



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00776**

(22) Data de depozit: **20/10/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **26/02/2021** BOPI nr. **2/2021**

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

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI
RADIĂȚIEI-INFLPR, STR.ATOMIȘTILOR
NR.409, MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **MIU DANA MARIA, STR. PROMETEU
NR. 28-32, BL. 14F, SC. 2, AP. 18,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SIMA CORNELIA, STR. LUICA NR. 23,
BL. M1, SC. 1, AP. 9, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **NICOLAE IONUȚ,
STR. ȘTEFAN NEGULESCU NR.21, AP.2,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **VIESPE CRISTIAN, STR. DORNEASCA
NR.4, BL.P 64, SC.3, AP.86, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **NISTORESCU ION, STR. BUJORILOR
NR. 1, BL. B6, SC. 2, AP. 18, MĂGURELE,
IF, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
EP2671970A1; JP2003306319A

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE DE NANOPARTICULE
MAGNETICE PRIN ABLAȚIE LASER**



1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a nanoparticulelor cu proprietăți mag-
netice pentru dispozitive de stocare de informații cu densitate ultra-înaltă.

3 Creșterea densității informației stocate în dispozitive magnetice implică scăderea
dimensiunilor particulelor magnetice utilizate în astfel de dispozitive. Scăderea continuă a
5 dimensiunilor particulelor conduce la atingerea unei limite de stabilitate termică a magneti-
zării acestora. În aceste condiții, informația stocată în biții de memorie nu mai este stabilă
7 termic. Fluctuațiile termice ale magnetizării la temperatura de lucru conduc la o schimbare
aleatorie a stării de magnetizare a nanoparticulelor și la atingerea limitei superparamagnetice
9 (SPM). Temperatura limită la care apare starea SPM se numește temperatură de blocare,
peste temperatura de blocare nanoparticulele nefiind stabile.

11 Problema actuală este obținerea de nanoparticule cu stabilitate termică până la
temperaturi cât mai mari, utilizabile în dispozitive cu densitate mare de stocare a informației.
13 Pentru a satisface această cerință, nanoparticulele trebuie să aibă dimensiuni cât mai mici,
în condițiile în care temperatura de blocare scade odată cu dimensiunea particulei,
15 făcându-le inutilizabile la temperatură normală de funcționare.

 Sunt cunoscute procedee de obținere de nanoparticule magnetice bazate pe metode
17 chimice. Aceste procedee prezintă dezavantajul că utilizează precursori, ceea ce conduce
la generarea de impurități provenite de la solvenți organici și aditivi.

19 Sunt cunoscute procedee de obținere de nanoparticule magnetice bazate pe metode
fizice, cum ar fi pulverizarea catodică sau ablația laser cu pulsuri de nanosecunde (10^{-9} s).

21 Aceste procedee prezintă o serie de dezavantaje. Procedeele bazate pe pulverizarea
catodică (sputtering) prezintă dezavantajul că necesită un gaz de lucru în care să se producă
23 o descărcare uniformă. În aceste condiții este dificil de controlat reacția în faza gazoasă între
producii de ablație și gazul de lucru, fiind necesare sisteme complicate cu mai multe camere
25 de reacție. Procedeele bazate pe ablația cu laseri pulsați având durata pulsurilor de nano-
secunde conduc la topirea și vaporizarea țintei ablate, ceea ce prezintă dezavantajul pro-
27 ducerii, în afară de nanoparticule, de particule mari ("droplets"), care nu sunt compatibile cu
aplicațiile nanoparticulelor magnetice.

29 Există metode în care ablația cu pulsuri de nanosecunde este combinată cu o
selectare a particulelor care au dimensiuni corespunzătoare pentru dispozitivele de stocare
31 de informații. Aceste metode au însă dezavantajul de a conduce la pierderea unei mari părți
a particulelor ablate, având o rată mică de producere a nanoparticulelor utile.

33 Scopul invenției este de a elabora o metodă de producere de nanoparticule cu
proprietăți magnetice pentru dispozitive de stocare a informației cu densitate ultra-înaltă care
35 să nu genereze particule de dimensiuni mari ("droplets"), și care să producă nanoparticule
cu o morfologie de tip core (miez) din material feromagnetic/ shell (înveliș) din oxidul meta-
37 lului. Aceste nanoparticule au, datorită structurii lor, o stabilitate termică îmbunătățită a pro-
prietăților magnetice.

39 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea de nanoparticule
stabile termic și cu proprietăți magnetice îmbunătățite (care nu își schimbă aleatoriu direcția
41 magnetizării, având o singură direcție stabilă a magnetizării, fapt care le face utilizabile în
memorii magnetice).

43 Procedeu de obținere de nanoparticule magnetice cu stabilitate termică marită, prin
ablație laser, conform invenției, ce utilizează un laser pulsant având durata pulsurilor de ordi-
45 nul picosecundelor, ce constă în vidarea incintei cu ajutorul unei pompe de vid înalt și în ira-
dierea unei ținte metalice dintr-un metal magnetic, Fe, Co, Ni, cu un fascicul provenind de
47 la laserul pulsant care este focalizat cu ajutorul unei lentile, în ablația țintei într-o atmosferă
de gaz nobil He la presiunea de 400Torr, presiunea gazului fiind controlată cu ajutorul unui

sistem format dintr-o pompă de vid preliminar al carei debit este reglat de o valvă cuplată la un controler, și de o valvă de control a fluxului de gaz montată pe o butelie de gaz și controlată de un controler, și în colectarea nanoparticulelor metalice produse prin ablația laser a țintei pe suprafața unui substrat plasat la o distanță de 45mm de țintă, paralel cu aceasta.	1
Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin aceea că produce nanoparticule prin ablație cu laser cu pulsuri ultrascurte, având durata de ordinul picosecundelor (10^{-12} s). Procesul de producere de nanoparticule cu laser cu pulsuri ultrascurte diferă fundamental de procesul în cazul laserilor cu pulsuri de nanosecunde, prin aceea că nu are loc topirea materialului țintei. Astfel, ablația cu laser de picosecunde nu produce “droplets”, ci se generează doar nanoparticule magnetice de dimensiunile cerute în dispozitivele magnetice de stocare de informații.	3
Procedeul înlătură problema instabilității termice a nanoparticulelor de dimensiuni compatibile cu dispozitivele de stocare de informații de densitate ultraînaltă prin aceea că produce nanoparticule metalice care sunt oxidate parțial la suprafață pentru a forma un oxid, având morfologia miez/înveliș (core/shell). În cazul nanoparticulelor cu această structură există o interacție între materialul feromagnetic al miezului și materialul antiferomagnetic sau ferimagnetic al oxidului, interacție care stabilizează termic magnetizarea nanoparticulei la temperatura camerei.	5
Procedeul, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:	7
- utilizarea unui laser cu pulsuri ultrascurte conduce la un proces de ablație ultra rapid, fără efecte termice colaterale, rezultând o nanopulbere fină caracterizată prin dimensiuni mici ale nanoparticulelor și cu o împrăștiere mică a dimensiunilor;	9
- producerea de nanoparticule formate dintr-un miez metalic și un înveliș din oxidul metalului conduce la stabilizarea termică a magnetizării nanoparticulei;	11
- nanoparticulele produse prin procedeul expus pot fi asamblate în nanocompozite pentru memorii magnetice.	13
Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a procedurii de obținere de nanoparticule magnetice prin ablație laser, conform invenției, în legătură cu fig. 1...3, care reprezintă:	15
- fig. 1, schema dispozitivului experimental de obținere de nanoparticule magnetice având structura core/shell prin ablație laser cu pulsuri laser de ps;	17
- fig. 2, curba de histerezis a nanoparticulelor magnetice obținute prin metoda descrisă, curbă obținută la temperatura camerei (300 K) și un camp de bias de 3 kOe. Este reprezentat momentul magnetic m în emu în funcție de câmpul magnetic H în Oe.	19
- fig. 3, curba distribuției după dimensiuni a nanoparticulelor magnetice obținute prin metoda descrisă, în cazul ablației într-o atmosferă de He la 400 Torr, și oxidarea post - depunere în oxigen introdus în incinta de iradiere cu fluxul de 1 slm până la presiune atmosferică.	21
Procedeul, conform invenției, constă în:	23
Iradierea unei ținte din metal feromagnetic 5 (fig. 1) cu un fascicul 2 provenit de la un laser ultrarapid 1 , care funcționează în pulsuri de picosecunde, ținta fiind plasată într-o incintă cu atmosfera controlată 4 . Fasciculul laser este focalizat pe țintă utilizând o lentilă 3 pentru a atinge densitatea de energie necesară ablației materialului acesteia, formându-se o plasmă de ablație laser 7 . Ținta este deplasată în timpul iradierii pentru menținerea morfologiei corespunzătoare prin evitarea săpării materialului cu ajutorul unui sistem controlat de calculator 8 . Ablația țintei se face în prezența unui gaz inert provenit de la o butelie 15 , iar nanoparticulele produse sunt colectate la o distanță de țintă pe un filtru sau pe suprafața unui substrat nedepus sau depus în prealabil cu un strat subțire 6 . Nanoparticulele obținute prin ablație sunt colectate și se oxidează parțial în prezența oxigenului, într-un strat superficial, astfel încât nanoparticulele să capete structura miez-înveliș, cu miezul format din metal feromagnetic și învelișul format din oxidul metalului respectiv.	25

RO 131206 B1

Referitor la fig. 1, procedeul de obținere de nanoparticule magnetice prin ablație laser presupune următoarele etape:	1
- se iradiază o țintă metalică (Fe, Co, Ni) 5 dintr-un metal magnetic cu un fascicul 2 laser pulsant care este focalizat cu ajutorul unei lentile 3 ;	3
- laserul 1 are o durată a pulsurilor de ps, o putere de 5 W și funcționează cu o rată de repetiție a pulsurilor de 500 kHz;	5
- ablația se produce într-o atmosferă de gaz nobil (He) la presiunea de 400 Torr;	7
- presiunea gazului este controlată cu ajutorul unui sistem format dintr-o pompă de vid preliminar 12 al cărei debit este reglat de o valvă 10 cuplată la un controller 11 , și de o valvă de control a fluxului de gaz 13 montată pe butelia de gaz 15 și controlată de un controler 14 . Prealabil ablației țintei, incinta este vidată cu ajutorul unei pompe de vid înalt 9 .	9
Nanoparticulele produse prin ablația laser a țintei sunt colectate pe un filtru sau pe suprafața unui substrat sau a unui substrat având un strat subțire depus pe suprafața 6 , care este plasat la o distanță de 45 mm de țintă, paralel cu aceasta.	11
După depunerea nanoparticulelor, acestea sunt expuse, în aceeași incintă de iradiere în care s-a produs ablația, la un flux de oxigen de 1 slm, pe durata fluxului formându-se la suprafața nanoparticulelor sferice un strat subțire de oxid care, prin interacția magnetică cu miezul metalic al nanoparticulelor, stabilizează magnetizarea nanoparticulelor cu structura miez-înveliș (core-shell). Fluxul de oxigen necesar este reglat cu ajutorul unei valve de control a fluxului de gaz 13 montată pe butelia de oxigen 16 și controlată de un controler 14 .	13
	15
	17
	19

1. Procedeu de obținere de nanoparticule magnetice cu stabilitate termică mărită, prin ablație laser ce utilizează un laser (1) pulsant având durată pulsurilor de ordinul picosecundelor, ce constă în vidarea incintei (4) cu ajutorul unei pompe (12) de vid înalt, **caracterizat prin aceea că**, mai constă în:
 - iradierea unei ținte (5) metalice dintr-un metal magnetic, Fe, Co, Ni, cu un fascicul (2) provenind de la laserul (1) pulsant care este focalizat cu ajutorul unei lentile (3);
 - ablația țintei (5) într-o atmosferă de gaz nobil He la presiunea de 400Torr, presiunea gazului fiind controlată cu ajutorul unui sistem format dintr-o pompă (12) de vid preliminar al cărei debit este reglat de o valvă (10) cuplată la un controler (11), și de o valvă (13) de control a fluxului de gaz montată pe o butelie (15) de gaz și controlată de un controler (14);
 - colectarea nanoparticulelor metalice produse prin ablația laser a țintei (5) pe suprafața unui substrat (6) plasat la o distanță de 45mm de țintă (5), paralel cu aceasta.
2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, în vederea stabilizării magnetizării nanoparticulelor magnetice rezultate mai constă în expunerea nanoparticulelor metalice depuse pe suprafața substratului (6) la un flux de oxigen de 1 slm în interiorul incintei (4) de iradiere, fluxul de oxigen fiind reglat cu ajutorul unei valve (13) de control montată pe o butelie (16) de oxigen și controlată de controler (14).

(51) Int.Cl.

B01J 19/08 (2006.01),

B82Y 30/00 (2011.01)

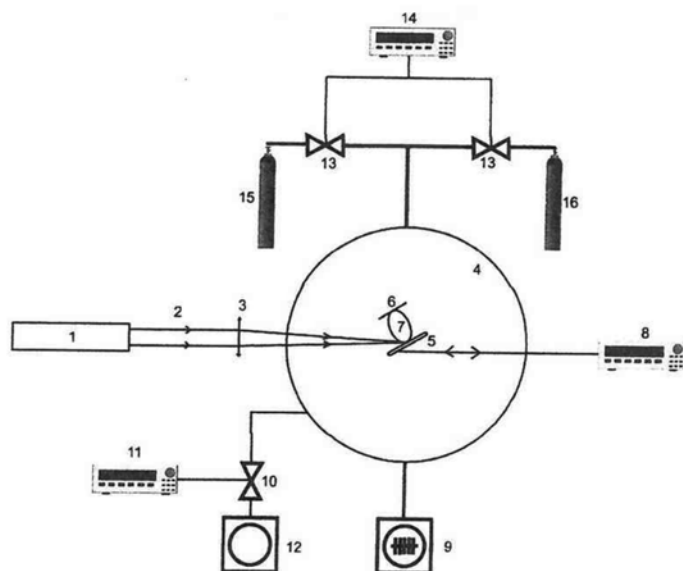


Fig. 1

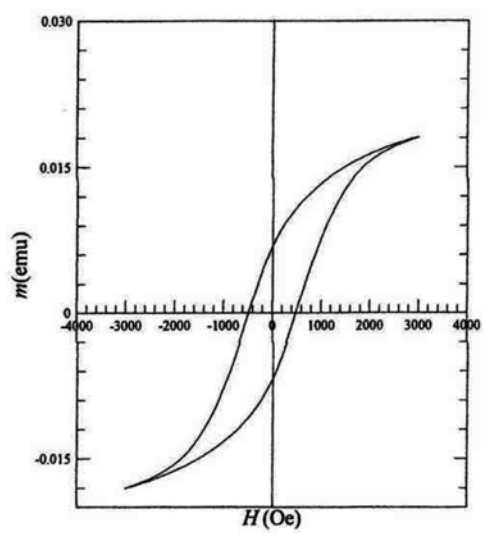


Fig. 2

(51) Int.Cl.

B01J 19/08 (2006.01);

B82Y 30/00 (2011.01)

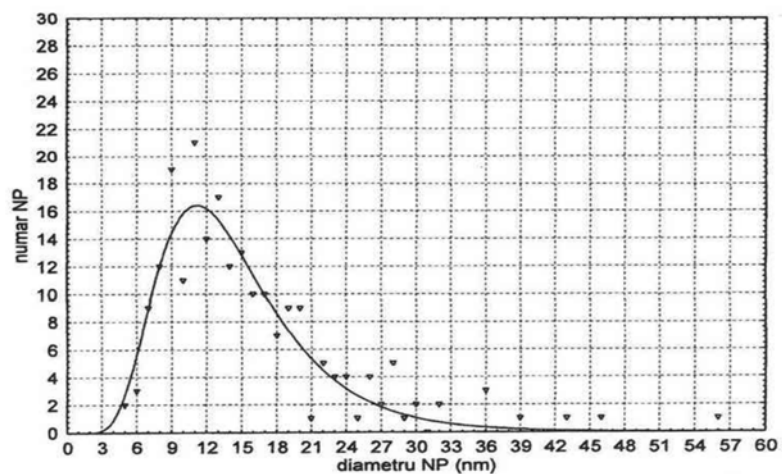


Fig. 3



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 70/2021