderea liniara. Pentru curgerea precursorilor si continuitatea alimentarii sectiunile de trecere vor fi adoptate in mod corespunzator modelului urmarit. Optimizarea sistemului va urmari imbunatatirea sistemului initial.

MODUL IN CARE SE POATE APLICA INDUSTRIAL

Avand in vedere stadiul tehnicii, aplicatia industrială este tinta urmarita intrucat aceasta metoda ofera avantaje privind calitatea NP/NS produse. Metoda corespunde conditiilor unei utilizari industriale. Cerintele care sunt satisfacute sunt urmatoarele:

- i. Are un potential de scalare foarte bun si de adaptabilitate la sintezele de NP/NS propuse.
- ii. se cristalizeaza in pana la 300 de forme si di acesta cauza este important ca parametri de sinteza sa fie controlabile.
- iii. Tintite sunt sintezele de SiC cu aplicatii unde se cer nanocompozite, de exemplu in domeniul acoperirilor avansate in domeniul civil si industrial, depunerilor de materiale cu laser, adaosul de SiC la microstructuri electronice.
- iv. Aplicatia industrială este avantajoasa datorita polivalentei in exploatare si a realizarii prin tehnologii clasice, dar cu componente de tehnologii de varf
- v. Aplicarea industrială se face urmarind capitolul 'prezentarea in detaliu a unui mod de realizare cu referire la desene'.
- vi. Cunostintele necesare aplicarii industriale, datorita prezentarii in detaliu a metodei de sinteza sunt cunostinte generale.
- vii. Modul in care se aplica industrial trebuie sa tina cont de reglementarile nationale si in lipsa acestora de reglementarile internationale privind producerea si manipularea materialelor nanoscalate, toxice si periculoase.
- viii. Aplicarea industrială este sub aspect financiar accesibila, deoarece nu se cere utilizarea unei surse de fascicul de mare putere.

a - 2015 - - 00681 -
21-09-2015

REVENDICARILE

Este revendicata metoda de sinteza de NP/NS de SiC prin piroliza cu laser cu CO₂, cu aprindere liniara din SiH₄/C₂H₂, **caracterizata prin aceea ca**, sinteza de nano SiC prin piroliza laser se realizeaza cu aprindere liniara, cu fasciculul focalizat la un diametru de ordinul micronilor dar nu mai mare decat sectiunea minima a injectorului, realizeaza descompunerea completa a silanului in procesul de ardere, are randament / productivitate specifica de sinteza ridicat, utilizeaza un laser cu CO₂ de puteri reduse, frontul flacarii generate este cilindrica in sensul axei longitudinale a fasciculului si propagarea acestuia este radiala; procesul de ardere exista, din cauza caracterului puternic exoterm de descompunere a silanului/C₂H₂; asigura conditii eficiente investitionale; utilizeaza procesarea hartilor termice a flacarii combinat cu monitorizarea pirometrica a flacarii si a parametrilor sintezei; metoda asigura conditiile ca interactiunea fascicul - material a precursorilor si influenta lor termica asupra procesului chimic sa fie bine definit, cu continut minim de impuritati sub forma de Si si/sau C liber; este o metoda de sinteza prin piroliza cu laser de NP/NS, cu proprietati imbunatatite in cantitati industriale/comerciale, convenabile economic; asigura un inalt grad de predictibilitate, coerenta si/sau repetabilitate a sintezei/procesului si produsului prin procesele elaborate; asigura un potential de scalare industriala pentru sinteza de cantitati comerciale, in conditii de eficienta economica/financiara; permite elaborarea si dezvoltarea de metode si formate de testare/standardizare pentru materialele nano realizate, prin caracterizarile propuse pentru NP/NS realizate; permite elaborarea unei formule de optimizare intre debite, sectiunile injectorului si interactiunea fasciculului laser cu materia; metoda asigura continuitatea procesului prin elaborare unui sistem de alimentare non - stop atat cu precursori cat si recuperarea continua a produsului sintezei; metoda asigura un control a dimensionalitatii in limite foarte largi de ordinul nm si pana la peste 200 nm acoperand domeniile utile; controlul dimensionalitatii, este asigurata, prin parametri cum ar fi presiunea, timpul de rezidenta, temperatura, racirea produselor, caracteristicile temporale, spatiale si energetice al fasciculului; dezvolta produse in domeniul nanomaterialelor care raspund cerintelor noilor aplicatii, tine cont de interdependenta materiale – aplicatii.

Sp

a-2015--00681-
21-09-2015

DESENELE XPLICATIVE

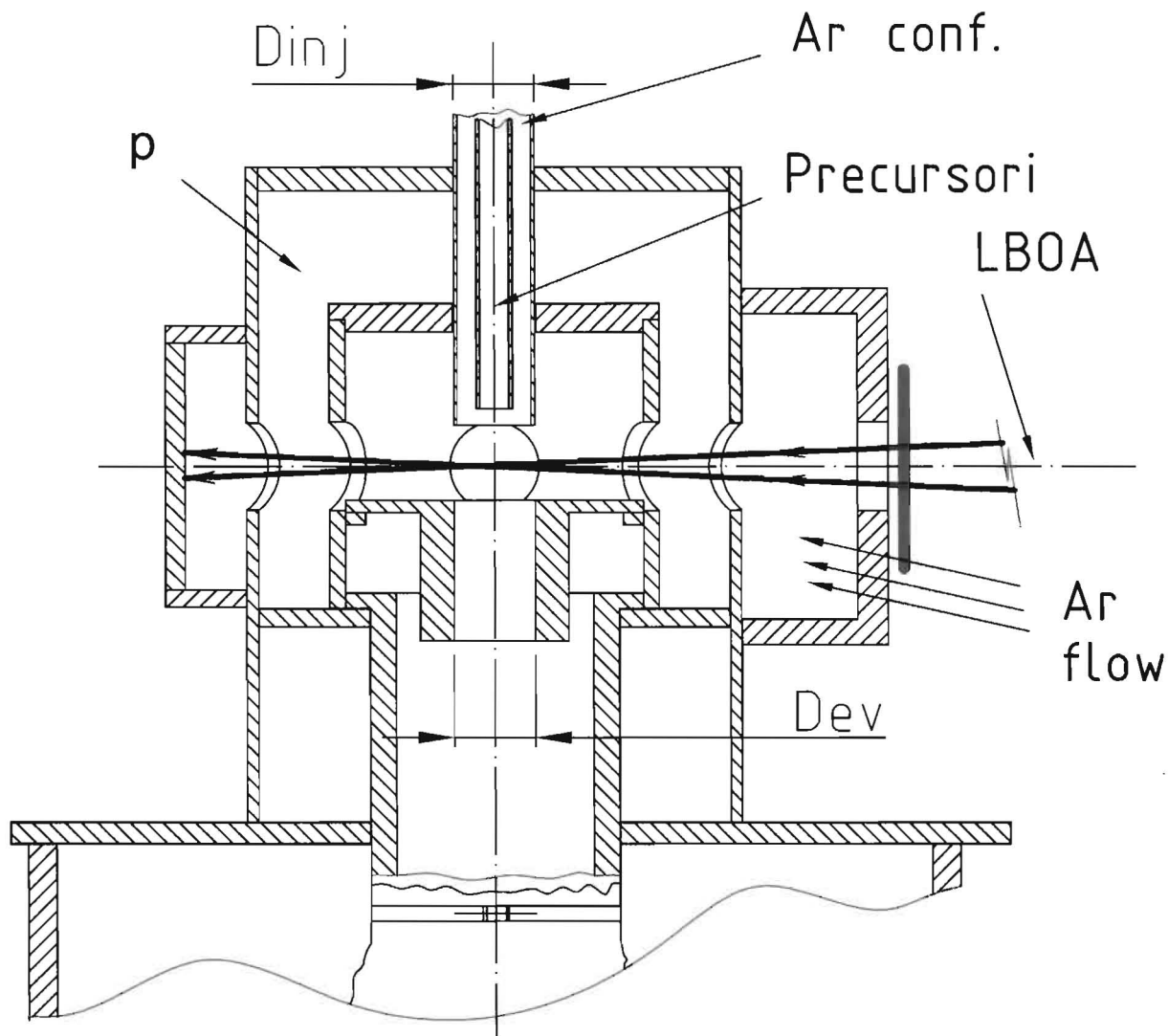


FIG. 1 Schita principiala a unei camere de reactie pentru sinteza de NP/NS de SiC

a - 2015 - - 00681 -
21 -09- 2015

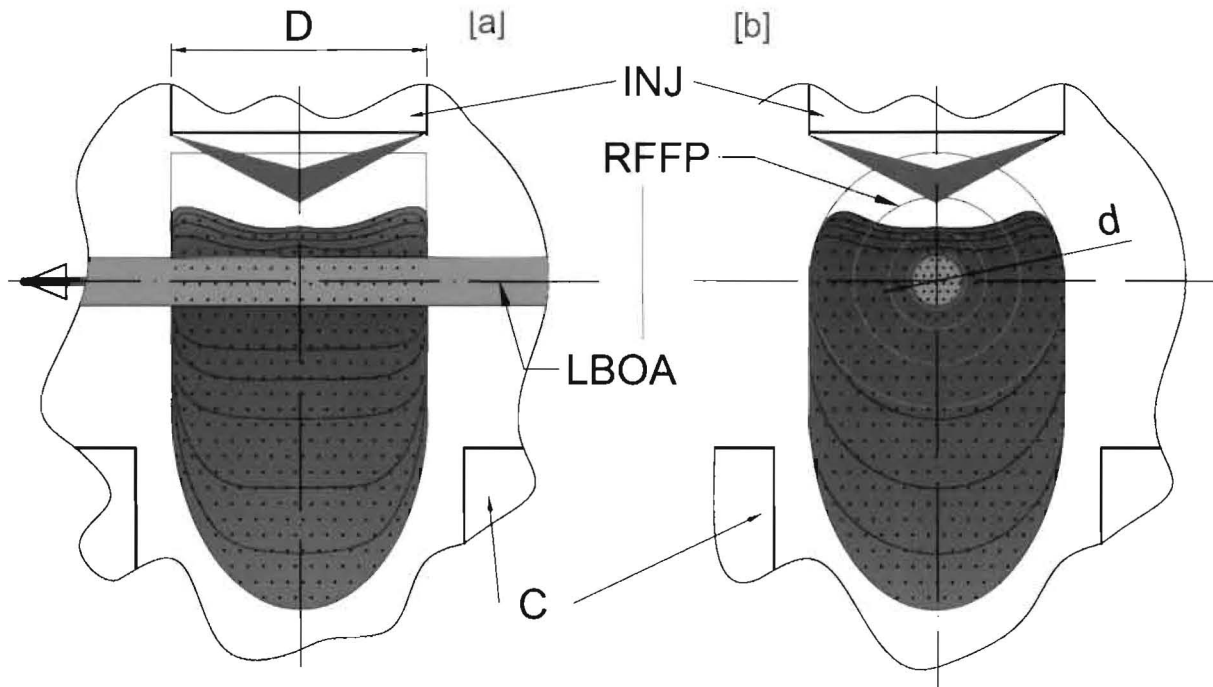


FIG. 2 Aprinderea liniara si arderea / descompunerea precursorilor $\text{SiH}_4/\text{C}_2\text{H}_2$ cu formare de NP/NS de SiC

a-2015--00681-
21-09-2015

54

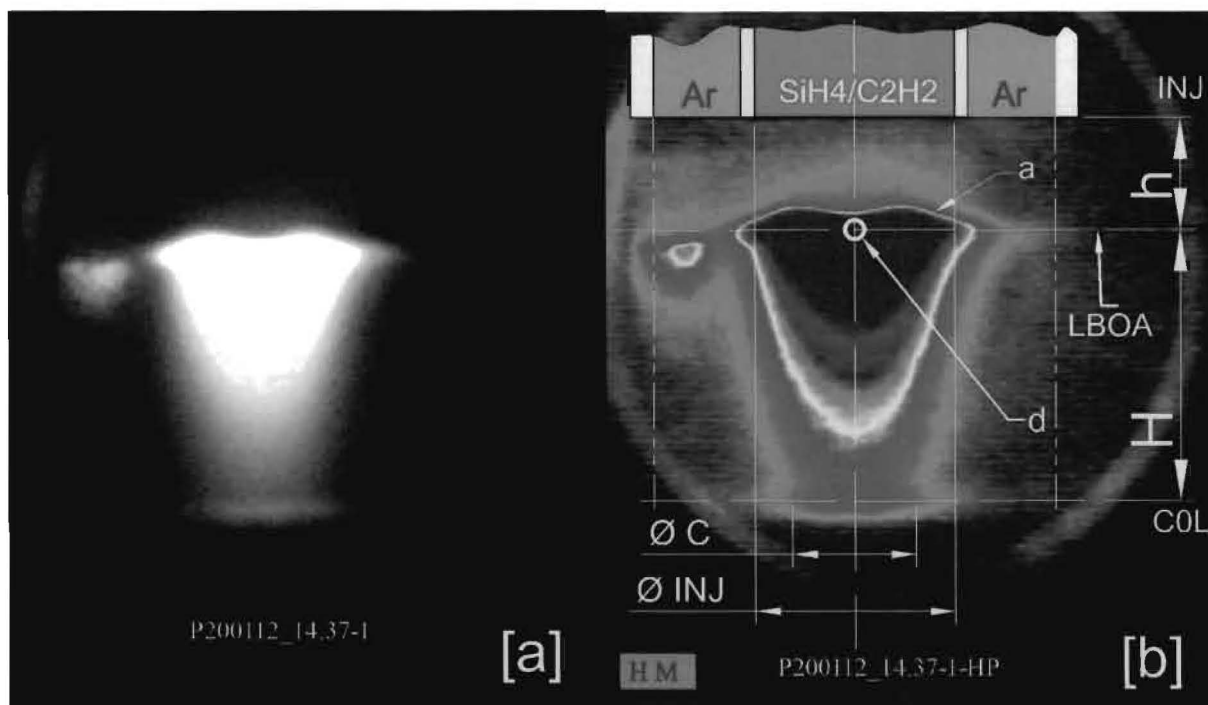


FIG. 3 Metoda de control imagistic privind principalele elemente care iau parte la sinteza

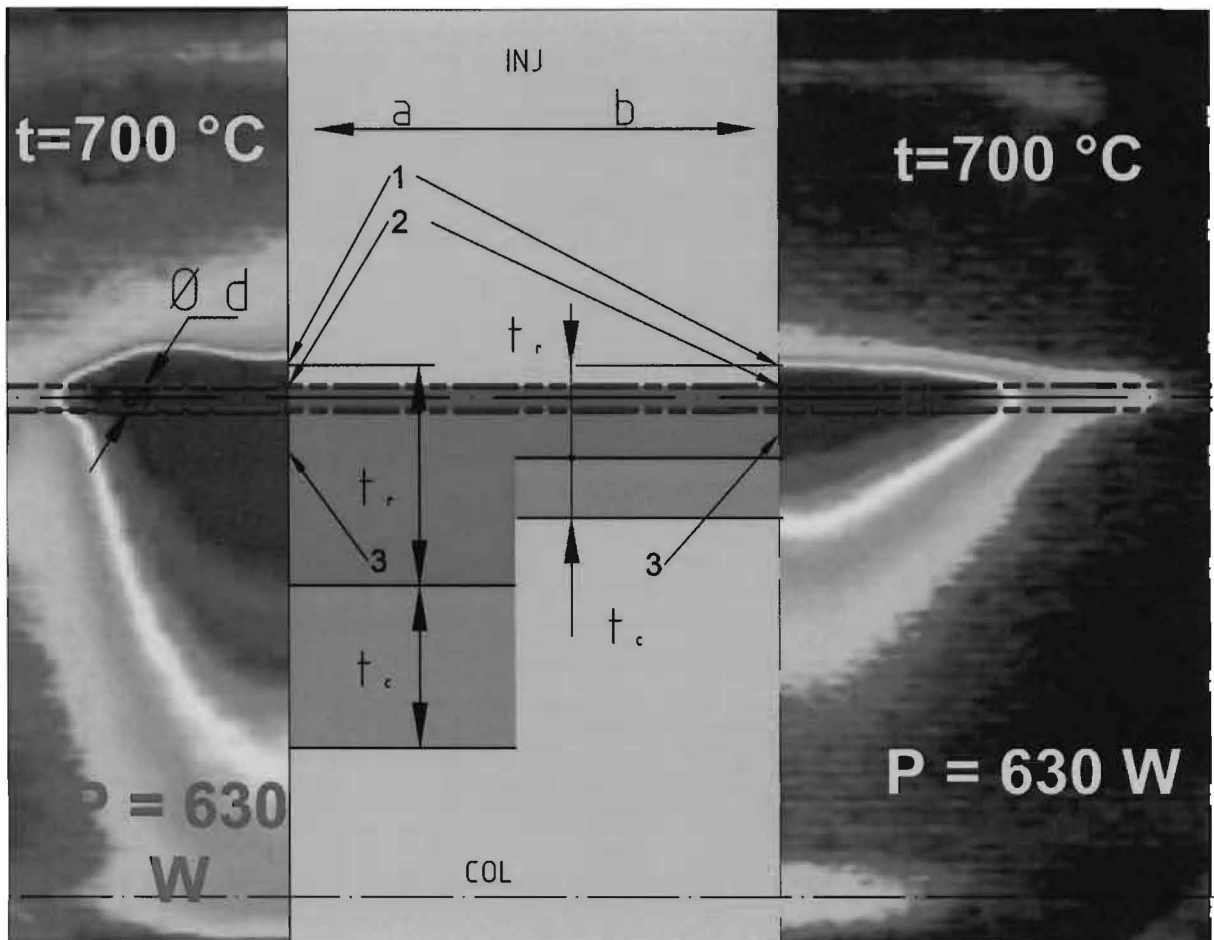


FIG. 4 Diagrama grafica comparativa privind doua moduri de sinteza cu aprindere liniara

a = 2015 - - 00681 -

21-09-2015



FIG. 5 Digrama grafica comparativa privind diferite sinteze de SiC.

a-2015--00681-

51

21-09-2015

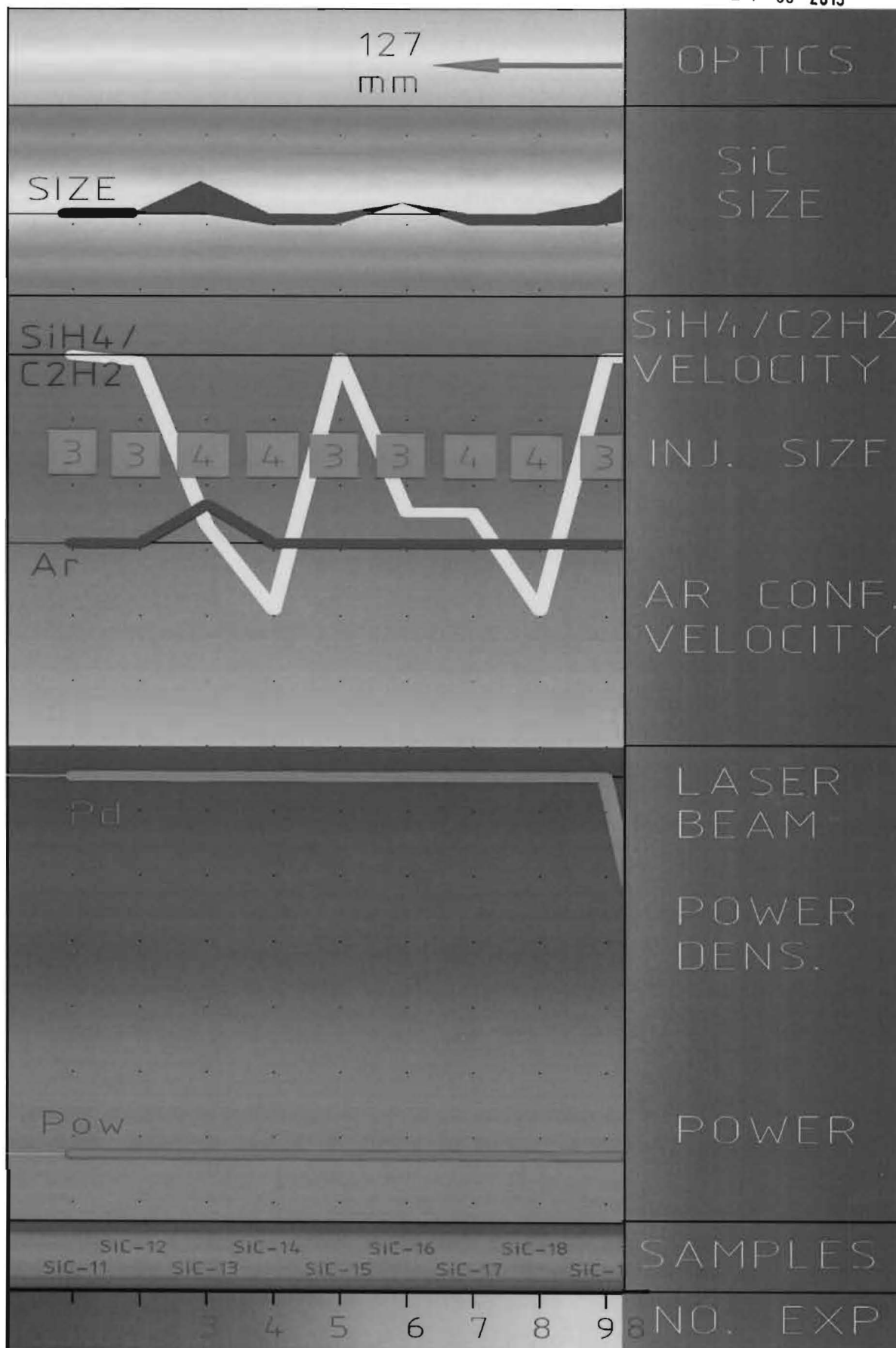


FIG. 6 Grafic sintetic de analiza parametrata

a - 2015 - - 00681 -

50

21-09-2015

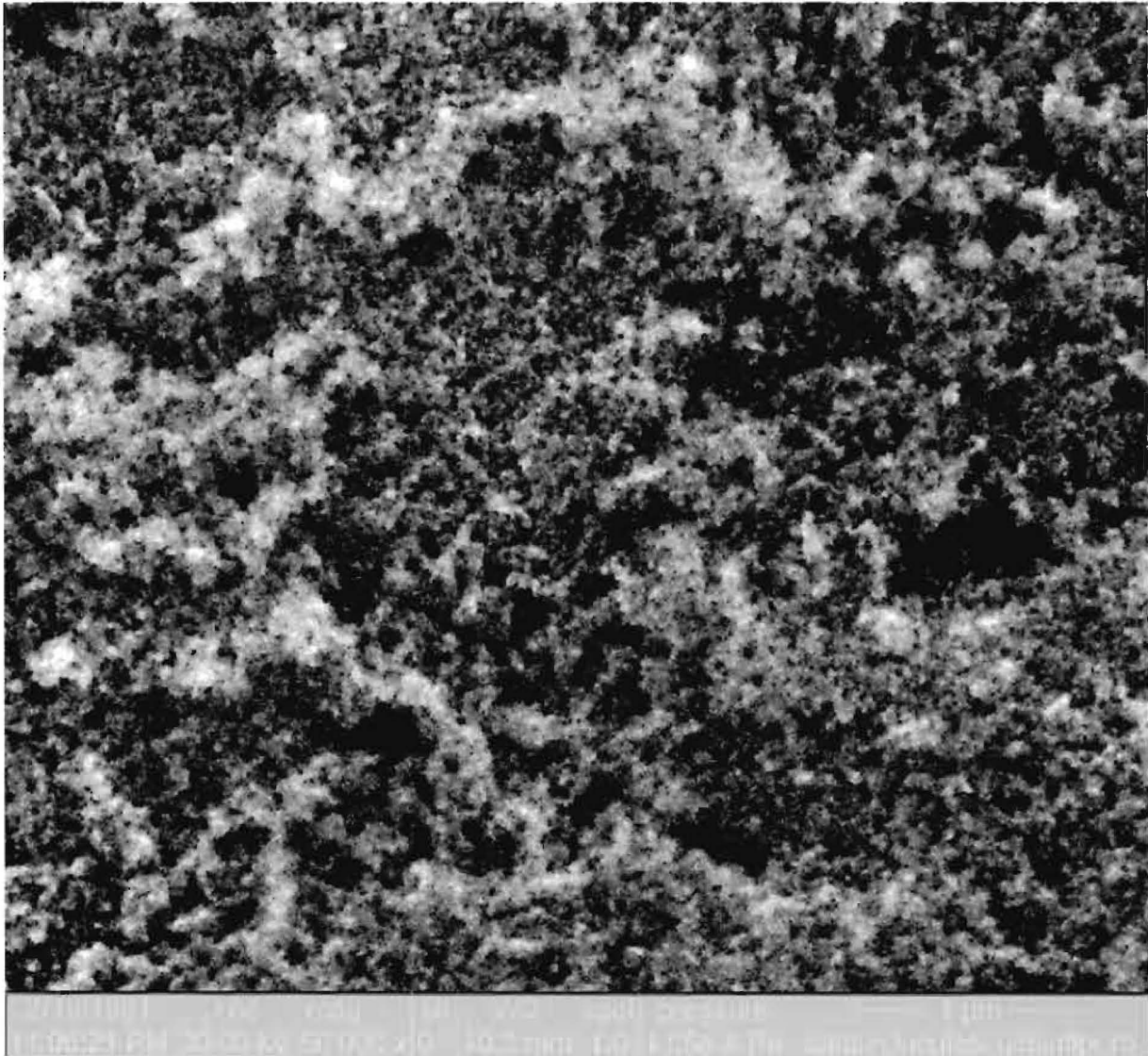


Fig.7 Image SEM de NP/NS de SiC

99

a = 2015 -- 00681 -
21-09-2015

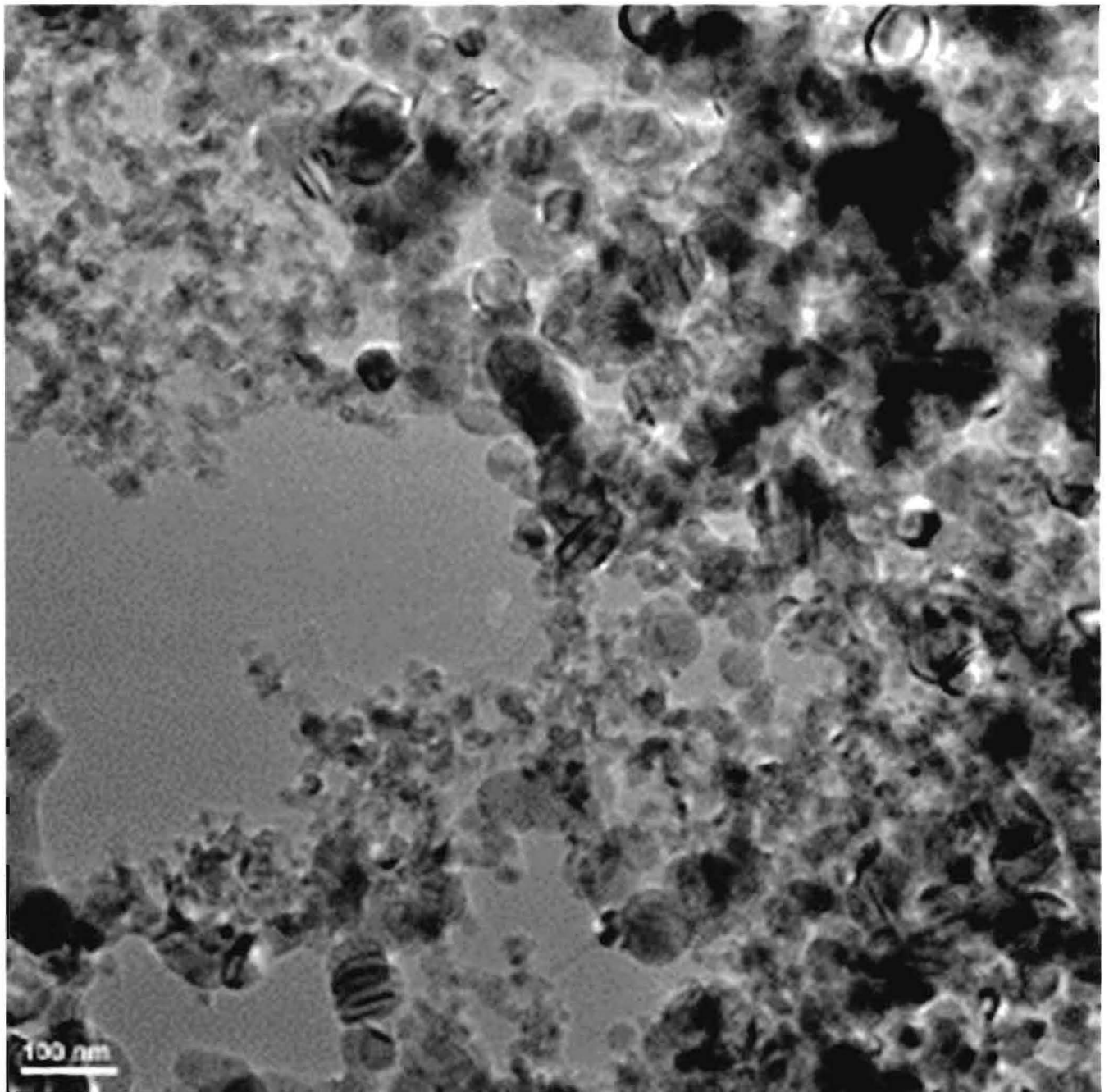


Fig.8 Image TEM de SiC