



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00808**

(22) Data de depozit: **11/08/2011**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2016 BOPi nr. **6/2016**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
OPTOELECTRONICĂ - INOE 2000,**
*STR.ATOMIȘTILOR NR.409, MĂGURELE,
IF, RO*

(72) Inventatori:
• **GRIGORESCU CRISTIANA
EUGENIA-ANA, ALEEA BANU UDREA
NR. 9 BL. V104 SC. 1 AP. 74 SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SAVASTRU ROXANA,**
*STR.IANI BUZOIANI NR.3, BL.16, SC.A,
AP.2, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;*

• **VASILIU ILEANA CRISTINA,**
*STR. DRUMUL TABEREI NR. 77B,
BL. TS37, SC. 1, ET.9, AP.56, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;*
• **TĂUTAN MARINA NICOLETA,**
*STR.EMIL RACOVITĂ NR.6, BL.R 1, SC.2,
AP.45, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;*
• **IODĂNESCU CONSTANTINA RALUCA,**
*STR. STELIAN IANCU NR. 8, ROMAN, NT,
RO;*
• **FERARU IONUȚ DANIEL,**
*STR. BELȘUGULUI NR. 2, BL. M18, SC. B,
AP. 3, CĂLĂRAȘI, CL, RO*

(54) **PROCEDEU DE CREȘTERE A UNOR STRUCTURI
FOTOLUMINESCENTE 3D PRIN FILME SUBȚIRI DE
OXINITRURĂ DE GALIU AMORFĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de creștere a unor structuri fotoluminescente 3D de formă sferică sau piramidală, cu emisie în două culori la temperatura camerei, pentru aplicații în domeniul senzorilor și transmisiei informației pe bază de fibră optică, cu diametrul comparabil cu al structurilor. Procedeu conform invenției constă în tratarea termică, în atmosferă gazoasă, a unor filme subțiri de oxinitrură de galiu amorfă, depuse prin bombardament ionic sau cu laser pulsant în atmosferă reactivă, pe substraturi de siliciu, și având grosime uniformă, la o presiune moderată, urmând un regim termic cu viteză constantă de creștere

a temperaturii între 25°C și 700°C, cu patru paliere și viteză constantă de coborâre a temperaturii între două paliere, și apoi până la temperatura camerei, la al treilea palier de urcare a temperaturii, pe întreaga suprafață a filmului formându-se insule micrometrice, cu geometrie sferică sau piramidală, în funcție de materialul filmului, cu diametrul/ înălțimea proporțională cu grosimea inițială a filmului.

Revendicări: 3
Figuri: 2



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2011 0808
Data depozit 11-08-2011

24

PROCEDEU DE CREȘTERE A UNOR STRUCTURI FOTOLUMINESCENTE 3D DIN FILME SUBTIRI DE OXINITRURA DE GALIU AMORFA

Invenția se referă la un procedeu de creștere a unor structuri fotoluminescente 3D de forma sferică sau piramidala cu emisie în două culori la temperatura camerei pentru aplicații în domeniul senzorilor și transmisiei informației pe baza de fibră optică cu diametrul comparabil cu al structurilor.

Se cunoaște metoda cu fascicul molecular (MBE) de creștere a structurilor tridimensionale de GaN cristalină utilizând surfactanți (Bi, Mg), (R. Klockenbrink et al, « MBE – Growth of strain engineered GaN thin films utilizing a surfactant », The Materials Research Society, 1997 (<http://nsr.mij.mrs.org/MRS/S97-D/8.6/>), respectiv a nanobarelor de GaN pe substrat de Si cu un maxim de fotoluminescență la 300K și altele două la 66K (L. W. Tu et al, « Self-assembled vertical GaN nanorods grown by molecular beam epitaxy », Appl. Phys. Lett., Vol. 82, No. 10, 2003, p. 1601-1603) epitaxia chimică din vapori de hidruuri a unor structuri insulare hexagonale de GaN pe substrat de safir (M. Holtz et al, « Micro-Raman imaging of GaN hexagonal island structures », Appl. Phys. Lett., Vol. 75, No. 12, 1999, p. 1757-1759), sinteza nanocristalelor fotoluminescente de GaN într-un polimer prin descompunere termică a ciclotrigalazinei (Yi Yang et al, « Blue luminescence from amorphous GaN nanoparticles synthesized in situ in a polymer », Appl. Phys. Lett., Vol. 74, No. 16, 1999, p. 2262-2264), creștere filmelor de GaN policristalină pe substrat metalic, cu fotoluminescență la 77K, cu fascicul molecular din surse gazoase utilizând o celulă cu rezonanță electronică ciclotron (Yamada et al, « Strong photoluminescence emission from polycrystalline GaN layers grown on W, Mo, Ta, and Nb metal substrates », Appl. Phys. Lett., Vol. 78, No. 19, 2001, p. 2849-2851), epitaxia din compusi organometalici urmată de tratament termic în N₂ sau H₂, care are drept consecințe formarea picăturilor de Ga la suprafața filmului (S. Yu. Karpov et al, « Gallium droplet formation during MOVPE and thermal annealing of GaN », Materials Science and Engineering B 82, 2001, p. 22-24) , corodarea ionică reactivă (RIE) într-o plasmă de SiCl₄ pentru formarea unor structuri columnare individuale de GaN cu fotoluminescență dependentă de dimensiunile structurilor (F. Demangeot et al, « Optical investigation of micrometer and nanometer-size individual GaN pillars fabricated by reactive ion etching », J. Appl. Phys., Vol. 91, No. 10, 2002, p.6520-6523). O altă metodă de obținere a structurilor de GaN fotoluminescente constă în prepararea unui compozit din nanocristale de GaN într-o matrice de SiO₂ (M. Bouguerra, M.A.Belkhir, D.Chateigner, M.Samah, L.Gerbous, G.Nouet, Blue and yellow luminescence of GaN nanocrystals-doped SiO₂ matrix, Physica E 41(2008) 292–298), cu fotoluminescență în galben și albastru la temperatura camerei.

Dezavantajele metodelor de crestere cu fascicul molecular (MBE), de depunere epitaxiala din compusi organometalici (MOVPE) si din vapori de hidruri constau in duratele mari ale proceselor, utilizarea unor materiale si echipamente costisitoare si obtinerea unor structuri a caror fotoluminescenta este masurabila la temperaturi sub temperatura camerei. Aplicarea unor tratamente termice ulterioare duce la modificarea stoichiometriei prin segregarea galiului la suprafata structurilor (S. Yu. Karpov et al . Materials Science and Engineering B 82, 2001, p. 22-24). Dezavantajul metodei de obtinere a nanocristalelor de GaN in matrice de SiO₂ consta in lipsa unui control riguros al dimensiunilor nanocristalelor.

Problema tehnică pe care prezenta invenție își propune să o rezolve constă în obtinerea prin mijloace mai simple, mai rapide, mai puțin costisitoare, cu reproductibilitate și fiabilitate crescute față de metodele mentionate mai sus, a unor structuri insulare 3D de forma sferică sau piramidala din oxinitrura de galiu respectiv oxinitrura de galiu și nitrura de mangan amorfă, echidistante și cu dimensiuni identice, având o fotoluminescenta individuală în roșu sau albastru în funcție de lungimea de undă a radiației de excitație.

Procedeul de crestere a unor structuri fotoluminescente 3D din filme subțiri de oxinitrura de galiu amorfă, conform invenției, constă în aceea că filme subțiri de 100...250nm de oxinitrura de galiu amorfă GaN cu o concentrație de 15...25 % oxigen depuse prin bombardament ionic sau cu laser pulsant în atmosfera reactivă pe substrat de siliciu și având grosime uniformă sunt tratate termic în atmosfera gazoasă (vapori de apă, azot sau argon) la o presiune de 2.2...3.2 torr urmând un regim termic cu viteză constantă de crestere a temperaturii între 25°C și 700°C cu patru paliere de durată 10..15min și viteză constantă de coborâre a temperaturii între două paliere cu durată de 20...30min și apoi până la temperatura camerei. La al treilea palier de urcare a temperaturii pe întreaga suprafață a filmului se formează insule micrometrice cu geometrie sferică sau piramidala în funcție de materialul filmului (oxinitrura de galiu sau oxinitrura de galiu și nitrura de mangan), cu diametrul/înălțimea proporționale cu grosimea inițială a filmului.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- procedeul este simplu și economic, putând fi aplicat în orice cuptor cu atmosferă controlată
- se obțin structuri 3D cu diametru/înălțime ușor controlabile din grosimea filmului inițial, fiecare insulă producând fotoluminescenta în roșu, respectiv roșu și albastru, la 300K, sub excitație monocromatică în vizibil respectiv UV.
- se realizează structuri echidistante cu dimensiuni uniforme

- structurile sunt rezistente la temperaturi de operare mult superioare temperaturii camerei
- controlul intensitatii fotoluminescentei este usor de realizat prin dimensiunile structurilor 3D

Fig. 1 prezinta un exemplu de structuri fotoluminiscente 3D din GaN:O amorfa, cu insule sferice, iar Fig. 2 un exemplu de structuri fotoluminiscente 3D piramidale din Mn_xN_y intr-o matrice de GaN:O amorfa.

REVEDICĂRI

1. Procedeu de crestere a unor structuri fotoluminescente 3D din filme subtiri de oxinitrura de galiu amorfa **caracterizat prin aceea ca** un film subtire de oxinitrura de galiu amorfa depus prin bombardament ionic sau cu laser pulsant in atmosfera reactiva pe substrat de siliciu si avand grosime uniforma este tratat termic in atmosfera gazoasa (vapori de apa, azot sau argon) la o presiune moderata urmand un regim termic cu viteza constanta de crestere a temperaturii cu patru paliere si viteza constanta de coborare a temperaturii intre doua paliere si apoi pana la temperatura camerei formand insule micrometrice cu geometrie sferica cu diametrul proportional cu grosimea initiala a filmului.
2. Procedeu de crestere a unor structuri fotoluminescente 3D din filme subtiri de oxinitrura de galiu amorfa si nitrura de mangan **caracterizat prin aceea ca** un film subtire de oxinitrura de galiu amorfa dopata cu Mn depus prin bombardament ionic sau cu laser pulsant in atmosfera reactiva pe substrat de siliciu si avand grosime uniforma este tratat termic in atmosfera gazoasa (vapori de apa, azot sau argon) la o presiune moderata urmand un regim termic cu viteza constanta de crestere a temperaturii cu patru paliere si viteza constanta de coborare a temperaturii intre doua paliere si apoi pana la temperatura camerei formand insule micrometrice cu geometrie piramidala cu inaltimea proportionala cu grosimea initiala a filmului.
3. Structuri fotoluminescente 3D in doua culori din filme subtiri de oxinitrura de galiu amorfa si nitrura de mangan **caracterizate prin aceea ca** sunt echidistante pe intreaga suprafata si au geometrie sferica sau piramidala cu diametrul/inaltimea proportionale cu grosimea initiala a filmului.

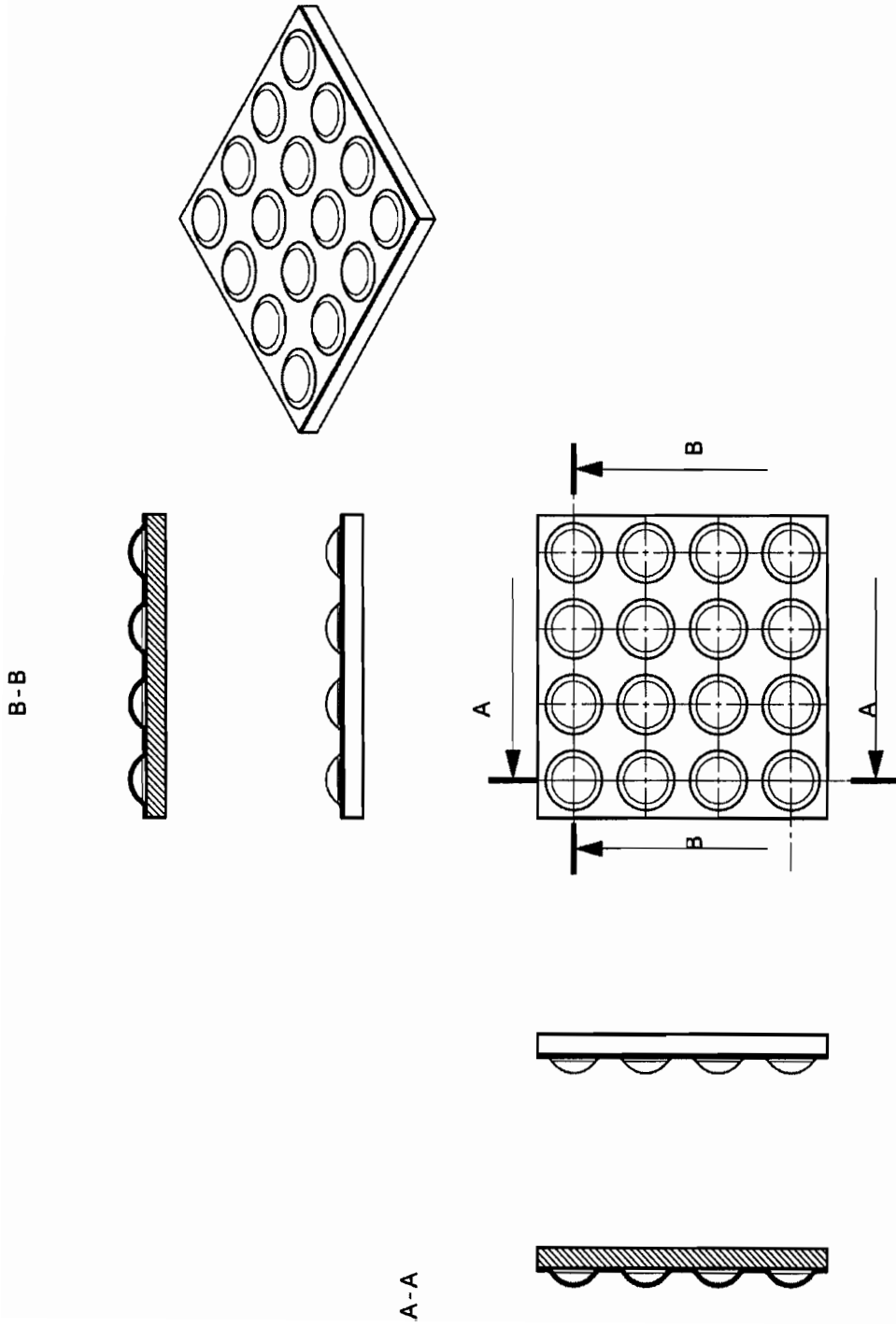


Fig. 1

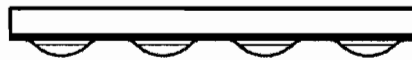
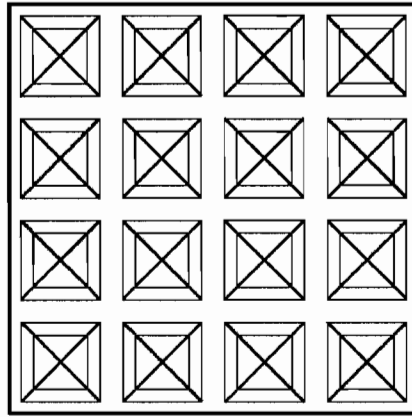
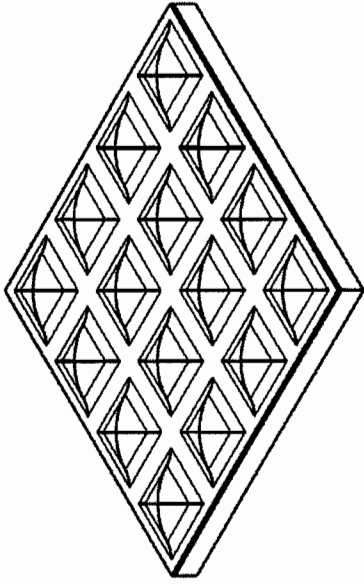


Fig. 2