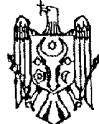




MD 2477 G2 2004.06.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 2477 (13) G2
(51) Int. Cl.⁷: B 02 C 19/00

(12) BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. depozit: a 2003 0083 (22) Data depozit: 2003.03.14	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2004.06.30, BOPI nr. 6/2004
(71) Solicitant: TIGHINEANU Ion, MD (72) Inventatori: TIGHINEANU Ion, MD; URSACHI Veaceslav, MD; SERGENTU Vladimir, MD; FOCA Eugen, MD (73) Titular: TIGHINEANU Ion, MD	

(54) Procedeu de obținere a particulelor solide de dimensiuni egale

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la optoelectronică, în particular la procedee de obținere a particulelor solide de dimensiuni egale.

Procedeu de obținere a particulelor solide de dimensiuni egale include dezintegrarea cristalului în particule aparte. Noutatea invenției constă în faptul că în prealabil pe una din fețele cristalului se depune o mască, care este executată în formă de

2
5 grilă, orificiile căreia sunt amplasate în rânduri cu pași egali, apoi se implantează ioni de energie înaltă în fiecare orificiu al măștii în patru direcții și se decapează electrochimic până la atingerea limitei de percolare a cristalului.

10
Revendicări: 3
Figuri: 1

MD 2477 G2 2004.06.30

MD 2477 G2 2004.06.30

3

Descriere:

Invenția se referă la optoelectronică, în particular la procedee de obținere a particulelor de dimensiuni egale.

5 În prezent particule solide de dimensiuni submicronice se obțin prin procedee termochimice, care prevăd creșterea particulelor din soluții sau prin reacție chimică din fază gazoasă [1-3]. Asemenea procedee includ descompunerea în flacără a soluțiilor atomare de săruri, hidroliza sau piroliza compușilor organometalici, așa ca alcoizii, procesele sol-gel, procesele cu plasmă etc. Neajunsul principal al acestor procedee este schimbarea de fază și reacțiile chimice la care sunt supuse materialele. Multe dintre aceste procedee sunt costisitoare și prezintă pericol ecologic.

10 O alternativă este obținerea particulelor solide prin metode mecanice, fiind cunoscute mai multe tipuri de procedee pentru dezintegrare și fărâmițare, care folosesc role, discuri, tambure rotitoare, mori cu jet etc. Majoritatea dintre aceste procedee pot fi folosite eficient doar pentru obținerea particulelor de dimensiuni supramicronice, deoarece în teoria clasică de fărâmițare există o relație între finețea particulelor și consumul de energie [4]. Pentru dimensiunile particulelor mai mici ca 100 μm consumul de energie tinde repede către infinit la descreșterea dimensiunilor. Există o "limită a fărâmițării", mai jos de care dimensiunile particulelor nu mai descreșc cu creșterea consumului de energie, această creștere rezultând doar în fricțiunea dintre particule, deformarea lor plastică, agregarea și dezagregarea simultană a particulelor agregate. În afară de aceasta, creșterea consumului de energie duce la degradarea suprafețelor morilor și la contaminarea particulelor.

20 Pentru obținerea particulelor de dimensiuni submicrometrice este cunoscut un procedeu [5] care include prepararea prealabilă din materialul supus dezintegrării a unei mase de particule cu dimensiunile de ordinul a 1 μm, introducerea acestei mase, a unor bile ceramice cu diametrul de aproximativ 100 μm și a unui lichid cu viscozitate redusă într-o moară de agitație. Operarea morii de agitație la viteza de 20 m/s în decurs de 2 min rezultă în formarea particulelor cu diametrul mediu de 0,1 μm. Neajunsul principal al acestui procedeu este forma și dimensiunile diferite ale particulelor obținute, cauzate de faptul că impactul particulelor cu bilele și dezintegrarea particulelor este un proces aleator, care se răsfrânge negativ asupra parametrilor articolelor create din aceste particule.

25 Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în realizarea unui procedeu de obținere a particulelor solide, care să permită formarea particulelor solide de formă și de dimensiuni identice sub 100 nm.

30 Procedeu de obținere a particulelor solide de dimensiuni egale include dezintegrarea cristalului în particule aparte. Noutatea invenției constă în faptul că în prealabil pe una din fețele cristalului se depune o mască, care este executată în formă de grilă, orificiile căreia sunt amplasate în rânduri cu pași egali, apoi se implantează ioni de energie înaltă în fiecare orificiu al măștii în patru direcții și se decapază electrochimic până la atingerea limitei de percolare a cristalului.

35 Rezultatul constă în prepararea particulelor solide de dimensiuni egale sub 100 nm, care se formează în rezultatul dezintegrării cristalului în locurile percolațiilor critice sub acțiune mecanică și datorită implantării ionilor de energie înaltă în orificiile măștii și decapării electrochimice.

40 Invenția se explică prin desenul din figură, care reprezintă forma particulelor solide la limita de percolație a cristalului.

Exemplu de realizare a procedurii de obținere a particulelor solide.

45 Pentru început pe materialul supus dezintegrării se depune o mască metalică, care este executată în formă de grilă, orificiile căreia sunt amplasate în rânduri cu pași egali. Apoi în orificiile măștii se implantează ioni, după ce se efectuează decaparea electrochimică a materialului. Cristalul obținut este supus acțiunii mecanice.

În exemplul dat a fost folosit un cristal de n-GaP cu orientarea (100) și concentrația electronilor, la temperatura camerei, egală cu $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$.

50 Mască metalică alcătuită dintr-o peliculă de 10 nm de Cr și o peliculă de Au cu grosimea de 100 nm a fost depusă într-o instalație de evaporare BYII-5 evacuată până la 2×10^{-6} Torr. Pentru formarea topografiei necesare a fost folosită litografia fasciculului de electroni într-un microscop electronic cu baleiaj la tensiunea de 50 kV la dozele între 300 și 500 μC/cm². În calitate de fotorezist a fost folosită o soluție de polimetil metacrilat (PMMA) în clorbenzen de 4%.

Pentru implantarea cu ioni în patru direcții s-au folosit ioni de Kr⁺ cu energia de 5 MeV la doza de $3 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.

55 După implantare cristalul este supus decapării electrochimice într-o soluție de 0,5M H₂SO₄ la densitatea curentului în circuitul electrochimic de 3...6 mA/cm². Decaparea se produce până la limita de percolare a cristalului, rezultând în particule de forma ilustrată în desen. Alegând distanța dintre orificiile măștii se pot varia dimensiunile particulelor în limitele 10 nm...10 μm.

Exemple de aplicare a acțiunii mecanice pentru dezintegrarea cristalului

MD 2477 G2 2004.06.30

4

Exemplul 1

Cristalul de GaP având 1 cm^3 volum este introdus într-o minimoară de agitație de tip orizontal cu volumul de 1 cm^3 împreună cu $0,5\text{ cm}^3$ volum de bile din sticlă de titanat de bariu cu diametrul de $100\text{ }\mu\text{m}$. Moara este operată la viteza de $10\text{...}20\text{ m/s}$ timp de $20\text{...}30\text{ s}$.

5 Exemplul 2

Cristalul este introdus într-o celulă tip nicovală cu diamant (DAC). Folosind ca mediu de transmitere a presiunii o soluție de etanol:metanol (4:1) s-a aplicat o presiune de $0,05\text{...}0,10\text{ GPa}$.

Exemplul 3

10 Cristalul a fost introdus într-un vas de metal, având 1 cm^3 în volum, umplut cu apă și a fost înghețat până la temperatura de -10°C , ulterior el a fost dezghețat și uscat.

În toate trei exemple acțiunea mecanică a rezultat în dezintegrarea cristalului în particule de forma ilustrată în desen. Identitatea formei și dimensiunile particulelor obținute a fost examinată la microscopul electronic cu baleiaj.

15

(57) Revendicări:

1. Procedeu de obținere a particulelor solide de dimensiuni egale, care include dezintegrarea cristalului în particule aparte, **caracterizat prin aceea că** în prealabil pe una din fețele cristalului se depune o mască, care este executată în formă de grilă, orificiile căreia sunt amplasate în rânduri cu pași egali, apoi se implantează ioni de energie înaltă în fiecare orificiu al măștii în patru direcții și se decapează electrochimic până la atingerea limitei de percolare a cristalului.

2. Procedeu, **conform r. 1, caracterizat prin aceea că** cristalul se dezintegrează prin acțiuni mecanice.

25 3. Procedeu, **conform r. 1, caracterizat prin aceea că** cristalul se dezintegrează prin înghețare.

(56) Referințe bibliografice:

1. US 5750086 1998.05.31
2. US 4552838 1985.11.30
3. US 4386156 1983.05.31
4. Kapur P.C., "Fine Grinding", Advances in communication: Fine Grinding, Thomas Meloy Editor, POWDEX, 1995
5. US 5704556 1998.01.31

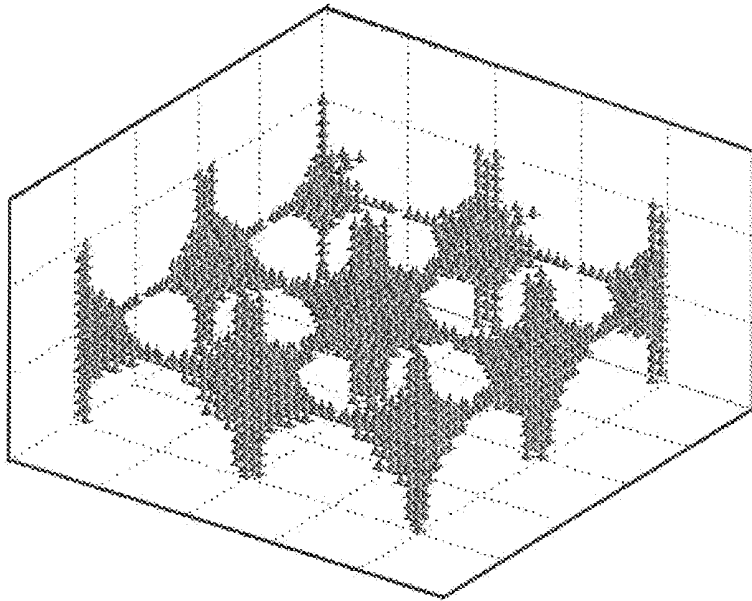
Șef Secție: NEKLIUDOVA Natalia

Examinator: COJOCARU Ala

Redactor: LOZOVANU Maria

MD 2477 G2 2004.06.30

5



RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2003 0083		
(22) Data depozit: 2003.03.14		
(51) ⁷ : B 02 C 19/00		
(54) Titlul : Procedeu de preparare a particulelor solide de dimensiuni egale		
(71) Solicitantul : TIGHINEANU Ion, MD		
Termeni caracteristici :		
a) limba română: particule solide, cristal fonic		
b) limba engleză: solid particules, fonic crystal		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl.- 7)		
Int. Cl. ⁷ B 02 C 19/00		
II. Literatura tehnico-științifică consultată adăugător la minim de documentație (autori, titluri, editura, țara și data publicării)		
P.C. Kapur, "Fine Grinding", Advances in communication: Fine Grinding, Thomas Meloy Editor, POWDEX, 1995		
III. Baze de date electronice consultate (denumirea BD și termen de documentare)		
MD perioada 1993-2002.03; EA 1996-2003.03		
IV. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	US5750086, 1998. 05. 31	1
A	US4552838, 1985.11.30	1
A	US4386156, 1983.05.31	1
A	US5704556, 1998.01.31	1
<input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în rubrica IV		<input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data depozit, dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria pe care se bazează invenția
E - document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat de unul singur
L - document care poate pune în discuție data		Y - document de relevanță deosebită: invenția

priorității invocate sau poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)	revendicată nu poate fu considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă divulgare	& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării	10.04.2003
Examinatorul	Cojocaru Ala