



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2020 00010**

(22) Data de depozit: **14/01/2020**

(41) Data publicării cererii:
28/08/2020 BOPI nr. **8/2020**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR (INCDFM),
STR.ATOMIȘTILOR, NR.405A, CP.MG-7,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **POLOSAN SILVIU PAVEL,
STR.REZERVELOR 60, BL.2, SC.1, AP.48,
DUDU (CHIAJNA), IF, RO;**
• **PACALA OVIDIU, STR. FIZICIENILOR,
NR.13, BL.L1, AP.8, MĂGURELE, IF, RO**

(54) **METODĂ DE TRATARE A SUPRAFEȚELOR ÎN FASCICUL
DE ELECTRONI DE JOASĂ ENERGIE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de prelucrare a suprafețelor cu fascicul de electroni de joasă energie. Metoda conform invenției constă în bombardarea suprafeței conductoare de șlefuit cu un fascicul de electroni de joasă energie, de ordinul sutelor de electronvolți, desfășurată în vid, în scopul producerii de topiri nanozonale ce rearanjează structura materialului la nivel de clusteri de atomi, reducând rugozitatea.

Revendicări: 7
Figuri: 10

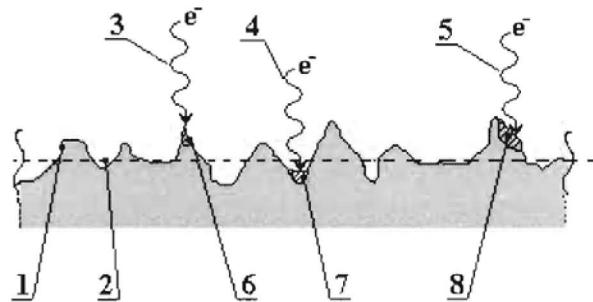


Fig. 1



402

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2020 0010
Data depozit 14-01-2020

METODA DE TRATARE A SUPRAFETELOR IN FASCICUL DE ELECTRONI DE JOASA ENERGIE.

Inventia se refera la o metoda de șlefuire fină sau nano-șlefuire a suprafețelor conductoare.

Metoda cunoscuta si folosita in prezent se bazeaza pe șlefuirea mecanica, utilizand masini de mare finete. Șlefuirea este perfectibila prin imbunatatirea elementului de șlefuire si a controlului coordonatelor de lucru. Ulterior se utilizeaza paste abrazive care imbunatatesc situatia pana la limita granulatiei obtenabile. Vibratiile mecanice inerente acestor metode deterioreaza calitatea șlefuirii si impun mese de lucru grele, cu inertie mare. Toate caile de crestere a finetei sunt limitate tehnologic asa incat suprafețele obtinute au o rugozitate de ordinul micronilor sau sutelor de nanometri. Interventia mecanica produce in plus tensiuni in material, tensiuni care pot favoriza deformari ulterioare, cu efect negativ asupra planeitatii.

Pentru șlefuirii fine respectiv rugozitati sub limita atinsa de metodele mecanice se utilizeaza metode chimice si electrochimice constand in corodarea suprafețelor cu substante active. Zonele protuberante fiind mai usor de atacat se obtine o diminuare a rugozitatii controlabila prin timpul de corodare si concentratia substantei corozive. Impurificarea chimica a suprafeței șlefuite conduce la necesitatea indepartarii urmelor substantelor corozive si a compusilor rezultati care reprezinta o etapa suplimentara, cu un rezultat imperfect.

Dezavantajele metodelor de șlefuire folosite în prezent sunt următoarele:

I. Din punct de vedere mecanic:

1. Finetea de șlefuire este datorata calitatii pietrei șlefuitoare
2. Finetea de șlefuire este determinata de granulatia pulberilor din pastele utilizate
3. Finetea de șlefuire este influentata de sensibilitatea masinii la vibratii mecanice, inclusiv cele produse de propriul motor
4. Suprafata șlefuita mecanic ramane cu zone tensionate
5. Suprafata se contamineaza cu urme ale elementelor abrazive folosite la șlefuire.

II. Din punct de vedere chimic

1. Domeniul de rugozitate abordabil este limitat din cauza mecanismului de actiune al reactantilor
2. Tipul de material slefuit impune retete foarte diferite chimic si nu toate tipurile sunt compatibile cu metoda
3. Controlul parametrilor este dificil si implica experimente delicate pentru fiecare pereche material slefuit – substanta coroziva
4. Contamineaza suprafata

Metoda de șlefuire conform invenției înlătură aceste dezavantaje prin aceea că consta în bombardamentul suprafeței metalice de șlefuit cu un fascicul de electroni de joasă energie – de ordinul sutelor de electronvolti, fascicul capabil să producă topiri nanozonale pentru fiecare ciocnire electron-metal, topiri care rearanjează structura materialului la nivel de clusteri de atomi, reducând astfel asperitățile.

Această metodă nu are limită de aplicare, acționând fără probleme până la ordinul dimensiunilor atomice, suprafața șlefuită nefiind perturbată de vibrații mecanice. Lipsa interacției directe a unui corp sau a unei substanțe chimice cu suprafața de șlefuit garantează lipsa urmelor de prelucrare deci a contaminării. În privința tensiunilor din material, experiențele demonstrează că, în opoziție cu metodele mecanice, se produce o detensionare semnificativă a materialului supus șlefuirii, detensionare pusă în evidență prin difracție de raze X. Efectele obținute sunt total controlabile prin energia electronilor utilizați pentru bombardament, determinată de tensiunea de accelerare, conform ecuației (1) și de densitatea evenimentelor, direct corelată cu intensitatea curentului de descărcare și timpul de expunere, conform relației (2):

$$E_{cin} = eU \quad (1)$$

$$N_e = Q/e = It/e \quad (2)$$

unde s-a notat cu N_e – număr de electroni, Q – cantitatea totală de sarcină, I – curentul măsurat pe probă și e – sarcina electronului.

Metoda de șlefuire conform invenției prezintă următoarele **avantaje**:

1. Nu exista limite pentru finetea șlefuirii, putandu-se merge pana la ordinul dimensiunii atomice
2. Masina utilizata nu produce si nu este sensibila la vibratii mecanice
3. Nu creeaza tensiuni in suprafata, ba dimpotriva, le diminueaza pe cele existente
4. Nu contamineaza suprafata, neexistand piese in contact cu aceasta
5. Parametrii implicati in procesul de șlefuire, respectiv curentul si energia electronilor, sunt usor de controlat iar cantitatea de sarcina pe suprafata Q / S este o marime care determina cu buna aproximatie efectul operatiei.

În continuare, metoda de șlefuire a suprafetelor metalice conform invenției este prezentata pe larg, în legătură cu figurile care reprezintă:

FIG.1 Principiul metodei conform invenției

FIG.2 Schema simplificata a instalatiei folosite pentru aplicarea metodei conform invenției

FIG.3 Analiza unei suprafete de Cu cu rugozimetrul optic inainte de aplicarea metodei conform invenției

FIG.4 Analiza unei suprafete de Cu cu rugozimetrul optic dupa aplicarea metodei conform invenției

FIG.5 Analiza unei suprafete de Inox cu rugozimetrul optic inainte de aplicarea metodei conform invenției

FIG.6 Analiza unei suprafete de Inox cu rugozimetrul optic dupa aplicarea metodei conform invenției

FIG.7 Analiza unei suprafete de Al cu rugozimetrul optic inainte de aplicarea metodei conform invenției

FIG.8 Analiza unei suprafete de Al cu rugozimetrul optic dupa aplicarea metodei conform invenției

FIG.9 Difractogramele unei suprafete de Cu inainte si dupa aplicarea metodei conform invenției

FIG.10 Detalii ale unei linii de difractie din difractogramele unei suprafete de Cu inainte si dupa aplicarea metodei conform invenției.



Metoda de șlefuire conform invenției se bazează pe topirea nanozonală a suprafeței de șlefuit prin bombardarea cu electroni de energie bine controlată prin tensiunea de accelerare care este de ordinul sutelor de eV. În experimente s-au utilizat valori cuprinse între 100 și 400 V. În **Figura 1** în care este prezentat principiul metodei conform invenției, o suprafață reală **1** a probei metalice șlefuită printr-o metodă clasică oarecare are un aspect neregulat față de un plan imaginar **2** reprezentând suprafața ideală. Niste electroni **3, 4 și 5**, purtând o energie prestabilită prin tensiunea de accelerare, lovesc suprafața reală **1** respectiv în niste puncte **6, 7 și 8** oarecare. În punctul de interacție electron-metal, energia electronului este transferată norului electronic al metalului și, parțial, nucleizilor. Timpul de relaxare fiind de ordinul picosecundelor, efectul se poate considera instantaneu.

De menționat că ecuația clasică a căldurii garantează rezultate coerente doar dacă se ia în calcul un colectiv statistic suficient de mare, limita inferioară luându-se prin convenție 20 nm. Colectivul de atomi implicați poate fi dimensionat prin energia electronului incident. Astfel, dacă ținem seama că energia necesară unui nucleid pentru a se deplasa în rețea este de ordinul eV-ului, atunci numărul de nucleizi implicați N va fi

$$N = E_{\text{incidenta}} / 1 \text{ eV}$$

În realitate N este sensibil mai mic datorită concurenței dintre transferul electroni-rețea și dispersia energiei datorată mobilității mari a electronilor. Primul impact al electronului incident se produce cu norul electronic din proximitate a suprafeței, lucru care duce la o pierdere suplimentară de energie.

Efectul imediat este că nucleizii mobilizați vor migra spre zonele de minimă energie așezându-se într-o poziție cât mai ordonată cu putință, punctul 7. Pentru protuberanțe, punctele 6 și 8, difuzia este restricționată la unghiul solid de sub varf lucru care mărește eficiența topirii cu efect imediat asupra micșorării protuberanței.

Dacă există inserții interstțiale, obținute din aliere sau în urma unui proces de dopare, acestea vor fi de asemenea ordonate devenind substitutionale.

Aplicarea concretă a metodei presupune următorii pași:

1. Pregătirea suprafeței constând în: a. Șlefuire mecanică, b. Spălare

2. Montarea probei in incinta de lucru. Incinta de lucru poate fi orice compartiment vidabil, in care s-a montat un tun de electroni
3. Vidarea incintei si setarea parametrilor de lucru – tensiunea de accelerare si curentul
4. Pornirea tunului si iradierea cu electroni la energia prestabilita, monitorizand cantitatea de sarcina pe cm^2 care atinge suprafata. Cantitatea de sarcina necesara la o energie data se evalueaza prin experimente succesive si se tableaza pentru diverse clase de aliaje si diverse rugozitati de plecare, obtenabile prin șlefuire mecanică.
5. Devidarea incintei si demontarea probei
6. Masurarea rugozitatii obtinute.

De mentionat ca metoda este cumulativa si, daca nu s-a ajuns la rugozitatea ținta, se poate relua iradierea reevaluand cantitatea de sarcina deci timpul necesar in acord cu intensitatea fluxului de electroni.

In **Figura 2** este prezentata schema simplificata a instalatiei folosite pentru aplicarea metodei conform inventiei. In *o incintă vidată 21* adaposteste *o proba de șlefuit 22*, plasata pe *un suport izolator 23* si *un filament 24* folosit ca sursă de electroni. Tensiunea de filament si cea de accelerare a electronilor sunt aplicate prin niste circuite electrice care traverseaza peretii incintei prin niste *treceri 25* si *26*, facand legatura cu o *sursa de alimentare a filamentului 27* si o *sursa de tensiune pentru accelerare 28*. Un *ampermetru 29* si un *microampermetru 30* masoara curentii pe filament si respectiv pe proba. Incinta este legata la o pompa de vid printr-un *racord 31*.

Analizele facute pe trei probe identice ca geometrie de Cu, Al si Inox, șlefuite mecanic si lustruite cu pasta cu pulbere de CeO_2 , au demonstrat o reducere a rugozitatii de aproximativ trei ori dupa aplicarea metodei de șlefuit conform inventiei. Fiecarei piese i-a fost analizata suprafata cu un rugozimetru optic apoi au fost bombardate cu electroni la o energie 400 eV, fiind iradiate cu aproximativ $0,7 \text{ C/cm}^2$, apoi supuse din nou analizei cu acelasi rugozimetru. Din hartile rugozimetrice s-a constatat o scadere semnificativa a rugozitatii pentru fiecare piesa, rezultatele de analiza fiind extrase din **Figurile 3, 4, 5, 6, 7 si 8** si rezumate in Tabelul 1.

Tabelul 1

Proba	Rugozitate (nm)				Procent obtinut	
	inainte de aplicarea metodei conform inventiei		dupa aplicarea metodei conform inventiei		%	
	Sa	Sq	Sa	Sq	Sa	Sq
Cu	102.09	153.12	39.07	52.34	38.27	34.18
Inox	174.96	362.73	131.05	166.60	74.90	45.93
Al	182.89	448.34	129.63	171.21	70.88	38.19

Un fenomen de asemenea pus in evidenta, prin difractie de aceasta data, este reorganizarea cristalina a nuclizilor din imediata vecinatate a suprafetei, inclusiv a eventualilor dopanti interstitiali care pot deveni substitutionali datorita cresterii mobilitatii particulelor in zona de nanotopire.

Experientele demonstreaza ca, in opozitie cu metodele mecanice, se produce o detensionare semnificativa a materialului supus şlefuirii, detensionare pusa in evidenta, cum am mai spus, prin difractie de raze X. Astfel, in **Figura 9** care reprezinta difractogramele unei suprafete de Cu inainte, cu negru, si dupa aplicarea metodei conform inventiei, cu albastru, se observa ca largimile liniilor de difractie caracteristice cuprului policristalin s-au micorat semnificativ indicand cresterea dimensiunii medii a cristalitelor si/ sau imbunatatirea semnificativa a ordonarii retelei cristaline dupa aplicarea metodei conform inventiei. Ordonarea retelei se produce prin micorarea densitatii defectelor locale din cristalite, sau chiar eliminarea acestora, si este echivalenta cu detensionarea retelei. Analiza difractogramelor de raze X a aratat ca dupa aplicarea metodei conform inventiei parametrul asociat cu tensiunea datorata defectelor de retea a scazut de cca. 1000 de ori, in timp ce dimensiunea medie a cristalitelor a crescut de cca. 6 ori.

In **Figura 10** este prezentat un detaliu din Figura 9, in care se observa ca linia de difractie inainte de aplicarea metodei conform inventiei, linia neagra, este de cel putin trei ori mai larga decat aceeaşi linie de difractie dupa aplicarea metodei conform inventiei, linia albastra insemnand o reordonare a retelei la suprafata materialului bombardat, in acest caz Cu, deci, implicit, o reducere a microtensiunilor de suprafata.

Se prezintă mai jos trei exemple de aplicare a metodei conform invenției în legătură cu figurile 3, 4, 5, 6,7 și 8.

EXEMPLE

Metoda de slefuit conform invenției s-a aplicat pe trei piese metalice diferite: cupru, aluminiu și inox, identice ca geometrie, având un format tronconic cu dimensiunile $R = 22$ mm, $r = 18$ mm, $h = 4$ mm și slefuite optic cu pasta cu oxid de ceriu. Piesele au fost montate pe suportul instalației și iradiate timp de 10 min cu un curent electronic de aproximativ 30 mA și o tensiune de accelerare de 400V.

Suprafața totală iradiată fiind de aprox 26 cm^2 , incluzând suportul, rezulta o densitate de curent:

$$i = 30/26 = 1,15 \text{ mA /cm}^2$$

ceea ce pentru 600 sec aduce un aport de sarcină:

$$q = 600 \cdot 1,15 = 690 \text{ mC /cm}^2 \sim 0,7 \text{ C/cm}^2$$

Numărul mediu de electroni implicați în procesul de nano-topire este deci:

$$n_e = 690 / (1,6 \cdot 10^{-16}) \text{ part/cm}^2 \sim 4,3125 \cdot 10^{18} \text{ part /cm}^2 = 4,3125 \cdot 10^4 \text{ part / nm}^2$$

unde part este prescurtare de la particula, în acest caz particulele fiind electroni.

EXEMPLUL 1

În **Figura 3** este prezentată analiza cu rugozimetrul optic a suprafeței de Cu înainte de aplicarea metodei conform invenției, în care se poate observa că piesa din cupru avea o rugozitate măsurată după șlefuirea mecanică $S_a = 102,09$ nm și $S_q = 153,12$ nm iar diferența dintre cel mai ridicat punct și cel mai adânc punct pe linia de baleiere optică era de $\text{Peak/Valley} = 19963,79$ nm.

În **Figura 4** este prezentată analiza cu rugozimetrul optic a aceleiași suprafețe după aplicarea metodei conform invenției, în care se poate observa că, după o iradiere de aproximativ $0,7 \text{ C/cm}^2$ timp de 10 minute, mediile liniare și pătratică a profilelor măsurate pe linia de baleiaj optic au scăzut de aproape 3 ori respectiv $S_a = 39,07$ nm și $S_q = 52,34$ nm. Valoarea Peak/Valley s-a micșorat de 16 ori, fiind egală cu $1241,11$ nm.

EXEMPLUL 2

Piesa din oțel inoxid după cum se poate observa în **Figura 5**, avea o rugozitate măsurată după șlefuirea mecanică caracterizată prin $S_a = 174,96$ nm și $S_q = 362,73$ nm și Peak/Valley = 31955,73 nm. În **Figura 6** este prezentată analiza cu rugozimetrul optic a suprafeței de Inoxid după aplicarea metodei conform invenției, în care se poate observa că, după iradiere, mediile liniare și patratică a profilelor măsurate pe linia de baleiaj optic au scăzut la $S_a = 131,05$ nm și $S_q = 166,60$ nm iar valoarea Peak/Valley s-a micșorat de 7 ori, fiind egală cu 4338,11 nm.

EXEMPLUL 3

După cum se poate observa în **Figura 7**, piesa din aluminiu avea o rugozitate măsurată după șlefuirea mecanică $S_a = 182,89$ nm, $S_q = 448,34$ nm și Peak/Valley = 30476,47 nm iar după aplicarea metodei conform invenției, se poate observa în **Figura 8** că mediile liniare și patratică a profilelor măsurate pe linia de baleiaj optic au scăzut la $S_a = 129,63$ nm, $S_q = 171,21$ nm și Peak/Valley de peste 7 ori devenind 4937,56 nm.

Se observă că suprafața piesei de Cu are cea mai mică rugozitate imediat după șlefuirea mecanică, urmând piesa de oțel inoxid cu rugozitatea ceva mai mare. Pentru Al șlefuirea mecanică a dat rezultatele cele mai proaste, probabil datorită oxizilor de pe suprafața.

Exemplele demonstrează că metoda de șlefuit conform invenției conduce la o scădere a rugozității de aproximativ 3 ori pentru fiecare piesă după o iradiere de $0,7C/cm^2$ la o tensiune de accelerare de 400 V.

REVENDICĂRI

1. Metoda de șlefuire caracterizată prin aceea că, constă în: bombardamentul suprafeței de șlefuit conductoare cu un fascicul de electroni de joasă energie, de ordinul sutelor de electronvolți, în vid, în scopul producerii de topiri nanozonale care rearanjează structura materialului la nivel de clusteri de atomi, reducând astfel asperitățile și rugozitatea.
2. Metoda de șlefuire conform revendicării 1, caracterizată prin aceea că procesul este controlat prin stabilirea energiei electronilor de bombardament determinată de tensiunea de accelerare.
3. Metoda de șlefuire conform revendicării 1, caracterizată prin aceea că este cumulativă, iradierea se poate relua reevaluând cantitatea de sarcină și deci timpul necesar în acord cu intensitatea fluxului de electroni în scopul atingerii nivelului de rugozitate țintă.
4. Metoda de șlefuire conform revendicării 1 caracterizată prin aceea că, este folosită în scopul de ordonare a cristalitelor din suprafețele conductoare.
5. Metoda de șlefuire conform revendicării 4 caracterizată prin aceea că, procesul este controlat prin stabilirea energiei electronilor de bombardament determinată de tensiunea de accelerare.
6. Metoda de șlefuire conform revendicării 1 caracterizată prin aceea că, este folosită în scopul de reordonare a inserțiilor pe suprafețele conductoare.
7. Metoda de șlefuire conform revendicării 6 caracterizată prin aceea că, procesul este controlat prin stabilirea energiei electronilor de bombardament determinată de tensiunea de accelerare.



Figura 1

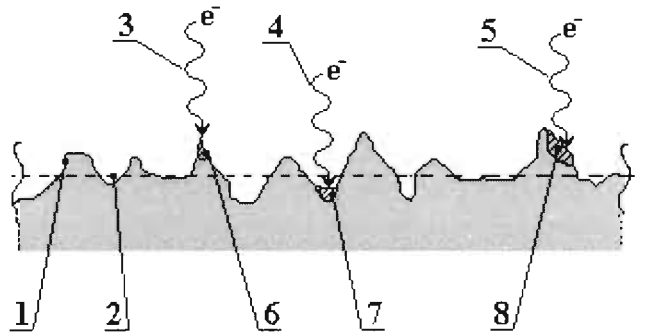


Figura 2

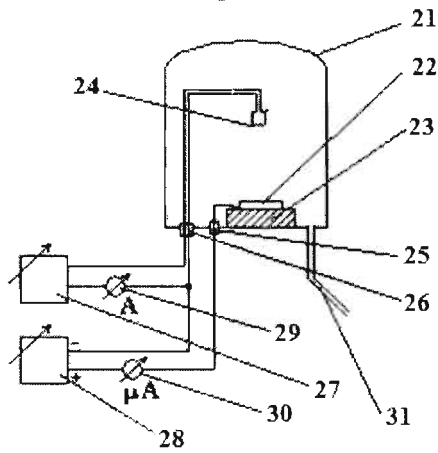
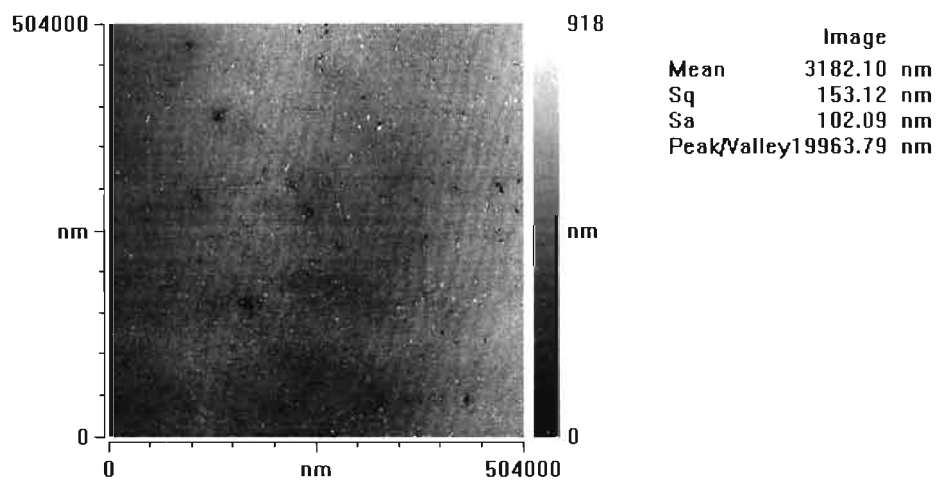


Figura 3



32

Figura 4

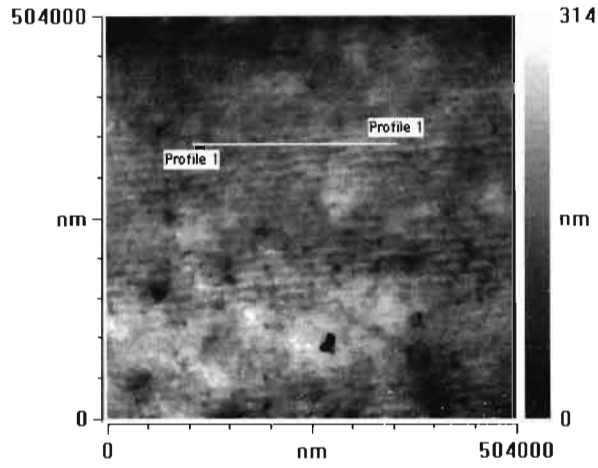


Image	
Mean	3036.03 nm
Sq	52.34 nm
Sa	39.07 nm
Peak/Valley	1241.11 nm

Figura 5

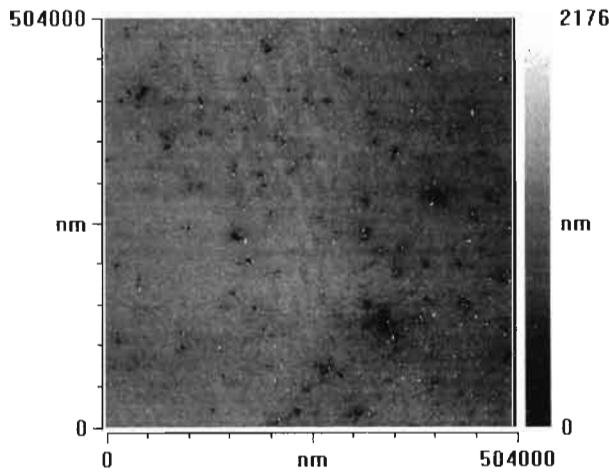


Image	
Mean	2493.29 nm
Sq	362.73 nm
Sa	174.96 nm
Peak/Valley	31955.73 nm

Figura 6

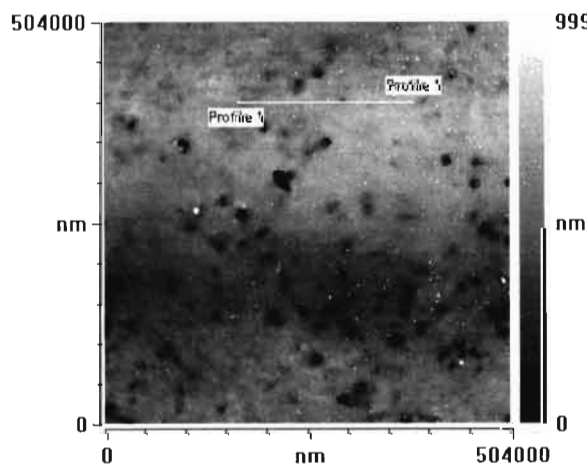


Image	
Mean	2590.33 nm
Sq	166.60 nm
Sa	131.05 nm
Peak/Valley	4338.11 nm

Figura 7

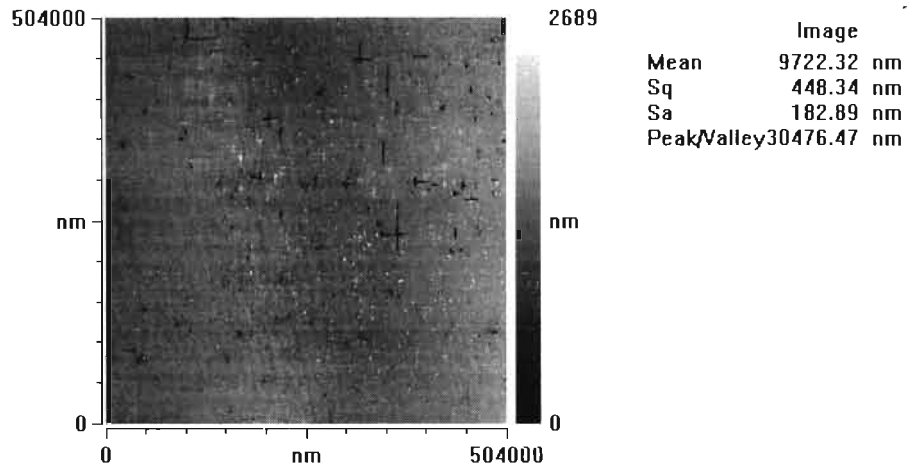


Figura 8

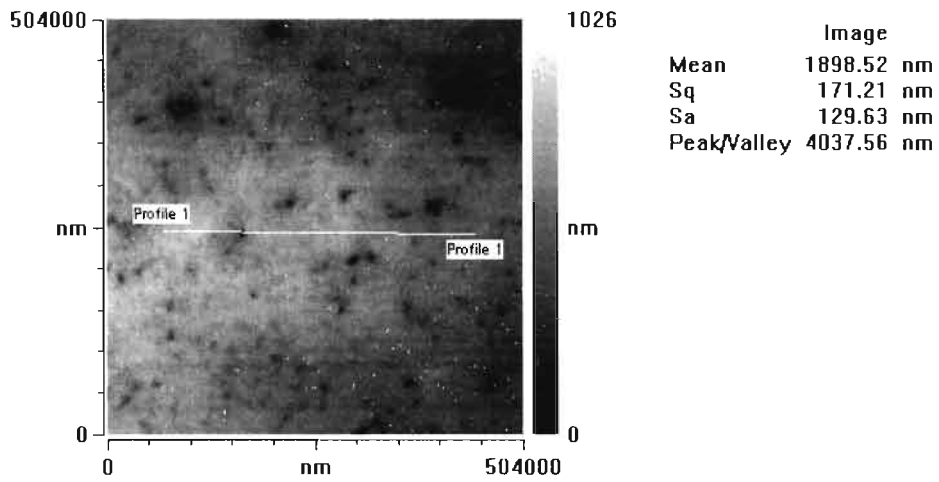


Figura 9

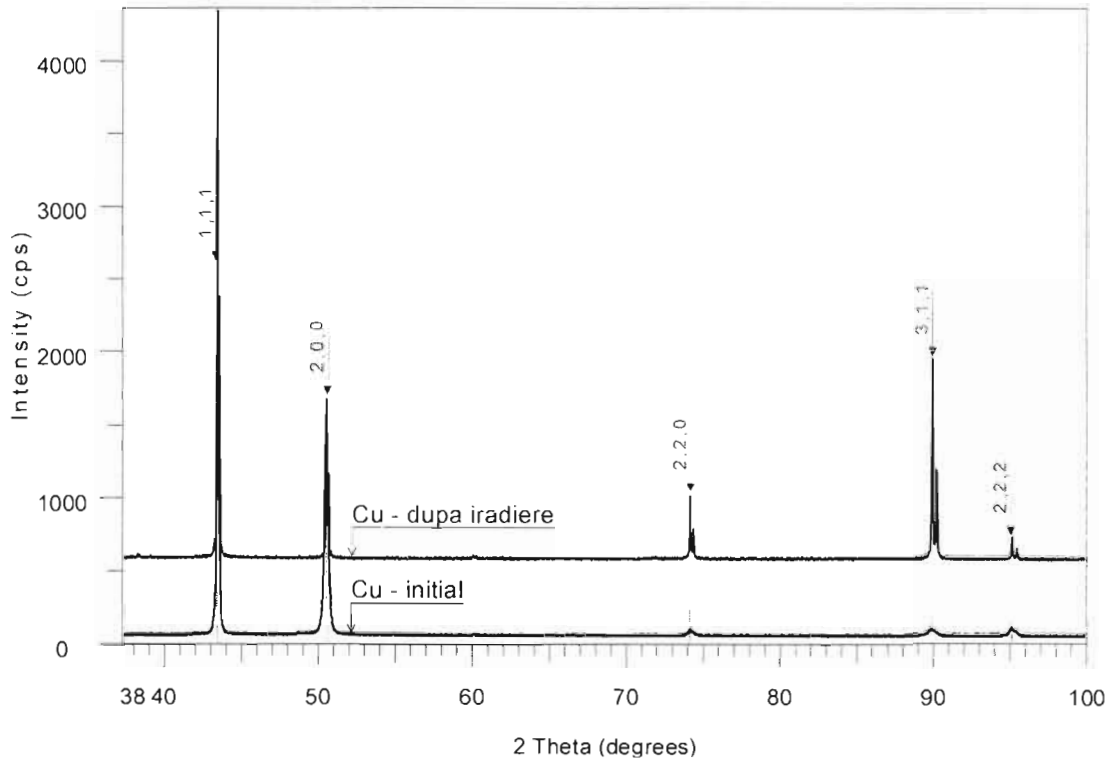


Figura 10

