



MD 3705 G2 2008.09.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat  
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) 3705 (13) G2

(51) Int. Cl.: B82B 3/00 (2006.01)  
C01F 7/02 (2006.01)  
C23C 22/56 (2006.01)  
C25D 11/06 (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE

<p>(21) Nr. depozit: a 2007 0305 (22) Data depozit: 2007.11.06</p>	<p>(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2008.09.30, BOPI nr. 9/2008</p>
<p>(71) Solicitanți: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: ENACHI Mihail, MD; TIGHINEANU Ion, MD; URSACHI Veaceslav, MD; MONAICO Eduard, MD (73) Titulari: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD (74) Reprezentant: ANISIMOVA Liudmila</p>	

(54) Procedeu de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu

(57) Rezumat:

1  
Invenția se referă la tehnologia de producere a materialelor nanostructurate, în special la procedee de obținere a nanostructurilor prin tratament electrochimic, care pot fi aplicate în micro-, opto- și nano-electronică.

Procedeul de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu include decaparea electrochimică a unei folii de aluminiu într-un electrolit, totodată decaparea electrochimică se efectuează într-o soluție apoasă de sulfat

2  
5 de nichel cu concentrația de 0,5...3,0 g/100 ml la temperatura de 15...40 C și tensiunea curentului de 35...50 V, cu corodarea chimică ulterioară într-o soluție apoasă de acid ortofosforic cu concentrația de 5,0...15,0 g/100 ml la temperatura de 20...50 C.

10  
Revendicări: 1  
Figuri: 2

15

MD 3705 G2 2008.09.30

## MD 3705 G2 2008.09.30

3

### Descriere:

Invenția se referă la tehnologia de producere a materialelor nanostructurate, în special la procedee de obținere a nanostructurilor prin tratament electrochimic, care pot fi folosite în micro-, opto- și nanoelectronică.

5 Se cunoaște procedeul de fabricare a materialelor nanostructurate și nanocompozite, care constă în depunerea diferitor materiale în nanotemplate. Cel mai frecvent sunt folosite template din  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [1]. De obicei se folosesc template din  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , care reprezintă rețele de pori orientați în direcția perpendiculară suprafeței templatului și se obțin prin decaparea electrochimică a unei folii din aluminiu. Folosirea nanotuburilor în calitate de template în loc de structurile poroase deschide  
10 perspective noi de nanofabricare.

Este cunoscut, de asemenea, procedeul de obținere a nanotuburilor din oxid de aluminiu, care constă în decaparea electrochimică a unei folii de aluminiu într-o soluție de acid sulfuric preanodizat cu 15 A-ore [2].

15 Dezavantajul acestor procedee este necesitatea preanodizării electrolitului, care complică și lungeste considerabil durata procesului. Un alt dezavantaj este obținerea structurii cu nanotuburi numai în anumite locuri ale probei, în care are loc creșterea locală a temperaturii din cauza eliminării locale a căldurii Joule. Deci, are loc formarea unei structuri neuniforme.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în simplificarea procedurii de obținere a nanotuburilor din oxid de aluminiu cu eliminarea procesului de preanodizare a electrolitului și  
20 obținerea unei structuri omogene de nanotuburi.

Problema se soluționează prin aceea că procedeul de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu include decaparea electrochimică a unei folii de aluminiu într-un electrolit. Totodată decaparea electrochimică se efectuează într-o soluție apoasă de sulfat de nichel cu concentrația de 0,5...3,0 g/100 ml la temperatura de 15...40 C și tensiunea curentului de 35...50 V, cu corodarea chimică ulterioară într-o soluție apoasă de acid ortofosforic cu concentrația de 5,0...15,0  
25 g/100 ml la temperatura de 20...50 C.

Rezultatul invenției constă în obținerea unei structuri de nanotuburi omogene pe toată proba fără anodizarea prealabilă a electrolitului. Obținerea structurii omogene se explică prin faptul că electrolitul în baza unei sări ( $\text{NiSO}_4$ ) nu este atât de dur ca electrolitul în baza acidului sulfuric preanodizat. Decaparea electrochimică în soluția apoasă de sulfat de nichel nu duce la degajarea locală a unei cantități mari de căldură Joule, care ar provoca formarea unei structuri neomogene. Corodarea chimică ulterioară într-o soluție apoasă de acid ortofosforic se aplică pentru deschiderea  
30 nanotuburilor.

Invenția se explică prin figurile 1 și 2, care reprezintă:

35 - fig. 1, secțiunea unui masiv omogen de nanotuburi de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (văzută la microscopul electronic de scanare),

- fig. 2, compoziția chimică a structurii de nanotuburi determinată din spectrograma de dispersie energetică a razelor X (EDX) măsurată cu instrumentul Oxford Instrument Analytical atașat la microscopul electronic VEGA TS 5130 MM.

40 *Exemplu de realizare a invenției*

O plachetă de aluminiu cu puritatea de 99,999% și grosimea de 0,25 mm de la Sigma Aldrich este degresată în acetona și spălată în apă distilată. Ulterior placheta este supusă corodării electrochimice într-un electrolit cu compoziția de 1g sulfat de nichel hidrat ( $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) în 100 ml apă distilată la temperatura electrolitului de 20°C cu aplicarea unei tensiuni de 40 V timp de o oră. Pe parcursul corodării electrochimice soluția este permanent amestecată. După corodarea electrochimică, proba este corodată chimic la temperatura de 30°C într-o soluție compusă din 100 ml apă distilată și 8 ml acid ortofosforic ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) în decurs de 8 min. Ca rezultat se obține o structură omogenă de tuburi (vezi fig. 1) cu diametrul interior de 20...40 nm, diametrul exterior de 70...90 nm și lungimea de  
45 circa 200  $\mu\text{m}$ . Spectrograma EDX a structurii de nanotuburi (vezi fig. 2) demonstrează compoziția stoichiometrică a tuburilor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .  
50

## MD 3705 G2 2008.09.30

4

### (57) Revendicări:

5       Procedeu de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu, care include decaparea electrochimică a unei folii de aluminiu într-un electrolit, **caracterizat prin aceea că** decaparea electrochimică se efectuează într-o soluție apoasă de sulfat de nichel cu concentrația de 0,5...3,0 g/100 ml la temperatura de 15...40 C și tensiunea curentului de 35...50 V, cu corodarea chimică ulterioară într-o soluție apoasă de acid ortofosforic cu concentrația de 5,0...15,0 g/100 ml la temperatura de 20...50 C.

10

### (56) Referințe bibliografice:

1. He H. and Tao N. J. "Electrochemical fabrication of metal nanowires", In Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, edited by H. S. Nalwa, Volume X, American Scientific Publisher, 2003, p. 1-18
2. Huang G. S., Wu X. L., Kong F., Cheng Y. C., Siu G. G., and Chu P. K., "In situ fabrication of alumina nanotube arrays and photoluminescence", Appl. Phys. Lett. 89, 2006

**Șef Secție:**

GROSU Petru

**Examinator:**

EGOROVA Tamara

**Redactor:**

LOZOVANU Maria

# MD 3705 G2 2008.09.30

5

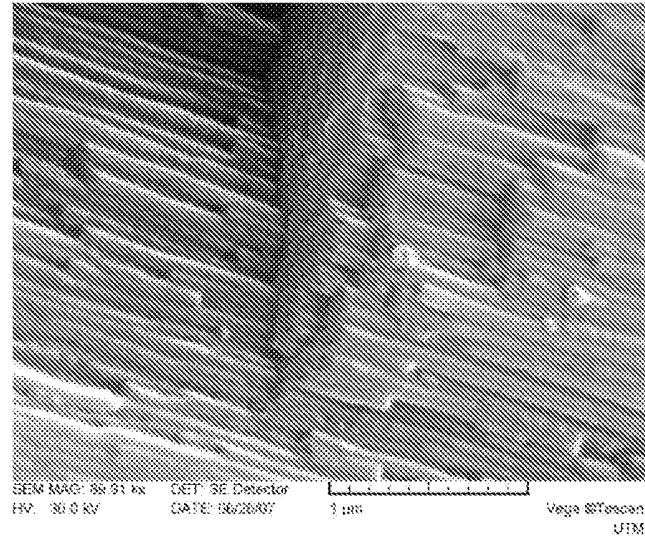


Fig. 1

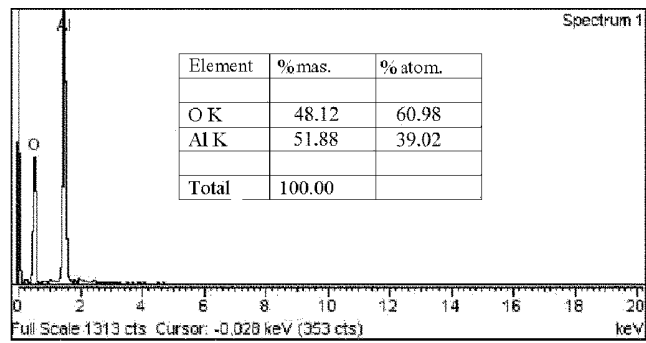


Fig. 2

## RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2007 0305		
(22) Data depozit: 2007.11.06		
(51) : <b>Int.Cl: B82B 3/00</b> (2006.01) <b>C01F 7/02</b> (2006.01) <b>C23C 22/56</b> (2006.01) <b>C25D 11/06</b> (2006.01)		
Alți indici de clasificare:		
<b>Titlul</b> : Procedeu de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu		
(71) Solicitantul : INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD		
Termeni caracteristici : Procedeu de obținere a nanostructurilor tubulare de oxid de aluminiu pe suport de aluminiu		
Способ получения трубчатых наноструктур окиси алюминия на алюминиевой подложке		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl.		
MD 1994-2007, EA 1995-2007, SU 1970-1991, inclusiv și colecția „nepublică”		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	1. Martin Ch.R., "Nanomaterials: A Membrane Based Synthetic Approach", Science, 266, 1994	1
A	2. He H. and Tao N. J. "Electrochemical fabrication of metal nanowires", In Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, edited by H. S. Nalwa, Volume X, American Scientific Publisher, 2003, p. 1-18	1
A	3. Huang G. S., Wu X. L., Kong F., Cheng Y. C., Siu G. G., and Chu P. K., "In situ fabrication of alumina nanotube arrays and photoluminescence", Appl. Phys. Lett. 89, 2006	1
<input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		<input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează
<b>* categoriile speciale ale documentelor consultate:</b>		<b>P</b> - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
<b>A</b> - document care definește stadiul anterior general		<b>T</b> - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria care conține baza invenției
<b>E</b> - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		<b>X</b> - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
<b>L</b> - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres ( se va indica motivul)		<b>Y</b> - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
<b>O</b> - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		<b>&amp;</b> - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2008.07.01
Examinatorul		EGOROVA Tamara