



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2018 00178

(22) Data de depozit: 14/03/2018

(41) Data publicării cererii:
30/09/2019 BOPI nr. 9/2019

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• PATROI EROS ALEXANDRU,
STR. VATRA DORNEI NR.11, BL. 18B+C,
SC. 2, ET. 1, AP. 49, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• MANTA EUGEN, STR. LIVIU REBREANU
NR.29, BL.M 36, SC.3, ET.7, AP.118,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• STANCU NICOLAE,
ALEEA DONEA DIANA ALEXANDRA NR.4,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

• LIXANDRU ALEXANDRU,
ȘOS. CONSTANȚEI, NR.28, BL.P4B, SC.A,
AP.5, ET.2, MÂNGĂLIA, CT, RO;
• IORGA ALEXANDRU, CALEA DOFTANEI
NR.1, BL.17 H, SC.2, ET.3, AP.13,
CÂMPINA, PH, RO;
• KAPPEL WILHELM,
STR.VALEA ARGEȘULUI NR.11, BL.A 6,
SC.D, ET.3, AP.55, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• CODESCU MIRELA MARIA,
CALEA 13 SEPTEMBRIE, NR.137, BL. T1C,
ET.7, AP.25, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;
• PATROI DELIA, STR.VATRA DORNEI
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE OBTINERE NANOFIRE METALICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere al unor nanofire metalice, din microfibre obținute în prealabil cu metoda Taylor-Ulitovski, cu aplicații în domeniul ingineriei electrice utilizate la realizarea unor dispozitive cum sunt MEMS, NEMS, senzori și altele asemenea. Procedeu conform invenției se realizează cu ajutorul unei instalații alcătuite dintr-uncuptor (1) de tratament termic, un regulator (2) de temperatură cu termocuplu (3), un tub (4) de cuarț cu rol de incintă pentru realizarea atmosferei controlate, un sistem (5) de prindere a cuptorului (1) și a tubului (4) de cuarț, o pompă (6) de vid înaintat pentru realizarea vidului în tubul (4) de cuarț de până la 10^{-6} mbar, un autotransformator (7) și un sistem (8) de întindere al microfibrelelor, procedeul având trei etape:

1. elaborarea aliajului într-un cuptor cu inducție tip Leybold - Heraeus cu capacitate de maximum 2 kg, iar după terminarea topirii și îndepărtarea zgurii, se trage aliajul în baghete de cuarț,

2. obținerea microfibrelelor metalice prin introducerea aliajului în tubul de sticlă, astfel încât metalul topit să atingă pereții tubului, cu o baghetă de cuarț se închide sticla în jurul metalului topit, iar după curățarea acestuia de oxizi cu bagheta de cuarț, se agită aliajul și se agață pe un sistem de angrenare,

3. obținerea nanofirelelor metalice utilizând instalația de obținere a nanofirelelor metalice prin transferarea microfibrelelor pe un mosor pentru obținerea de mănunchiuri cu număr predeterminat de microfibre care sunt supuse unui tratament termic de alungire, iar cu ajutorul sistemului (8) de întindere, mănunchiul de microfibre

este încălzit și alungit în același timp, dobândind următoarele caracteristici: $\mu_i = 10...1000000$, $J_s = 0,5...1,7$ T, $H_c = 10...1000$ kA/m, diametru miez metalic/nanofir: 50...100 nm, număr fire metalice din mănunchi: 20...50000 și lungime nanofire/mănunchi nanofire: 10...60 mm.

Revendicări: 1
Figuri: 2

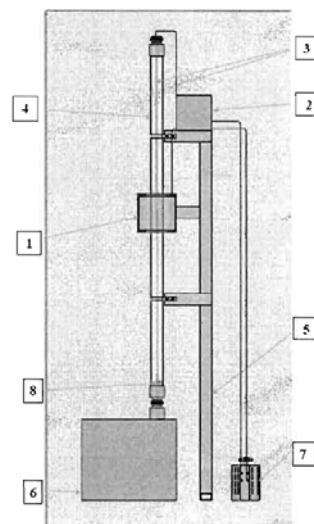


Fig. 2



Procedeu de obtinere nanofire metalice

Inventia se refera la un procedeu de obtinere de nanofire metalice, din microfire obtinute in prealabil cu metoda Taylor-Ulitovski cu aplicatii in domeniul ingineriei electrice (MEMS, NEMS, senzori, si alte dispozitive)

Se cunosc urmatoarele procedee de obtinere nanofire:

- Electrodepunere (depunerea electrochimică, mai des cunoscut sub numele de electrodepunere, constă dintr-o electroliză specială care conduce la depunerea de materiale solide pe un electrod. La electrodepunere procesul este limitat geometric în interiorul porilor membranelor șablonului; se pot obtine materiale nanocompozite și, după îndepărtarea membranei șablonului, se pot obtine nanofire metalice.
- Transferul indus de fasciculul de electroni (FEBID). Aceasta este o tehnică directă, cu o mare versatilitate, de realizare nanofire sub 10 nm.
- Nanofire obtinute prin metoda sol-gel (prin tehnica sol-gel se obtine intr-un lichid o dispersie de particule solide cu diametre cuprinse între 1 și 100 nm, si după un proces fizico-chimic, particulele devin interconectate, formând o rețea rigidă cu pori de dimensiuni submicrometrice sau lanțuri polimerice)
- Nanofire acoperite cu sticla obtinute prin solidificare ultrarapida pe un tambur rotitor intr-un mediu lichid.
- Crestere epitaxiala de nanofire feromagnetice pe substrat obtinute prin transport chimic al vaporilor metalelor constituate (CVT)

Dezavantajele solutiilor cunoscute sunt urmatoarele :

- procesele sunt limitate din punct de vedere dimensional;
- necesita un numar mare de operatii premergatoare;
- nu se pot obtine manunchiuri de nanofire de lungimi mari;
- se obtin intr-un mediu lichid;

Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta in realizarea unui procedeu de obtinere a nanofirelor metalice, in manunchi cu un numar de nanofire prestabilit si cu urmatoarele carecteristici: diametru miez metalic/nanofir 50 ...100 nm, numar fire metalice din manunchi 20...50000, lungime nanofire / manunchi nanofire 10-60 mm

Procedeu de obtinere a nanofirelor metalice pornind de la microfire, conform inventiei, inlatura dezavantajele mentionate prin aceea ca, se obtin nanofire si / sau manuchiuri de nanofire cu dimensiuni prestabilite in atmosfera controlata: in prima etapa se obtin baghetele de aliaj din care se obtin nanofirele metalice in cuptorul cu inductie de tip Heraeus, in a doua etapa obtinem microfirele metalice prin metoda Taylor-Ulitovsky iar in cea de-a treia etapa se obtin nanofirele metalice caracterizate prin :

$$\mu_i=10 - 1000000$$

$$J_s=0.5 - 1.7 \text{ T}$$



$H_c = 10 - 1000 \text{ kA/m}$

Diametru miez metalic/nanofir: 50 – 100 nm

Numar fire metalice din manunchi: 20 -50000

Lungime nanofire / manunchi nanofire: 10-60 mm

Avantajele inventiei sunt urmatoarele :

- proprietatile magnetice sunt stabile la temperaturi inalte;
- gama larga de temperaturi de lucru $-50^0 \text{ C} + 250^0 \text{ C}$;
- stabilitate in medii corozive, datorita invelisului de sticla;
- procesele nu sunt limitate din punct de vedere dimensional;
- nu necesita un numar mare de operatii premergatoare;
- se pot obtine manunchiuri de nanofire de lungimi mari.

Se da in continuare un exemplu de realizare a inventiei in legatura cu figura 1, care reprezinta:

Fig 1 Fluxul tehnologic de obtinere nanofire metalice, conform inventiei

Fig 2 Schema de principiu a instalatiei de obtinere nanofire metalice, conform inventiei

Procedeul de obtinere nanofire metalice conform inventiei, se realizeaza dupa urmatoarea tehnologie, conform fig. 1:

Etapa 1 : Obtinere baghete din metale / aliaje

Operatia de elaborare a aliajului se executa intr-un cuptor de topire prin inductie tip Leybold – Heraeus cu o capacitate maxima de 2 Kg.

Materiile prime se dozeaza in functie de compozitia aliajului ce urmeaza a fi obtinut, apoi se introduc in creuzet in ordinea descrescanda a temperaturii de topire, se porneste cuptorul si se ridica temperatura; cand acestea sunt topite, si dupa indepartarea eventualei zgurei, se trage aliajul in baghete de cuar.

Etapa 2 : Obtinere microfire metalice

Aliajul se introduce in tubul de sticla, astfel incat metalul incalzit si topit sa atinga pereții tubului. Dupa topirea metalului cu o bagheta de cuar se inchide sticla in jurul metalului topit iar dupa curatarea picaturii metalice de oxizi cu bagheta de cuar se agata aliajul invelit in sticla si se agata pe un sistem de angrenare.

Etapa 3 : Obtinerea nanofirelor metalice utilizand instalatia de obtinere nanofire metalice, conform fig. 2

Dupa obtinere microfirele metalice se transfera de pe mosor pentru obtinerea de manunchiuri cu numar predeterminat de microfire care mai apoi sunt supuse unui tratament termic de alungire. Acestea se introduc in instalatia de obtinut nanofire metalice, fig. 2, care lucreaza in atmosfera controlata si este dotata cu un cuptor de tratament termic 1. Cu ajutorul unui sistem de intindere microfire 8, manunchiul de microfire este incalzit si alungit in acelasi timp. Procedeul se repeta pana la obtinerea de nanofire metalice in

Patru

manunchi.

Prin aplicarea procedeului de obtinere nanofire metalice in manunchi conform inventiei, se obtin urmatoarele caracteristici:

$\mu_i = 10 - 1000000$

$J_s = 0.5 - 1.7 \text{ T}$

$H_c = 10 - 1000 \text{ kA/m}$

Diametru miez metalic/nanofir : 50 ... 100 nm

Numar fire metalice din manunchi : 20 ... 50000

Lungime nanofire / manunchi nanofire 10...60 mm

Procedeul se realizeaza cu ajutorul unei instalatii alcatuita dintr-un cuptor de tratament termic **1**, un regulator de temperatura **2** si termocuplu **3** pentru mentinerea temperaturii constante, un tub cuart **4** cu rol de incinta pentru realizarea unei atmosfere controlate, un sistem de prindere **5** a cuptorului **1** si tubului de cuart **4**, pompa de vid inaintat **6** pentru realizarea vidului inaintat in tubul de cuart 10^{-6} mbar, un autotransformator **7** cu rol in scaderea tensiuni in vederea reducerii inertiei cuptorului **1** si sistem de intindere microfire **8** pentru alungirea microfirelor.

Procedeul conform inventiei nu este limitat din punct de vedere dimensional, operatiunea este relativ simpla, se configureaza manunchiuri cu numar predeterminat de nanofire si se obtin manunchiuri de nanofire cu lungimi destul de mari care pot fi folosite in aplicatii in ingineria electrica.

P. T. 2018

Revendicare

Procedeul de obtinere nanofire metalice este caracterizat prin aceea ca, se obtin nanofire si / sau manuchiuri de nanofire cu dimensiuni prestabilite in atmosfera controlata astfel: in prima etapa se obtin baghetele de aliaj din care se obtin nanofirele metalice in cuptorul cu inductie de tip Heraeus, in a doua etapa obtinem microfirele metalice prin metoda Taylor-Ulitovsky iar in cea de-a treia etapa se obtin nanofirele metalice caracterizate prin :

$\mu_i=10 - 1000000$

$J_s=0.5 - 1.7 \text{ T}$

$H_c= 10 - 1000 \text{ kA/m}$

Diametru miez metalic/nanofir: 50 – 100 nm

Numar fire metalice din manunchi: 20 -50000

Lungime nanofire / manunchi nanofire: 10-60 mm

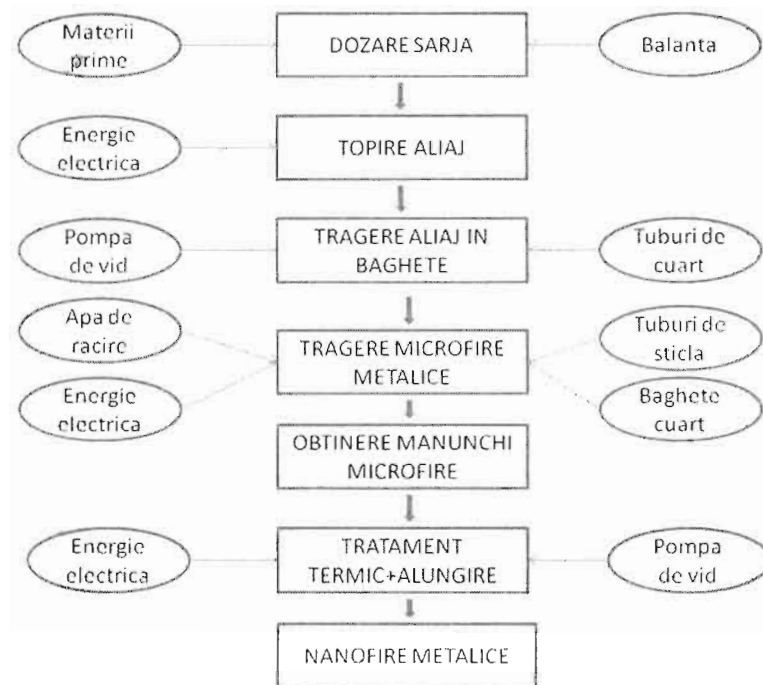


Fig 1

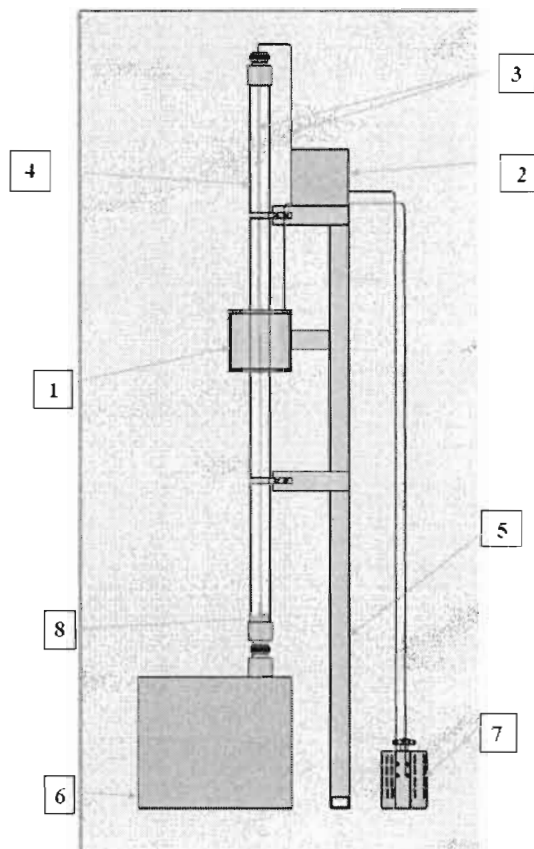


Fig 2.

Proiect