



(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. cerere: **95-01061**

(22) Data de depozit: **30.05.1995**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:  
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:  
**30.10.2000** BOPI nr. **10/2000**

(45) Data eliberării și publicării brevetului:  
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:  
Nr.

(62) Divizată din cererea:  
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:  
Nr.

(87) Publicare internațională:  
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**WO 9217552**

(71) Solicitant: **INSTITUTUL DE FIZICA SI TEHNOLOGIA MATERIALELOR, BUCUREȘTI-MĂGURELE, RO;**

(73) Titular: **INSTITUTUL DE FIZICA SI TEHNOLOGIA MATERIALELOR, BUCUREȘTI-MĂGURELE, RO;**

(72) Inventatori: **ALEXE MARIN, BUCUREȘTI, RO;**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE PRODUCERE A STRATURILOR SUBȚIRI,  
CONDUCTOARE, DE BaPbO<sub>3</sub>**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de producere a straturilor conductoare de plumbat de bariu, pe cale chimică, cu o sare de bariu, care utilizează o soluție precursoră de BaPbO<sub>3</sub> cu pH=5, obținută din acid etilendiaminotetraacetic în apă, la care se adaugă, acetat de plumb și acetat de bariu, sub agitarea soluției, soluția precursoră fiind apoi depusă pe substrat, de preferință prin centrifugare, stratul obținut fiind uscat la circa 90°C și ars la 400°C, după care se aplică un tratament final de cristalizare la temperaturi mai mari de 600°C.

Revendicări: 1  
Figuri: 2

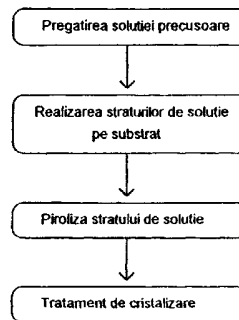


Fig. 1

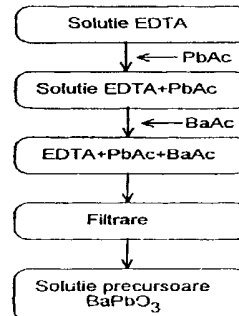


Fig. 2

RO 116136 B1



Invenția se referă la un procedeu chimic de producere a straturilor subțiri, conductoare de plumbat de bariu,  $BaPbO_3$ , compus oxidic cu structură perovskitică, a cărui principală proprietate este conducția electrică.

5 Straturile conductoare oxidice, de exemplu:  $SnO_2$ ;  $In$ , sunt bine cunoscute ca având numeroase aplicații în industria electrotehnică, în realizarea de contacte electrice în dispozitive semiconductoare specifice, de exemplu, la afișare cu cristale lichide, celule solare etc.

10 Principala diferență a  $BaPbO_3$  față de straturile conductoare utilizate până în prezent este structura lui cristalină cubică, cu volum și fețe centrate, denumită și perovskitică. Această structură îl face foarte potrivit, într-o primă aplicație, ca electrod de bază în obținerea de straturi oxidice feroelectrice și, evident, a dispozitivelor bazate pe acestea cum ar fi: detectoare de radiație IR, dispozitive cu undă de suprafață, traductoare de forță, transductoare ultrasonice ș.a.

15 Este cunoscut că procedeele cele mai utilizate de obținere a straturilor subțiri oxidice sunt cele care implică pulverizarea în plasmă a materialului oxidic dintr-o țintă realizată din compusul respectiv. Principalele dezavantaje cunoscute ale acestor procedee sunt: compoziția stratului obținut diferită de compoziția țintei, neuniformitatea relativ mare pentru substraturi cu suprafețe mari, utilizarea unor instalații în general costisitoare și greu de întreținut, bazate pe tehnici de vid, de radiofrecvență, de înaltă tensiune etc.

20 Este cunoscut, de asemenea, un procedeu chimic de producere a straturilor subțiri de plumbat de bariu, prin depunerea, în prima fază, a unui strat de oxid de plumb și reactarea acestuia cu o sare de bariu la temperatura caracteristică de reacție, sub punctul de topire a substratului, (**WO 92/17552**).

25 Problema care apare este aceea de a găsi un procedeu de realizare a unor straturi subțiri de plumbat de bariu cât mai uniforme, cu o tehnologie cât mai economică.

30 Procedeu de producere a straturilor subțiri de  $BaPbO_3$ , conform invenției, rezolvă această problemă prin aceea că folosește o soluție precursoră de  $BaPbO_3$  cu  $pH=5$ , obținută din acid etilendiaminotetraacetic - EDTA, în apă, în care se adaugă acetat de plumb -  $PbAc$  și acetat de bariu -  $BaAc$ , sub agitare soluției; soluția precursoră se depune pe substrat, de preferință prin centrifugare, iar stratul depus se usucă la o temperatură de  $90^\circ C$  pentru evaporarea apei și se arde la  $400^\circ C$ , după care se aplică un tratament final de cristalizare la temperaturi mai mari de  $600^\circ C$ .

35 Avantajele procedurii de producere a straturilor de  $BaPbO_3$ , conform invenției, sunt:

40 - deviație compozițională minimă și uniformitate mare pe suprafețe mari;  
- costuri de fabricație extrem de scăzute, prin eliminarea tehnicilor costisitoare: tehnica de vid, de radiofrecvență, de tensiune înaltă, necesare în tehnologiile convenționale de depunere în plasmă.

Invenția este prezentată în continuare printr-un exemplu de aplicare în legătură și cu fig. 1 și 2, care reprezintă:

45 - fig. 1, schema de obținere a straturilor subțiri oxidice conductoare de  $BaPbO_3$  prin metoda chimică conform invenției;

- fig. 2, schema de obținere a soluției precursoră pentru depunerea de  $BaPbO_3$  prin metoda chimică.

# RO 116136 B1

Conform invenției, se obține inițial o soluție precursoră de  $BaPbO_3$  astfel: se realizează o soluție de acid etilendiaminotetraacetic - EDTA, în apă, care se menține la un  $pH$  de valoare 5. Se cântăresc cantitățile necesare de acetat de bariu -  $BaAc$ , și acetat de plumb -  $PbAc$  - ținând cont de stoichiometria compusului final. Acetatul se adaugă sub agitare la soluția de EDTA. 50

După dizolvarea  $PbAc$ , soluția se aduce la  $pH=5$  prin adăugare de soluție diluată de amoniac. La această soluție se adaugă sub agitare acetatul de bariu. După dizolvare, soluția se aduce din nou la  $pH=5$ . După 24 de ore soluția se finalizează, obținându-se astfel soluția precursoră de  $BaPbO_3$ . 55

Pentru realizarea straturilor subțiri oxidice, se întinde pe substrat, printr-o metodă corespunzătoare, un strat subțire și uniform de soluție precursoră  $BaPbO_3$ . Metodele de obținere a unor straturi uniforme de soluție sunt de obicei metode folosite în tehnica fotolitografică, metode dintre care cea mai utilizată este centrifugarea soluției turnate pe substrat, spinning. Stratul de soluție este uscat prin evaporarea apei la temperaturi de aproximativ  $90^\circ C$  și apoi este transformat în oxid prin arderea componentelor organice ale soluției (piroliză) la temperaturi de până la  $400^\circ C$ . 60

Obținerea proprietăților conductoare identice cu ale materialului masiv se face printr-un tratament final de cristalizare la temperaturi mai mari de  $600^\circ C$ . Pentru obținerea unor straturi mai groase se repetă întinderea soluției și piroliza, ori de câte ori este nevoie, urmând la sfârșit tratamentul de cristalizare. 65

## Revendicare

Procedeu de producere a straturilor conductoare de plumbat de bariu, pe cale chimică, cu o sare de bariu, **caracterizat prin aceea că** utilizează o soluție precursoră de  $BaPbO_3$  cu  $pH=5$ , obținută din acid etilendiaminotetraacetic în apă, la care se adaugă acetat de plumb și acetat de bariu sub agitarea soluției, soluția precursoră fiind apoi depusă pe substrat, de preferință prin centrifugare, stratul obținut fiind uscat la circa  $90^\circ C$  și ars la  $400^\circ C$ , după care se aplică un tratament final de cristalizare la temperaturi mai mari de  $600^\circ C$ . 70  
75

Președintele comisiei de invenții: **ing. Anghel Radu**

Examinator: **ing. Arghirescu Marius**

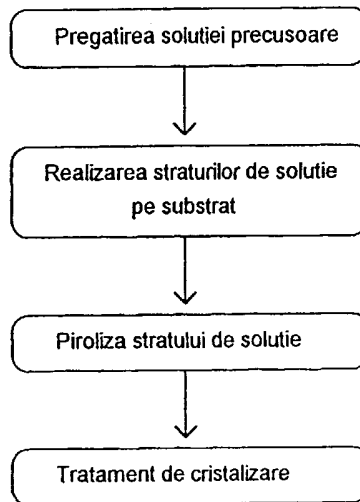


Fig. 1

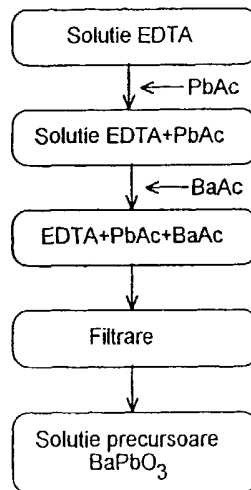


Fig. 2

