



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00979

(22) Data de depozit: 29.09.2011

(41) Data publicării cererii:
30.05.2013 BOPI nr. 5/2013

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

(72) Inventatori:
• PĂTROI DELIA, STR. VATRA DORNEI
NR. 11, BL. 18B+C, SC. 2, ET. 1, AP. 49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• PĂTROI EROS ALEXANDRU,
STR. VATRA DORNEI NR. 11, BL. 18B+C,
SC. 2, ET. 1, AP. 49, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;

• DIONEZIE BOJIN, ALEEA OBCINA MICĂ
NR.3, BL.Z29, ET.3, SC.1, AP.21,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• CODESCU MIRELA MARIA,
CALEA 13 SEPTEMBRIE NR.65-69,
BL.65-67, SC.2, ET.8, AP.69, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;
• GOLDNER CONSTANTINESCU
CĂTĂLIN-DANIEL, BD. DECEBAL NR. 17,
BL. S16, SC. 3, AP. 63, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) METODĂ DE OBȚINERE A STRATURILOR MAGNETICE,
SUBȚIRI, DE TIPUL AINiCo

(57) Rezumat:

Invenția se referă la două metode de obținere a materialelor magnetice sub formă de straturi subțiri sau filme subțiri, pe bază de AINiCo, cu aplicații în sistemele microelectromecanice, cum sunt senzorii de câmp magnetic, senzorii de acțuație, dispozitivele de acțuație și altele asemenea. Metoda 1, conform invenției, pentru depunere prin ablație laser pulsată, constă în obținerea unei piese țintă, rotundă, cu diametrul de 20...50 mm, din AINiCo, cu compoziție prestabilă, prin metoda clasică, care este supusă procesului de smulgere a clusterilor de material, prin ablație laser pulsată, proba fiind supusă unui tratament termic în trei etape succesive, la temperaturi de 600, 800 și 800°C, timp de

o oră. Metoda 2, conform invenției, pentru depunerea prin pulverizare, constă în obținerea unei piese țintă, rotundă, realizată din pulberi de AINiCo, având diametrul cuprins între 20 și 50 mm, cu respectarea compoziției finale și cu dispersie granulometrică care să respecte o distribuție gaussiană, piesa fiind supusă apoi evaporării și pulverizării vaporilor, iar pentru a se obține o structură cristalină a filmelor subțiri depuse, acestea sunt supuse unui tratament termic în vid, la o temperatură de 600°C, timp de o oră.

Revendicări: 2
Figuri: 5



Metode de obținere a straturilor magnetice subțiri de tipul AlNiCo

Invenția se referă la metode de obținere a materialelor magnetice sub formă de straturi subțiri pe bază de AlNiCo cu aplicații în sistemele micro-electro-mecanice (senzori de câmp magnetic, senzori de acțuație, dispozitive acțuație etc)

Se cunosc metode de obținere a materialelor magnetice sub forma de straturi subtiri prin depunere fizică din vapori (PVD). Acesta este un proces de depunere la nivel atomic, în care materialul este vaporizat din stare solidă sau lichidă în formă gazoasă, transportat sub formă de vapori în vid sau cu ajutorul unui gaz la presiune mică (sau plasmă) la un substrat pe care condensează. Procesul PVD este folosit pentru a depune straturi subțiri cu grosimea de la câțiva nanometri până la mii de nanometri; mai poate fi folosit și la depunerea mai multor straturi, straturi foarte groase și cu structuri liber alese. Substratul poate avea diferite mărimi de la foarte mici până la foarte mari iar forma poate varia de la plană până la o geometrie complexă. Procesul de depunere fizică din vapori are o viteză de depunere de 10-100 Å (1-10 nm) pe secundă.

Dezavantajele metodelor cunoscute sunt urmatoarele:

- nu asigură reproductibilitatea;
- nu asigură compoziția stoechiometrică .

Problema pe care o rezolvă invenția constă în folosirea a unor metode de obținere a materialelor magnetice sub formă de straturi subțiri pe bază de AlNiCo care este un tip de magnet permanent în straturi subțiri, fără pământuri rare cu stabilitate chimică și rezistență la coroziune și cu costuri scăzute de fabricație.

Metodele de obținere a materialelor magnetice sub formă de straturi subțiri pe bază de AlNiCo, filme subțiri, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că metoda nr.1 pentru depunere prin ablație laser pulsată, pentru obținere țintă (piesa) prin metodă clasică cu compoziția aleasa care este supusă procesului de smulgere a clusterilor de material prin ablație laser pulsată, prin aceea ca, proba este supusă unui tratament termic in trei etape succesive la temperatura de 600°C, 800°C, 900°C, pentru o oră; metoda nr.2 pentru depunerea prin pulverizare, prin care ținta este obținută din pulberi cu respectarea compoziției finale și cu dispersie granulometrică care să respecte o dispersie

29-09-2011

gausiana, și apoi supusă evaporării de vapori prin pulverizare, prin aceea că ținta este supusă unui tratament termic în vid, în doi pași, la temperatura de 600°C timp de o oră.

Avantajele invenției sunt următoarele:

- aceste metode asigură reproductibilitatea tintelor (probelor) în 95 % din cazuri și a compoziția stoechiometrică în 85% din cazuri.
- asigură proprietățile magnetice impuse
- costuri de fabricație scăzute;
- asigură omogenitate structurală

Se dau în continuare două exemple de realizare ale invenției, în legătura cu fig1...5, care reprezintă;

Fig 1. Dependența temperaturii în timp pentru metoda nr.1

Fig. 2. Detaliu al dependenței temperaturii în timp pentru metoda nr.1

Fig3. Metoda nr. 2 cu pasul 1 și pasul 2

Fig. 4. Pasul 1 al metodei nr. 2

Fig. 5. Pasul 2 al metodei nr. 2

Metoda nr. 1 pentru depunere prin ablație laser pulsată:

În scopul preparării experimentale a unor filme pe bază de aliaje de tip Alnico, este realizată o țintă (piesă) rotundă din material Alnico, cu un diametru de 20-50 mm. Ținta este procesată prin topire în cuptorul cu inducție în aer, pornind de la materii prime sub formă de elemente, fapt impus de necesitatea de a obține o compoziție chimică cât mai apropiată de cea a aliajelor comerciale. Șarja dozată din elementele constitutive, conform recepturii pentru aliajul Alnico, este elaborată și apoi turnată într-o formă în nisip peliculizat cu rășină, formă cu configurația aproximativă a piesei (țintei) finale. Turnarea trebuie să fie urmată de o răcire rapidă (cu viteza de cca. 200°C/min), astfel încât să nu apară fenomene de segregare a constituenților. Ținta este folosită pentru depuneri fizice din fază de vapori prin metoda ablației cu pulsație laser. După obținere proba este supusă unui tratament termic după cum urmează:

Pentru a se obține o structură cristalină în filmele subțiri similare cu materialul *bulk* pe bază de Alnico, filmele sau straturile subțiri depuse au fost tratate termic în vid, tratament urmat de trei etape succesive la temperatura de 600°C, 800°C, 900°C, pentru o oră, în scopul evaluării atât a modificărilor structurale, cât și magnetice survenite în sistemul limitat din punct de vedere structural. Parametrii specifici pentru fiecare etapă a revenirii sunt prezentate mai jos:

Etapa nr. 1. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea obținute pe substraturi ceramice și de Si

Panta	5°C/min	1.5°C/min	Răcire lentă la
--------------	---------	-----------	-----------------

Punct de pornire	500 °C	600 °C	temperatura camerei
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		3·10 ⁻⁵ mbar	

Etapa nr. 2. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea **supuse inițial etapei nr.1**

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Punct de pornire	600 °C	800 °C	
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		2.5 10 ⁻⁵ mbar	

Etapa nr. 3. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea obținute pe substrat ceramic, **anterior supuse etape nr. 2.**

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Punct de pornire	800°C	900°C	
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		2·10 ⁻⁵ mbar	

- In concluzie, Metoda nr.1 pentru depunere prin ablație laser pulsată consta in:
- obținere țintă prin metodă clasică cu compoziția dorită care este supusă procesului de smulgere a clusterilor de material prin ablație laser pulsată;
- supunerea stratului termic obținut la tratamentul termic precizat prin cele 3 etape.

Metoda nr.2 pentru depunerea prin pulverizare:

În scopul preparării experimentale a unor filme pe bază de aliaje de tip Alnico, este realizată o țintă (piesa) rotundă din material Alnico, cu un diametru de 20-50 mm. Ținta este procesată prin presare și sinterizare de pulberi cu o distribuție granulometrică stabilită anterior pentru a avea o dispersie gaussiană. Probele sunt supuse apoi următorului tratament:

Pentru a se obține o structură cristalină în filmele subțiri similare cu materialul *bulk* pe bază de Alnico, filmele depuse au fost tratate termic în vid, la temperatura de 600°C timp de o oră, în scopul evaluării atât a modificărilor structurale, cât și magnetice survenite în sistemul limitat din punct de vedere dimensional. Probele, depuse pe, au fost supuse acestui tratament după cum urmează:

Pasul 1

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la
--------------	----------	---------	-----------------

29-09-2011

Temperatura	530°C	600°C	temperatura camerei
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		$5,4 \cdot 10^{-6}$ torr	

Pasul 2

Panta	50°C/min	Răcire rapidă la temperatura camerei
Temperatura	800°C	
Timp de menținere	15'	
Nivel vid	$1,5 \cdot 10^{-5}$ mbar	

În concluzie, Metoda nr. 2 pentru depunerea prin pulverizare consta în:

- ținta este obținută din pulberi cu respectarea compoziției finale și cu dispersie granulometrică care să respecte o dispersie gaussiană, și apoi supusă evaporării de vapori prin pulverizare, urmat de Metoda nr.2 (de tratament termic) în doi pași.

Revendicări

1. Metode de obținere a straturilor magnetice subțiri de tipul AlNiCo, metoda nr.1 pentru depunere prin ablație laser pulsată, prin obținere țintă (piesa) prin metodă clasică cu compoziția aleasă care este supusă procesului de smulgere a clusterilor de material prin ablație laser pulsată, **caracterizat prin aceea că**, stratul subțire sau filmul subțire este supus unui tratament termic în trei etape succesive la temperatura de 600°C, 800°C, 900°C, pentru o oră; parametrii specifici pentru fiecare etapă a revenirii sunt :

Etapa nr. 1. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea obținute pe substraturi ceramice și de Si

Panta	5°C/min	1.5°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Punct de pornire	500 °C	600 °C	
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		3·10 ⁻⁵ mbar	

Etapa nr. 2. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea **supuse inițial etapei nr.1**

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Punct de pornire	600 °C	800 °C	
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		2.5 10 ⁻⁵ mbar	

Etapa nr. 3. Straturile subțiri supuse acestei reveniri au fost acelea obținute pe substrat ceramic, **anterior supuse etape nr. 2.**

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Punct de pornire	800°C	900°C	
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		2·10 ⁻⁵ mbar	

2 – Metode de obținere a straturilor magnetice subțiri de tipul AlNiCo, metoda nr.2 pentru depunerea prin pulverizare, prin care ținta este obținută din pulberi cu respectarea compoziției finale și cu dispersie granulometrică care să respecte o dispersie gaussiană, și apoi supusă evaporării de vapori prin pulverizare, **caracterizat prin aceea că**,

ținta este supusă unui tratament termic în vid, la temperatura de 600°C timp de o oră, după cum urmează:

Pasul 1

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la
-------	----------	---------	-----------------

29-09-2011

Temperatura	530 °C	600 °C	temperatura camerei
Timp de menținere	15'	60'	
Nivel vid		$5,4 \cdot 10^{-6}$ torr	

Pasul 2

Panta	50°C/min	Răcire rapidă la temperatura camerei
Temperatura	800 °C	
Timp de menținere	15'	
Nivel vid	$1,5 \cdot 10^{-5}$ mbar	

29-09-2011

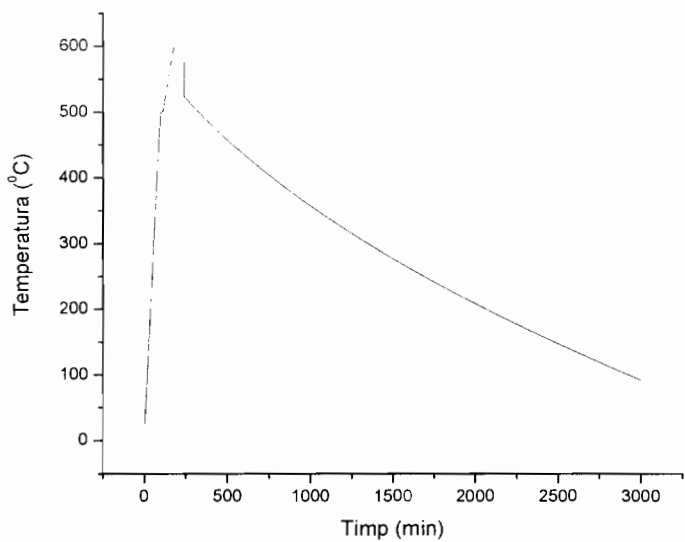


Fig 1

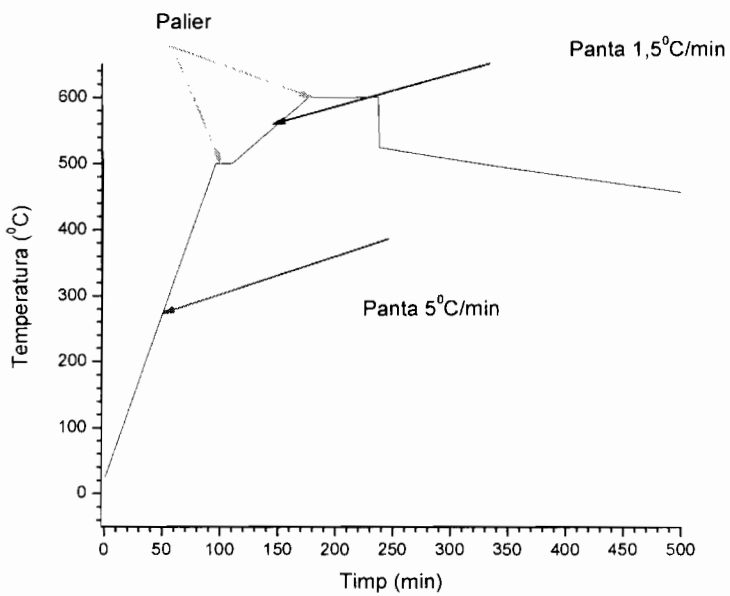


Fig 2

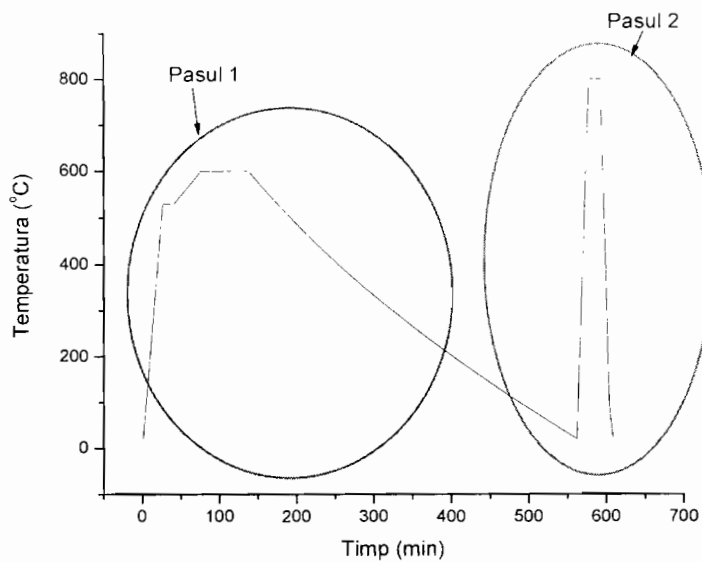


Fig 3

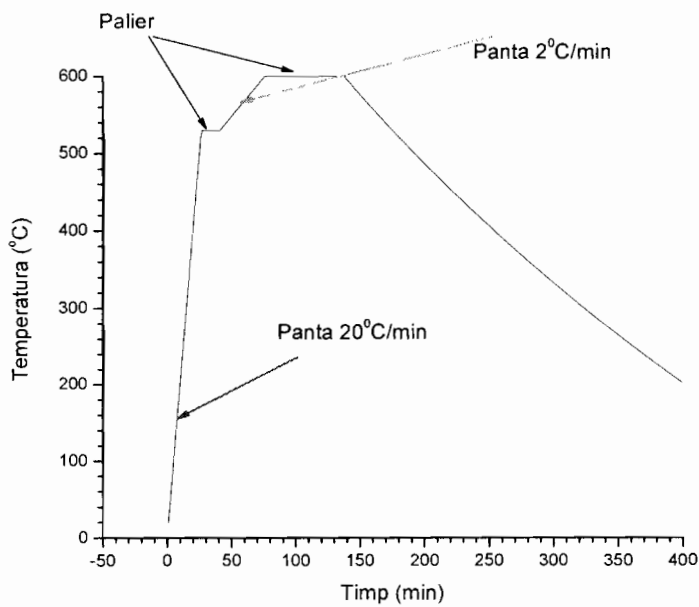


fig 4

Handwritten mark

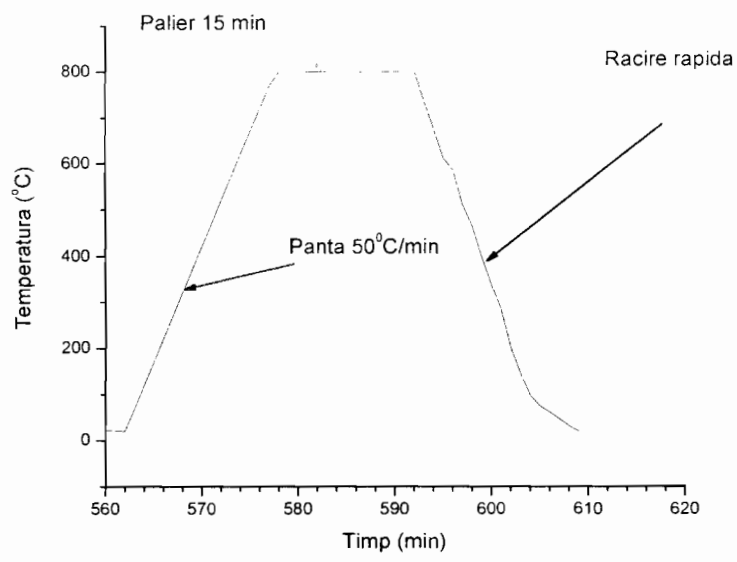


Fig 5