



MD 4031 C1 2010.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **4031** (13) **C1**

(51) Int. Cl.: *C25C 1/12* (2006.01)
C25C 5/02 (2006.01)
B22F 9/02 (2006.01)
B22F 9/24 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. depozit: a 2008 0268
(22) Data depozit: 2008.10.30

(45) Data publicării hotărârii de
acordare a brevetului:
2010.04.30, BOPI nr. 4/2010

(71) Solicitant: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD
(72) Inventatori: GOLOGAN Viorel, MD; BOBANOVA Jana, MD; IVAȘCU Serghei, MD
(73) Titular: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD

(54) **Procedeu galvanic de obținere a pulberii de cupru**

(57) **Rezumat:**

1

Invenția se referă la metalurgia pulberilor, în particular la un procedeu galvanic de obținere a pulberii de cupru.

Procedeu include utilizarea unui electrolit, care conține, kg/m³: CuSO₄·5H₂O 44...55, H₂SO₄ (d=1,84) 400...550, și a unei surse monofazate de curent. Electroliza se efectuează la temperatura electrolitului de 288...298 K, densitatea catodică a curentului de 0,1...1,0 kA/m², utilizând sursa monofazată de curent, care constă dintr-un comutator, o punte redresoare, un pol al căreia este conectat la cleva pozitivă, iar al doilea – la un circuit inductiv-capacitiv, format dintr-un bloc capacitiv și un bloc

2

5 inductiv și conectat prin intermediul unui rezistor variabil la cleva negativă, la intrările punții redresoare este conectat un transformator monofazat, totodată blocul inductiv este executat din câteva bobine separate, amplasate pe un miez magnetic unic cu posibilitatea conectării selective, având inductivitatea de 5...15 H, iar blocul capacitiv este format din condensatoare polare conectate în paralel având capacitatea conturului de 0,015...0,025 F.

Revendicări: 1

Figuri: 1

15

MD 4031 C1 2010.04.30

Descriere:

Invenția se referă la metalurgia pulberilor, în particular la un procedeu galvanic de obținere a pulberii de cupru.

Aceste materiale pot fi utilizate în calitate de:

- 5 - catalizatori pentru reacțiile chimice;
- ingredient în industria lacurilor și vopselelor;
- componente pentru vopselele-pudră;
- componente pentru aliajele de lipit, a pastelor electro- și termoconductibile pentru industria electronică;
- 10 - ingredient de umplură pentru masele plastice și cauciucuri, contribuind prin aceasta la modificări importante atribuite proprietăților matricei polimerice – durabilitate, densitate, electro- sau termoconductibilitate majorată și la reducerea pierderilor mecanice etc.;
- componente modificatoare pentru preparatele lubrifiante de antifricțiune și antiuzare;
- materie primă pentru realizarea și miniaturizarea pieselor din radiotelecomunicație și electronică.
- 15 Printre principalele procedee de sintetizare a pulberilor se enumeră cele metalurgice, chimice, electrolitice etc.

Cel mai răspândit procedeu de obținere a pulberii de cupru este procedeul electrochimic.

- Este cunoscut un procedeu metalurgic de sintetizare a pulberilor de cupru bazat pe principiul de evaporare-condensare, care se distinge prin modalitățile de injectare a materialului evaporant, modalitățile de admisiune a energiei necesare procesului de evaporare și zonei de acțiune și prin organizarea procesului de condensare și a sistemului de colectare a pulberilor [1].
- 20 Pentru obținerea pulberilor de cupru este cunoscut procedeul de electroliză a soluțiilor hidro-organice a sulfatului de cupru în regim potențiosstatic cu utilizarea anozilor insolubili din titan, oxid de ruteniu și solubili din cupru [2].

- 25 Cea mai apropiată soluție este procedeul electrochimic de obținere a pulberilor de cupru cu utilizarea soluției de sulfat de cupru (100 g/l CuSO_4 și 114 g/l H_2SO_4) și a curentului continuu obișnuit [3].

Dezavantajele procedeelelor menționate sunt:

- pulberile industriale conțin granule de dimensiuni mari (pulberea produsă de „Pancreac” (Spania) conține granule de la 0,3 până la 228 μm ; pulberea MP-1 și MP-2 (Rusia) conține granule cu dimensiuni de până la 40 μm);
- 30 - pulberile obținute din soluțiile hidroorganice ale sulfatului de cupru conțin și oxizi de cupru (Cu_2O , CuO), realizarea procesului este complicată.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în obținerea pulberilor de cupru, inclusiv a cristalelor de cupru.

- 35 Procedeul include utilizarea unui electrolit, care conține, kg/m^3 : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 44...55 și H_2SO_4 ($d = 1,84$) 400...550, și a unei surse monofazate de curent. Electroliza se efectuează la temperatura electrolitului de 288...298 K, densitatea catodică a curentului de 0,1...1,0 kA/m^2 , utilizând sursa monofazică de curent, care constă dintr-un comutator, o punte redresoare, un pol al căreia este conectat la clemă pozitivă, iar al doilea la un circuit inductiv-capacitiv, format dintr-un bloc capacitiv și un bloc inductiv și conectat prin intermediul unui rezistor variabil la clemă negativă, la intrările punții redresoare este conectat un transformator monofazat, totodată blocul inductiv este executat din câteva bobine separate, amplasate pe un miez magnetic unic cu posibilitatea conectării selective, având inductivitatea de 5...15 H, iar blocul capacitiv este format din condensatoare polare conectate în paralel având capacitatea conturului de 0,015...0,025 F.
- 40 Rezultatul tehnic al invenției, care constă în determinarea condițiilor de electroliză la care s-a obținut pulbere de cupru, este înregistrat prin:

- elaborarea compoziției electrolitului;
- alimentarea băii galvanice de la o sursă de curent specială;
- determinarea parametrilor de proces.

- 50 În vederea atingerii obiectelor indicate, procedeul propune modalitatea depozitării pulberii de cupru dintr-un electrolit, special elaborat în acest scop, pe baza sulfatului de cupru. Pentru alimentarea băii galvanice s-a utilizat o sursă monofazată de curent pentru procese electrochimice, cu o schemă electrică principală originală, individualizată prin prezența dispozitivului inductiv-capacitiv. Sursa monofazată de curent pentru procese electrochimice include un comutator, o punte redresoare, un pol al căreia este conectat la clemă pozitivă, iar al doilea la circuitul inductiv-capacitiv format dintr-un bloc capacitiv și un bloc inductiv. Circuitul inductiv-capacitiv se conectează prin intermediul unui rezistor variabil la clemă negativă, iar la intrările punții redresoare este conectat un transformator monofazat. Blocul inductiv este executat din câteva bobine separate, amplasate pe un miez magnetic unic cu posibilitatea conectării selective. Blocul capacitiv este format din condensatoare polare conectate în paralel (MD3517 G2 2008.02.29). Invenția se referă la galvanotehnică, și anume la surse monofazate de curent pentru alimentarea băilor electrolitice sau a altui utilaj electrochimic la sarcini electrice reduse ($I < 30\text{A}$).
- 60 Procedeul propus se realizează prin stabilirea componenței electrolitului, condițiilor de depunere și parametrilor de reglare (L , C) a dispozitivului inductiv-capacitiv al sursei. Parametrii (L , C) dispozitivului inductiv-capacitiv influențează asupra decurgerii fenomenelor de difuziune și electrochimic,

- 65 componentelor variabile ale curentului, care asigură sincronizarea stadiilor de reducere a ionilor de cupru

și creează condiții de realizare a efectului de rezonanță în procesul de depunere a cuprului. Aceste schimbări ale procesului de depunere acționează asupra mărimii potențialului catodului și a modului de formare a depunerilor pe substrat.

5 Rezultatul este prezentat în figură, unde sunt expuse datele experimentale, referitoare la procedeul galvanic de depunere a pulberii de cupru.

10 În condiții de laborator s-a studiat interdependența dintre parametrii de decurgere a reacției electrochimice, parametrii de reglare a sursei de curent și aspectul pulberilor de cupru pentru diferite valori ale densității de curent. Experimental s-a stabilit că modul de evoluție al formațiunilor cristalitice este determinat, în totalitate, de prezența sursei monofazate de curent pentru procese electrochimice în circuitul de alimentare a băii galvanice (vezi fig.).

15 Se identifică prezența unei diversități considerabile de elemente originale – cristale de forme și dimensiuni variate, a căror geometrie variază de la profil simplu (pătratic), până la configurații poligonale complexe (fig. a, b, d). Pentru parametrii conturului oscilatoriu ($L = 10$ H, $C = 0,0176$ F), electrolitului ($\text{CuSO}_4 - 50 \text{ kg/m}^3$, $\text{H}_2\text{SO}_4 - 450 \text{ kg/m}^3$) și regimurile de depozitare ($i_k = 0,15 \dots 0,3 \text{ kA/m}^2$; $T_{el} = 293$ K), în premieră s-a realizat depozitarea unor agregate cristalitice specifice, având dimensiuni cuprinse între 0,1 și 20 μm , care nu pot fi obținute la realizarea procedeelor cunoscute și de aceea se poate iniția elaborarea tehnologiilor noi (fig. c, d). De menționat, că cristalele identificate pot fi foarte ușor detașate de la substrat, iar compoziția granulometrică a pulberii obținute poate varia în dependență de solicitare.

20 Totodată, procedeul propus nu exclude aplicarea modalităților convenționale de fragmentare a formațiunilor cristalitice până la mărimi de ordin nanometric.

25 Este relevantă prezența compactă pe suprafețele cristalelor a unor elemente structurale de dimensiuni mult mai reduse ($\approx 10 \dots 15 \text{ nm}$), în urma executării analizei la rezoluții substanțiale (fig. b). Analiza fazică Roentgen și compoziția chimică superficială confirmă despre identificarea specimenului cristalelor ca fiind de cupru curat.

(57) Revendicări:

30 Procedeu galvanic de obținere a pulberii de cupru, care include utilizarea electrolitului din sulfat de cupru și acid sulfuric și a unei surse de curent, **caracterizat prin aceea că** componentele electrolitului se utilizează în raportul următor, kg/m^3 : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 44...55, H_2SO_4 ($d=1,84$) 400...550, electroliza se efectuează la temperatura electrolitului de 288...298 K, densitatea catodică a curentului de 0,1...1,0 kA/m^2 , utilizând sursa monofazată de curent, care constă dintr-un comutator, o punte redresoare, un pol al căreia este conectat la clema pozitivă, iar al doilea – la un circuit inductiv-capacitiv, format dintr-un bloc capacitiv și un bloc inductiv și conectat prin intermediul unui rezistor variabil la clema negativă, la

35 intrările punții redresoare este conectat un transformator monofazat, totodată blocul inductiv este executat din câteva bobine separate, amplasate pe un miez magnetic unic cu posibilitatea conectării selective, având inductivitatea de 5...15 H, iar blocul capacitiv este format din condensatoare polare conectate în paralel având capacitatea conturului de 0,015...0,025 F.

(56) Referințe bibliografice:

1. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. Москва, ФИЗМАТЛИТ, 2005, с. 80; 112-115; 128-131
2. Тесакова М.В., Парфенюк В.И. Электрохимический синтез и свойства нанодispersных медьсодержащих порошков. Международная научная конференция «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии», Плес, 2008, с. 44
3. Федорченко И. М., Андриевский Р.А. Основы порошковой металлургии. Киев, Издательство АН УССР, 1961, с. 48-57

Șef Secție:

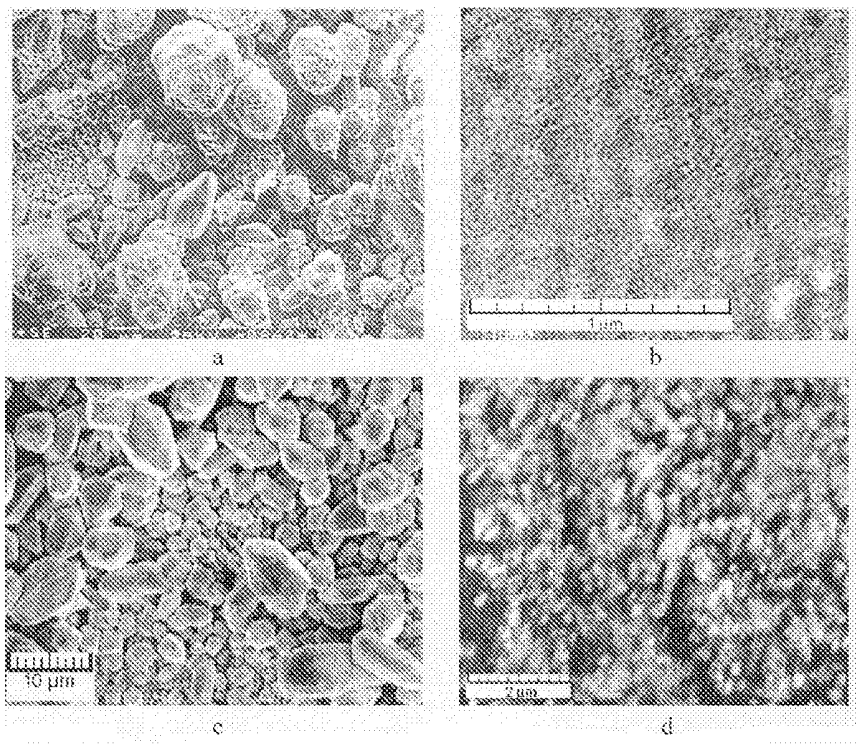
COLESNIC Inesa

Examinator:

BANTAȘ Valentina

Redactor:

LOZOVANU Maria



RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2008 0268	(85) Data fazei naționale PCT:
(22) Data depozit: 2008.10.30	(86) Cerere internațională PCT:

Prioritatea invocată :

(31) nr.: (32) data : (33) țara :

(51) : **Int. Cl.: C25C 1/12** (2006.01)
C25C 5/02 (2006.01)
B22F 9/02 (2006.01)
B22F 9/24 (2006.01)

Alți indici de clasificare:

(54) **Titlul** : Procedeu galvanic de obținere a pulberii de cupru

(71) Solicitantul : **INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD**

Termeni caracteristici :

a) limba română: cupru, electrolit, contur inductiv-capacitiv, sursă monofazată de curent

b) limba engleză: copper, electrolyte, monophas current source, inductance-capacitance circuit

c) limba rusă: медь, электролит, монофазный источник тока, индуктивно-ёмкостный контур

I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl.)

Int. Cl. **Int. Cl.: C25C 1/12** (2006.01)
C25C 5/02 (2006.01)
B22F 9/02 (2006.01)
B22F 9/24 (2006.01)

MD 1994-2008
EA 1996-2008
SU fond BRTȘ

II. Literatura tehnico-științifică consultată adăugător la minim de documentație (autori, titluri, editura, țara și data publicării)

Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. Москва, ФИЗМАТЛИТ, 2005, с. 80; 112-115; 128-131

Тесакова М.В., Парфенюк В.И. Электрохимический синтез и свойства нанодисперсных медьсодержащих порошков. Международная научная конференция «Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии», Плес, 2008, с. 44

Федорченко И. М., Андриевский Р.А. Основы порошковой металлургии. Киев, Издательство АН УССР, 1961, с. 48-57

III. Baze de date electronice consultate (denumirea BD și termen de documentare)

RU 1994-2008
ESPACE

IV. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	RU 2254209 C1 2005.06.20	1
A	RU 2022717 C1 1994.11.15	1
A	RU 2366763 C2 2008.06.20	1
A	RU 2126312 C1 1999.02.20	1
A	SU 1813806 A1 1993.05.07	1
A	SU 1708939 A1 1992.01.07	1
A	JP 2138492 A 1990.05.28	1
A	SU 1537711 A1 1990.01.23	1
A	SU 1346697 A1 1987.10.23	1
A	SU 1243907 A1 1986.07.15	1
A	MD 3517 G2 2008.02.29	1
☐ Documentele următoare sunt indicate în rubrica IV		☐ 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 evidență 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 2010.01.20		
Examinatorul Bantaș Valentina		