



MD 3511 B2 2008.02.29

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **3511** ⁽¹³⁾ **B2**
(51) Int. Cl.: *C01B 35/04* (2006.01)
H01L 39/12 (2006.01)
C30B 35/00 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2005 0310 (22) Data depozit: 2005.10.28 (41) Data publicării cererii: 2007.08.31, BOPI nr. 8/2007	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2008.02.29, BOPI nr. 2/2008
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI TEHNOLOGII INDUSTRIALE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD	
(72) Inventatori: ZDRAVKOV Vladimir, MD; SIDORENKO Anatolii, MD; KOCH Thomas, DE; SCHIMMEL Thomas, DE	
(73) Titular: INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI TEHNOLOGII INDUSTRIALE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD	

(54) **Procedeu de obținere a diborurii de magneziu**

(57) **Rezumat:**

Invenția se referă la electroenergetică, crio-electronică și poate fi utilizată pentru obținerea compușilor și materialelor supraconductibile.

Procedeu de obținere a diborurii de magneziu constă în amplasarea separată într-un container a magneziului metalic și a unui precursor ce conține bor, vidarea containerului, ermetizarea și încălzirea lui. După vidare containerul se închide cu un ventil. Zona de amplasare a magneziului se încălzește

5 până la temperatura de 650...750°C. Concomitent, temperatura zonei ventilului se coboară până la valori mai mici ca valoarea temperaturii zonei de amplasare a magneziului și se menține timp de 10 min. Apoi temperatura în container se ridică până la 650...950°C și se menține timp de 10...60 min.

10 Revendicări: 1
Figuri: 1

MD 3511 B2 2008.02.29

MD 3511 B2 2008.02.29

3

Descriere:

Invenția se referă la electroenergetică, crio-electronică și poate fi utilizată pentru obținerea compușilor și materialelor supraconductibile.

5 Este cunoscut procedeul de obținere a materialelor poroase în baza materialului supraconductibil al compusului $Y_1Ba_2Cu_3O_7$, în care se utilizează un proces complex de sinteză chimică prin precursorul de $Y_2Ba_1Cu_1O_5$ [1].

10 Este cunoscut și procedeul de obținere a ceramicii supraconductibile în baza bismutului $Pb_{0,3}Bi_{1,8}Sr_{1,9}Ca_2Cu_3O_x$, care include sinterizarea materialului în două faze – în prima fază este sintetizat un produs intermediar cu componența nominală de $Pb_{0,3}Bi_{1,8}Sr_{1,9}Ca_yCu_3O_x$, unde $1,0 \leq y \leq 1,5$, la temperatura de $800...820^\circ C$ pe parcursul a $12...24$ ore, iar în faza a doua, în compoziția obținută se adaugă carbonatul de calciu $CaCO_3$ până la obținerea formulei stoichiometrice de $Pb_{0,3}Bi_{1,8}Sr_{1,9}Ca_2Cu_3O_x$, iar mai apoi compoziția se mărunțește, se presează și în final se recoace la temperatura de $830...850^\circ C$ pe parcursul a $200...300$ ore [2].

15 Dezavantajele procedeelelor enumerate sunt complexitatea tehnologiei de obținere a materialelor, degradarea materialului ca urmare a procesului de hidroliză, la care sunt supuși toți compușii în baza elementelor rare, costul ridicat al reactivelor pentru obținerea supraconductoarelor cu Y.

20 Cea mai apropiată soluție este procedeul de obținere a diborurii de magneziu, care constă în amplasarea unui praf metalic de Mg și a precursorului în formă de peliculă de bor, depusă pe un substrat într-un container de unică folosință din staniol de tantal și sudată în vid în locurile de îmbinare, vidarea și ermetizarea containerului, încălzirea la temperaturi de sinteză de la 650 până la $800^\circ C$, menținerea temperaturii pe o durată de $10...60$ min, apoi containerul de unică folosință se taie și se scoate pelicula de diborură de magneziu pe substrat [3].

25 Dezavantajele celei mai apropiate soluții sunt complexitatea tehnică a manipularilor în timpul sudării în camera cu vid și folosința unică a containerului.

Problema pe care o rezolvă invenția este obținerea de pelicule calitative de diborură de magneziu.

30 Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că se amplasează separat într-un container magneziul metalic și un precursor ce conține bor, se vedează containerul, apoi se ermetizează și se încălzește. După vidare containerul se închide cu un ventil și se încălzește zona de amplasare a magneziului până la temperatura de $650...750^\circ C$. Concomitent temperatura zonei ventilului se coboară până la valori mai mici ca valoarea temperaturii zonei de amplasare a magneziului și se menține timp de 10 min, apoi temperatura în container se ridică până la $650...950^\circ C$ și se menține timp de $10...60$ min.

35 Pelicula amorfă de bor se coace în vaporii celei de-a doua componente (magneziu) din containerul ermetic, care au o presiune mai mare decât presiunea vaporilor de bor.

Procedeul se realizează în modul următor.

40 În interiorul containerului este amplasată pelicula de bor – precursorul, iar cea de-a doua componentă este în formă de granule sau praf de magneziu. Apoi se vedează containerul, care este fabricat dintr-un material, ce nu interacționează cu magneziul la temperatura de sinteză. Containerul având un capăt conic este închis cu un ventil. Zona de amplasare a magneziului se încălzește până la o temperatură mai mare ca temperatura de lichefiere a magneziului. Vaporii de magneziu se condensează în zona ventilului, asigurând etanșeitatea – autoetanșeitatea containerului. După ce procesul de sinteză a luat sfârșit, temperatura containerului se coboară până la temperatura camerei, iar părțile containerului se despart mecanic și se scoate diborura de magneziu. Acțiunea are loc fără distrugerea containerului, deoarece materialul containerului este selectat astfel încât să nu umecteze magneziul și să nu formeze compuși cu el.

Exemplu de realizare a invenției

55 A fost fabricat și testat un dispozitiv pentru obținerea peliculelor de diborură de magneziu. Containerul a fost executat din Nb, el nu umectează magneziul și nu intră în reacție pentru a forma compuși chimici. Zona containerului, unde este amplasată pelicula de bor și praful de magneziu, se încălzește până la temperatura de $650...750^\circ C$ și se menține pe parcursul a 10 min. Ventilul de închidere a containerului este în contact termic cu răcitorul cu apă și servește ca condensator al vaporilor de Mg, care la depunere tasează îmbinarea mecanică a părților conice și permite atingerea în interiorul containerului a presiunii vaporilor de Mg, necesară pentru procesul de sinteză. Temperatura în container este majorată până la temperatura de sinteză ($650...950^\circ C$) și este susținută pe parcursul a $10...60$ min. După ce temperatura necesară pentru sinteză este menținută pe parcursul timpului necesar, ea se coboară până la temperatura camerei, containerul se deschide și este scoasă pelicula de diborură de magneziu.

MD 3511 B2 2008.02.29

4

Ca urmare a utilizării procedurii propus au fost obținute pelicule de diborură de magneziu unifazice de calitate înaltă cu temperaturi critice T_c maxime, care ating valori $T_c=39,4$ K și care sunt egale cu T_c a materialului masiv, și valori maxime ale raportului rezistențelor peliculelor R_{300}/R_{40} la temperatura camerei și la 40 K.

5 În figură este prezentată roentgenograma uneia dintre peliculele obținute, care arată un număr major de puncte maxime ale fazei MgB_2 în peliculă după utilizarea reactorului de recoacere în vaporii de magneziu a peliculelor a, b, și care până la recoacerea în reactor aveau un număr diferit de incluziuni de Mg și faze cu temperaturi joase ale compusului Mg_xB_y .

10 În tab. 1 și 2 sunt prezentate datele de optimizare a procesului de sinteză a diborurii de magneziu conform procedurii propus.

Tabelul 1

Timpul (min)	R_{300}/R_{40}	$T_c(K)$
10	1,1	28
20	1,3	33
30	1,4	34
60	2,6	39,4
90	2	37,6

Recoacerea la $T=800^\circ C$

15

Tabelul 2

Temperatura tratării termice ($^\circ C$)	R_{300}/R_{40}	$T_c(K)$
650	1,5	34
800	2,6	39,4
900	1,9	35,6

Recoacerea pe parcursul a 60 min.

20 După cum se vede din tab. 1 și 2, temperatura optimă de sinteză este de $800^\circ C$ și timpul optimal de sinteză este de 60 min – la acești parametri se atinge temperatura critică maximă, $T_c = 39,4$ K, și valoarea maximă a raportului rezistențelor peliculelor la temperatura camerei și la 40 K este $R_{300}/R_{40}=2,6$.

MD 3511 B2 2008.02.29

5

(57) Revendicare:

- 5 Procedeu de obținere a diborurii de magneziu, care constă în amplasarea separată într-un container a magneziului metalic și a unui precursor ce conține bor, vidarea containerului, ermetizarea și încălzirea lui, **caracterizat prin aceea că** după vidare containerul se închide cu un ventil, se încălzește zona de amplasare a magneziului până la temperatura de 650...750°C, concomitent
- 10 temperatura zonei ventilului se coboară până la valori mai mici ca valoarea temperaturii zonei de amplasare a magneziului și se menține timp de 10 min, apoi temperatura în container se ridică până la 650...950°C și se menține timp de 10...60 min.

15

(56) Referințe bibliografice:

1. Reddy E. S., Schmitz G. J. Superconducting foams, Superconductor Science & Technology, 2002, vol. 15, p. L21-L24
2. RU 2261233 C1 2005.09.27
3. Moon H. and all. High critical densities in superconducting MgB₂ thin films. Applied Physics Letters, 2001, v. 79, p. 2429-2431

Șef Secție:

SĂU Tatiana

Examinator:

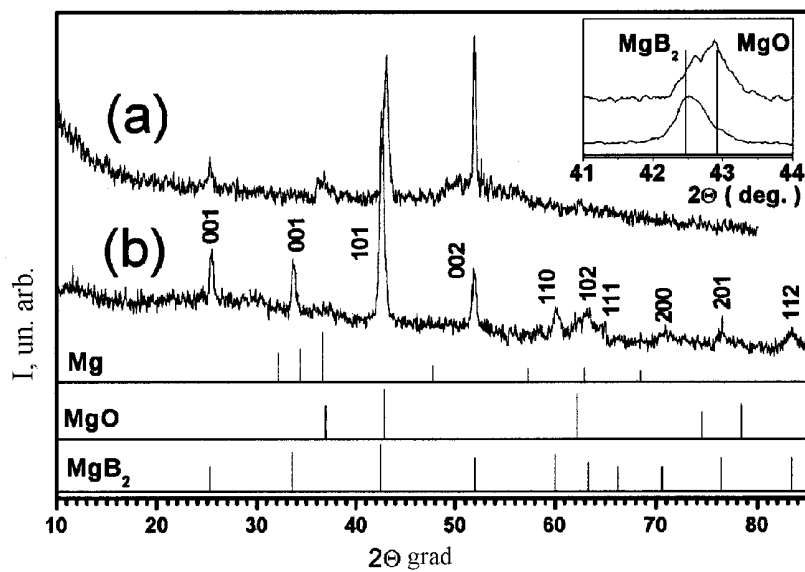
CIORBA Valeriu

Redactor:

CANȚER Svetlana

MD 3511 B2 2008.02.29

6



RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2005 0310	
(22) Data depozit: 2005.10.28	
(51) : Int.Cl: C01B 35/04 (2006.01) <i>H01L 39/12</i> (2006.01) <i>C30B 35/00</i> (2006.01) Alți indici de clasificare: C01B 35/00	
(54) Titlul : Procedeu de obținere a diborurii de magneziu	
(71) Solicitantul : INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI TEHNOLOGII INDUSTRIALE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD	
Termeni caracteristici :	
a) limba română: magneziu, borură de magneziu, diborură de magneziu	
b) limba engleză: magnesium, magnesium boride, magnesium diboride	
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl.- 7)	
Int. Cl. ⁷ H01L 21/00, C01B 35/04	
II. Literatura tehnico-științifică consultată adăugător la minim de documentație (autori, titluri, editura, țara și data publicării)	
III. Baze de date electronice consultate (denumirea BD și termen de documentare)	
MD Perioada: 1993-2004 brevete, cereri BI, cereri MU, certificate MU.	
EA Perioada: 1996-2004 brevete, cereri BI.	
SU Perioada: 1972-1993 (pe suport hartie); brevete, certificate	
ESP@CENET - WORLDWIDE (WO, EP, CH, DE, GB, FR, US, JP...) brevete, cereri BI.	

IV. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	US2003219911 - 2003-11-27	1
A	US2005127353	1
A	US2007190704 - 2007-08-16	1
A	Moon H. and all. High critical densities in superconducting MgB ₂ thin films. Applied Physics Letters. 2001, v. 79, p. 2429-2432	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 priorității invocate sau poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)	Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi 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	12.12.2007
EXAMINATORUL	Valeriu CIORBĂ