



(11) **RO 128389 B1**

(51) **Int.Cl.**

C23C 14/06 (2006.01),

H01F 10/14 (2006.01),

C22C 21/00 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00979**

(22) Data de depozit: **29.09.2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.09.2015** BOPI nr. **9/2015**

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

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

• **DIONEZIE BOJIN, ALEEA OBCINA MICĂ
NR.3, BL.Z 29, SC.1, ET.3, AP.21,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **CODESCU MIRELA MARIA,
CALEA 13 SEPTEMBRIE NR.65-69, SC.2,
ET.8, AP.69, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **GOLDNER-CONSTANTINESCU
CĂTĂLIN-DANIEL, BD.DECEBAL NR.17,
BL.S 16, SC.3, AP.63, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**DE 102006038546 A1; WO 9504362 A1;
TETSUO KATO, "THE INFLUENCE OF
AGING TREATMENT ON DILATATION
IN ALNICO 5", VOL.3, PP. 105-110,
TRANS. JIM, 1962**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI STRAT MAGNETIC
SUBȚIRE DE TIP AlNiCo**



RO 128389 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor materiale magnetice sub formă
de straturi subțiri pe bază de aliaj AlNiCo, cu aplicații în sistemele micro-electro-mecanice
3 (senzori de câmp magnetic, senzori de acțuație, dispozitive acțuație etc.).

5 Se cunosc metode de obținere a materialelor magnetice sub formă de straturi subțiri
prin depunere fizică din vapori (PVD). Acesta este un proces de depunere la nivel atomic,
7 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
9 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
11 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
13 complexă. Procesul de depunere fizică din vapori are o viteză de depunere de 10...100 Å
(1...10 nm) pe secundă.

15 Documentul **DE 102006038546 (A1)** prezintă un procedeu de producere a unei benzi
magnetice din material magnetic cu Al, Ni, Co, prin depunere în vid din stare de vapori și tratare
17 cu radiație laser, iar documentul **WO 9504362 A1** prezintă un procedeu de fabricare a unui
magnet din aliaj AlNiCo, prin sinterizare în câmp magnetic, urmată de un tratament termic
19 de îmbătrânire de minimum o oră, în intervalul termic de 500...700°C. De asemenea, în articolul:
“The Influence of Aging Treatment on Dilatation in Alnico 5”, autor: **Tetsuo Kato, (Trans. JIM, Vol. 3, 1962, pp. 105-110)**, se prezintă informații privind utilizarea tratamentului de
21 îmbătrânire a unui aliaj AlNiCo, la paliere termice de 600° și peste 750°C, (p. 110).

23 Dezavantajele metodelor cunoscute sunt următoarele:

- 25 - nu asigură reproductibilitatea;
- 27 - nu asigură compoziția stoichiometrică.

29 Problema pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui strat magnetic subțire
de tip AlNiCo pe suprafața unei piese, prin depunere din stare de vapori rezultați prin acțiunea
31 energetică de încălzire a unei ținte tip piesă din AlNiCo, fără pământuri rare, cu rezistență
chimică și mecanică, și cu preț de cost scăzut.

33 Procedeul conform invenției permite obținerea unui strat magnetic subțire de tip AlNiCo,
depus din stare de vapori rezultați prin acțiunea energetică de încălzire a unei ținte tip piesă
35 din AlNiCo și apoi tratate termic la peste 500°C, după care stratul subțire de depunere rezultat
este tratat termic în 2-3 etape de revenire, constând în:

37 a) revenire cu 5...20°C/min până la 500...530°C, menținere 15', reîncălzire cu
1,5...2°C/min până la 600°C, menținere 60', la un nivel de vid de 3×10^{-5} ... $5,4 \times 10^{-6}$ și apoi răcire
lentă la temperatura camerei;

39 b) revenire până la 800°C, cu menținere, la un nivel de vid de $1,5 \times 10^{-5}$ și apoi răcire
la temperatura camerei; continuate, după caz, în funcție de structura fizică a țintei, cu o etapă
finală;

41 c) încălzire cu 20°C/min până la 800°C, menținere 15', apoi încălzire cu 2°C/min până
la 900°C, menținere 60', la un nivel de vid de 2×10^{-5} și răcire lentă la temperatura camerei.

43 Într-un exemplu mai particular de realizare, de depunere prin ablație laser pulsată,
se obține o țintă (piesa) prin metodă clasică, cu compoziția aleasă, care este supusă procesului
45 de smulgere a clusterilor de material prin ablație laser pulsată. Proba de strat subțire rezultată
este supusă unui tratament termic în trei etape succesive la temperatura de 600°C, 800°C,
900°C, pentru o oră. În alt exemplu particular de realizare, pentru depunerea prin pulverizare
47 folosind o țintă obținută din pulberi ce respectă compoziția finală și cu o dispersie
granulometrică respectând o dispersie gaussiană, ținta este supusă evaporării prin pulverizare,
iar apoi stratul subțire obținut este supus unui tratament termic în vid, în doi pași, la temperatura
49 de 600°C, timp de o oră.

RO 128389 B1

Avantajele invenției sunt următoarele:	1
- procedeul asigură reproductibilitatea țintelor (probelor) în 95% din cazuri și a compoziției stoichiometrice în 85% din cazuri;	3
- asigură proprietățile magnetice impuse și costuri de fabricație scăzute;	
- asigură omogenitate structurală.	5
Invenția este prezentată pe larg în continuare prin două exemple de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...5, care reprezintă:	7
- fig. 1, diagrama dependenței temperaturii în timp pentru metoda nr. 1;	
- fig. 2, detaliu al dependenței temperaturii în timp pentru metoda nr. 1;	9
- fig. 3, metoda nr. 2 cu pasul 1 și pasul 2;	
- fig. 4, pasul 1 al metodei nr. 2;	11
- fig. 5, pasul 2 al metodei nr. 2.	
Procedeu de obținere a unui strat magnetic subțire de tip AlNiCo, depus din stare de vapori rezultați prin acțiunea energetică de încălzire a unei ținte tip piesă din AlNiCo și apoi tratate termic la peste 500°C, se caracterizează prin faptul că stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în 2-3 etape de revenire, constând în:	13
a) revenire cu 5...20°C/min până la 500...530°C, menținere 15', reîncălzire cu 1,5-2°C/min până la 600°C, menținere 60', la un nivel de vid de 3×10^{-5} ... $5,4 \times 10^{-6}$ și apoi răcire lentă la temperatura camerei;	17
b) revenire până la 800°C, cu menținere, la un nivel de vid de $1,5 \times 10^{-5}$ și apoi răcire la temperatura camerei; continuate, după caz, în funcție de structura fizică a ținte, cu o etapă finală;	19
c) încălzire cu 20°C/min până la 800°C, menținere 15', apoi încălzire cu 2°C/min până la 900°C, menținere 60', la un nivel de vid de 2×10^{-5} și răcire lentă la temperatura camerei.	21
În cazul unei depuneri realizate prin utilizarea unei ținte obținută prin turnare, supusă procesului de desprindere de clusteri prin ablație laser pulsată, stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în următoarele etape:	23
a) revenire cu 5°C/min până la 500°C, menținere 15', apoi încălzire cu 1,5°C/min până la 600°C, menținere 60', la un nivel de vid de 3×10^{-5} și răcire lentă la temperatura camerei;	25
b) încălzire cu 20°C/min până la 600°C, menținere 15', apoi încălzire cu 2°C/min până la 800°C, menținere 60', la un nivel de vid de $2,5 \times 10^{-5}$ și răcire lentă la temperatura camerei;	27
c) încălzire cu 20°C/min până la 800°C, menținere 15', apoi cu 2°C/min până la 900°C, menținere 60', la 2×10^{-5} , răcire lentă la temperatura camerei.	29
În cazul unei depuneri realizate prin utilizarea unei ținte obținută din pulberi cu dispersie granulometrică de tip gaussian, prin pulverizare, stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în următoarele etape:	31
a) revenire cu 20°C/min până la 530°C, menținere 15', apoi cu 2°C/min până la 600°C, menținere 60', la $5,4 \times 10^{-6}$, răcire lentă la temperatura camerei;	33
b) revenire cu 50°C/min până la 800°C, menținere 15', la $1,5 \times 10^{-5}$, răcire rapidă la temperatura camerei.	35
Se prezintă în continuare pe larg cele două exemple de realizare.	37
Exemplul 1 , pentru depunerea prin ablație laser pulsată.	39
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	41

RO 128389 B1

1 cu configurația aproximativă a piesei (țintei) finale. Turnarea trebuie să fie urmată de o răcire
rapidă (cu viteza de circa 200°C/min), astfel încât să nu apară fenomene de segregare a
3 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:

5 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
7 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 a celor magnetice, survenite în sistemul limitat
9 din punct de vedere structural. Parametrii specifici pentru fiecare etapă a revenirii sunt
prezentate mai jos:

11 Etapa nr. 1. Straturile subțiri supuse acestei revenirii au fost acelea obținute pe sub-
straturi ceramice și de Si.

13

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 mbari	

15

17

19 Etapa nr. 2. Straturile subțiri supuse acestei revenirii au fost acelea supuse inițial etapei
nr. 1.

21

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 mbari	

23

25

27 Etapa nr. 3. Straturile subțiri supuse acestei revenirii au fost acelea obținute pe substrat
ceramic, anterior supuse etapei nr. 2.

29

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 mbari	

31

33

35 În concluzie, în exemplul 1, pentru depunere prin ablație laser pulsată, procedeul
constă în:

37 - obținerea țintei prin metodă clasică cu compoziția dorită, care este supusă procesului
de smulgere a clusterilor de material prin ablație laser pulsată;

39 - supunerea stratului termic obținut la tratamentul termic precizat prin cele 3 etape.

Exemplul 2, pentru depunerea prin pulverizare.

41 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
43 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:

RO 128389 B1

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 au fost supuse acestui tratament, după cum urmează:

Pasul 1

Panta	20°C/min	2°C/min	Răcire lentă la temperatura camerei
Temperatura	530°C	600°C	
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	$1,5 \cdot 10^{-5}$ mbari	

În concluzie, în exemplul 2, pentru depunerea prin pulverizare, procedeul constă în:

- obținerea țintei din pulberi cu respectarea compoziției finale și cu dispersie granulometrică care să respecte o dispersie gaussiană, și apoi supusă evaporării de vapori prin pulverizare, urmată de tratament termic în doi pași.

RO 128389 B1

Revendicări

1
3
5
7
9
11
13
15
17
19
21
23
25
27
29
31

1. Procedeu de obținere a unui strat magnetic subțire de tip AlNiCo, depus din stare de vapori rezultați prin acțiunea energetică de încălzire a unei ținte tip piesă din AlNiCo și apoi tratate termic la peste 500°C, **caracterizat prin aceea că** stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în 2-3 etape de revenire, constând în:

a) revenire cu 5...20°C/min până la 500...530°C, menținere 15', reîncălzire cu 1,5...2°C/min până la 600°C, menținere 60', la un nivel de vid de 3×10^{-5} ... $5,4 \times 10^{-6}$ și apoi răcire lentă la temperatura camerei;

b) revenire până la 800°C cu menținere, la un nivel de vid de $1,5 \times 10^{-5}$ și apoi răcire la temperatura camerei; continuate după caz, în funcție de structura fizică a ținteii, cu o etapă finală;

c) încălzire cu 20°C/min până la 800°C, menținere 15', apoi încălzire cu 2°C/min până la 900°C, menținere 60', la un nivel de vid de 2×10^{-5} și răcire lentă la temperatura camerei.

2. Procedeu de obținere a unui strat magnetic, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, în cazul unei depuneri realizate prin utilizarea unei ținte obținută prin turnare, supusă procesului de desprindere de clusteri prin ablație laser pulsată, stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în următoarele etape:

a) revenire cu 5°C/min până la 500°C, menținere 15', apoi încălzire cu 1,5°C/min până la 600°C, menținere 60', la un nivel de vid de 3×10^{-5} și răcire lentă la temperatura camerei;

b) încălzire cu 20°C/min până la 600°C, menținere 15', apoi încălzire cu 2°C/min până la 800°C, menținere 60', la un nivel de vid de $2,5 \times 10^{-5}$ și răcire lentă la temperatura camerei;

c) încălzire cu 20°C/min până la 800°C, menținere 15', apoi cu 2°C/min până la 900°C, menținere 60', la 2×10^{-5} , răcire lentă la temperatura camerei.

3. Procedeu de obținere a unui strat magnetic, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, în cazul unei depuneri realizate prin utilizarea unei ținte obținută din pulberi cu dispersie granulometrică de tip gaussian, prin pulverizare, stratul subțire de depunere rezultat este tratat termic în următoarele etape:

a) revenire cu 20°C/min până la 530°C, menținere 15', apoi cu 2°C/min până la 600°C, menținere 60', la $5,4 \times 10^{-6}$, răcire lentă la temperatura camerei;

b) revenire cu 50°C/min până la 800°C, menținere 15', la $1,5 \times 10^{-5}$, răcire rapidă la temperatura camerei.

(51) Int.Cl.

C23C 14/06 (2006.01);

H01F 10/14 (2006.01);

C22C 21/00 (2006.01)

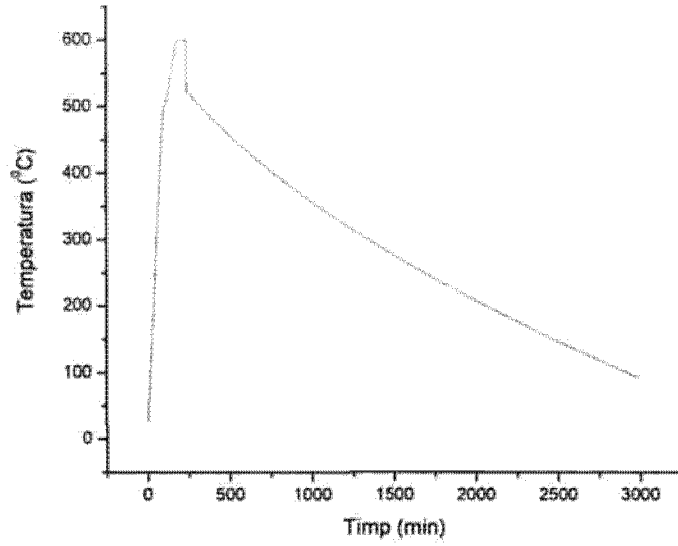


Fig. 1

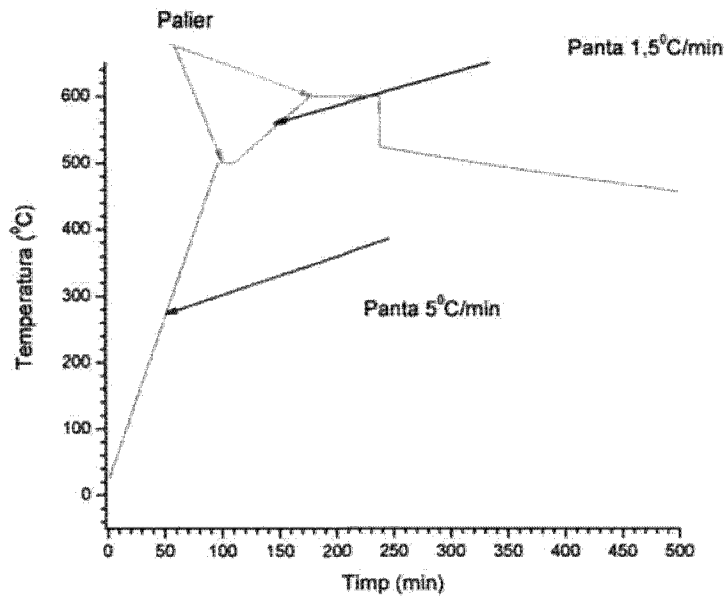


Fig. 2

(51) Int.Cl.

C23C 14/06 (2006.01);

H01F 10/14 (2006.01);

C22C 21/00 (2006.01)

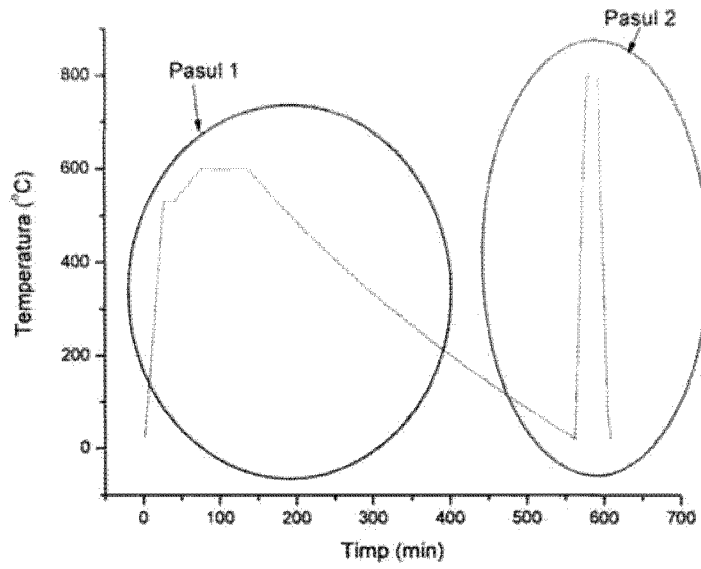


Fig. 3

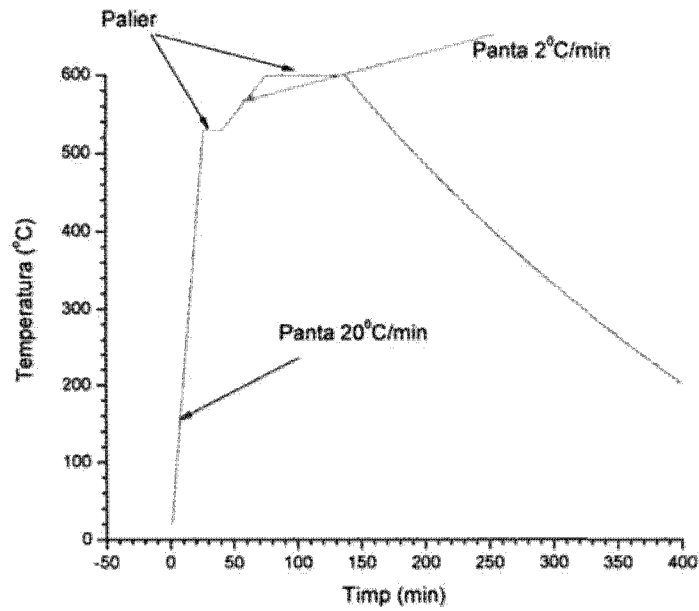


Fig. 4

(51) Int.Cl.

C23C 14/06 (2006.01);

H01F 10/14 (2006.01);

C22C 21/00 (2006.01)

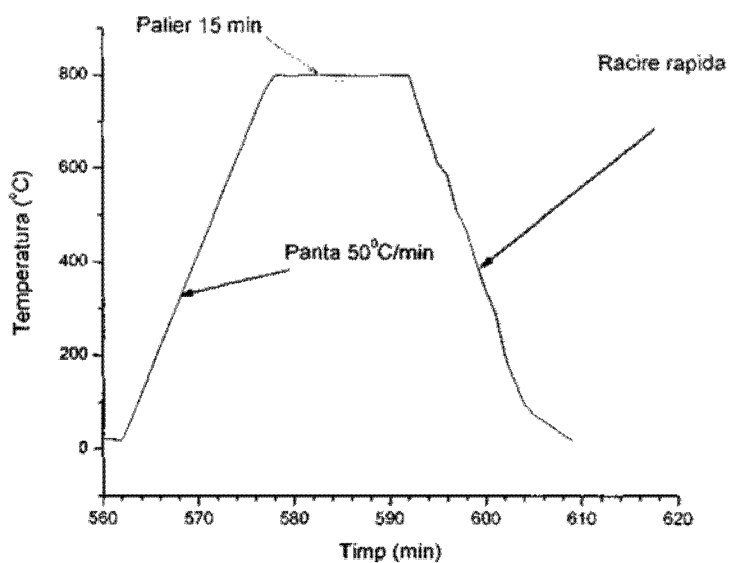


Fig. 5

