



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00776

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

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

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI
RADIĂȚIEI, 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,
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

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

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere de nanoparticule magnetice pentru dispozitive de stocare a informațiilor cu densitate ultraînaltă. Procedeu conform invenției constă în iradierea unei ținte (5) de metal feromagnetic, cu un fascicul (2) provenind de la un laser (1) ultrarapid, ce funcționează în pulsuri de picosecunde, ținta (5) fiind plasată într-o incintă (4) cu atmosferă controlată, fasciculul (2) laser fiind focalizat pe țintă utilizând o lentilă (3), pentru a atinge densitatea de energie necesară ablației materialului acesteia, formându-se o plasmă (7) de ablație laser, ținta (5) fiind deplasată în timpul iradierii, iar ablația ținteii fiind făcută în prezența unui gaz inert, provenit de la o butelie (15); nanoparticulele produse sunt colectate pe un filtru sau pe suprafața unui substrat pe care poate fi depus în prealabil un alt strat (6) subțire, nanoparticulele obținute fiind colectate și oxidate 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.

Revendicări: 2
Figuri: 3

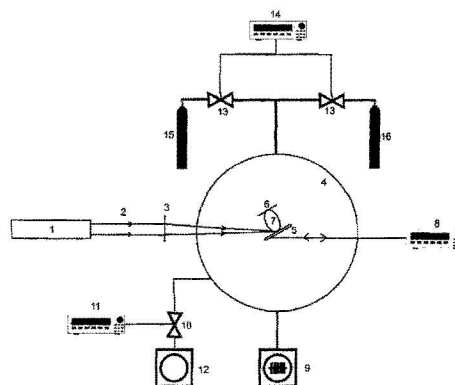


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



DESCRIEREA INVENTIEI

TITLU: PROCEDEU DE OBTINERE DE NANOPARTICULE MAGNETICE PRIN ABLATIE LASER

Inventia se refera la un procedeu de obtinere a nanoparticulelor cu proprietati magnetice pentru dispozitive de stocare de informatii cu densitate ultra-inalta.

Cresterea densitatii informatiei stocate in dispozitive magnetice implica scaderea dimensiunilor particulelor magnetice utilizate in astfel de dispozitive. Scaderea continua a dimensiunilor particulelor conduce la atingerea unei limite de stabilitate termica a magnetizarii acestora. In aceste conditii, informatia stocata in bitii de memorie nu mai este stabila termic. Fluctuatiile termice ale magnetizarii la temperatura de lucru conduc la o schimbare aleatorie a starii de magnetizare a nanoparticulelor si la atingerea limitei superparamagnetice (SPM). Temperatura limita la care apare starea SPM se numeste temperatura de blocare, peste temperatura de blocare nanoparticulele nefiind stabile.

Problema actuala este obtinerea de nanoparticule cu stabilitate termica pana la temperaturi cat mai mari, utilizabile in dispozitive cu densitate mare de stocare a informatiei. Pentru a satisface aceasta cerinta, nanoparticulele trebuie sa aiba dimensiuni cat mai mici, in conditiile in care temperatura de blocare scade odata cu dimensiunea particulei, facandu-le inutilizabile la temperatura normale de functionare.

Sunt cunoscute procedee de obtinere de nanoparticule magnetice bazate pe metode chimice. Aceste procedee prezinta dezavantajul ca utilizeaza precursori, ceea ce conduce la generarea de impuritati provenite de la solventi organici si aditivi.

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

Aceste procedee prezinta o serie de dezavantaje. Procedeele bazate pe pulverizarea catodica (sputtering) prezinta dezavantajul ca necesita un gaz de lucru in care sa se produca o descarcare uniforma. In aceste conditii este dificil de controlat reactia in faza gazoasa intre produsii de ablatie si gazul de lucru, fiind necesare sisteme complicate cu mai multe camere de reactie. Procedeele bazate pe ablatia cu laseri pulsati avand durata pulsurilor de nanosecunde conduc la topirea si vaporizarea tinte ablate, ceea ce prezinta dezavantajul producerii, in afara de nanoparticule, de particule mari ("droplets"), care nu sunt compatibile cu aplicatiile nanoparticulelor magnetice. Exista metode in care ablatia cu pulsuri de nanosecunde este combinata cu o selectare a particulelor care au dimensiuni corespunzatoare pentru dispozitivele de stocare de informatii. Aceste metode au insa dezavantajul de a conduce la pierderea unei mari parti a particulelor ablate, avand o rata mica de productie a nanoparticulelor utile.

Scopul inventiei este de a elabora o metoda de productie de nanoparticule cu proprietati magnetice pentru dispozitive de stocare a informatiei cu densitate ultra-inalta care sa nu genereze particule de dimensiuni mari ("droplets"), si care sa produca nanoparticule cu o morfologie de tip core (miez) din material feromagnetic/ shell (invelis) din oxidul metalului. Aceste nanoparticule au, datorita structurii lor, o stabilitate termica imbunatatita a proprietatilor magnetice.

Problemele pe care le rezolva inventia constau in:

Realizarea unui procedeu care sa permita producerea de nanoparticule utilizabile in stocare magnetica de informatii cu densitate ultra-inalta, fara sa genereze particule de dimensiuni mari (de ordinul micrometrilor) care nu au utilitate in memorii.

Realizarea unui procedeu care sa permita producerea de nanoparticule stabile termic, care nu isi schimba aleatoriu directia magnetizarii, avand o singura directie stabila a magnetizarii, fapt care le face utilizabile in memorii magnetice.

Procedeeul conform inventiei inlatura dezavantajele mentionate prin aceea ca produce nanoparticule prin ablatie cu laser cu pulsuri ultracurte, avand durata de ordinul picosecundelor (10^{-12} s). Procesul de producere de nanoparticule cu laser cu pulsuri ultracurte difera fundamental de procesul in cazul laserilor cu pulsuri de nanosecunde, prin aceea ca nu are loc topirea materialului tinte. Astfel, ablatia cu laser de picosecunde nu produce "droplets", ci se genereaza doar nanoparticule magnetice de dimensiunile cerute in dispozitivele magnetice de stocare de informatii.

Procedeeul inlatura problema instabilitatii termice a nanoparticulelor de dimensiuni compatibile cu dispozitivele de stocare de informatii de densitate ultraintalta prin aceea ca produce nanoparticule metalice care sunt oxidate partial la suprafata pentru a forma un oxid, avand morfologia miez/invelis (core/shell). In cazul nanoparticulelor cu aceasta structura exista o interactie intre materialul feromagnetic al miezului si materialul antiferomagnetic sau ferimagnetic al oxidului, interactie care stabilizeaza termic magnetizarea nanoparticulei la temperatura camerei.

Procedeeul, conform inventiei, prezinta urmatoarele avantaje:

Utilizarea unui laser cu pulsuri ultracurte conduce la un proces de ablatie ultrarapid, fara efecte termice colaterale, rezultand o nanopulbere fina caracterizata prin dimensiuni mici ale nanoparticulelor si cu o imprastiere mica a dimensiunilor.

Producerea de nanoparticule formate dintr-un miez metalic si un invelis din oxidul metalului conduce la stabilizarea termica a magnetizarii nanoparticulei.

Nanoparticulele produse prin procedeeul expus pot fi asamblate in nanocompozite pentru memorii magnetice.

Procedeeul, conform inventiei, consta in:

Iradieria unei tinte din metal feromagnetic (5) (figura 1) cu un fascicul (2) provenit de la un laser ultrarapid (1), care functioneaza in pulsuri de picosecunde, tinta fiind plasata intr-o incinta cu atmosfera controlata (4). Fasciculul laser este focalizat pe tinta utilizand o lentila (3) pentru a atinge densitatea de energie necesara ablatiei materialului acesteia, formandu-se o plasma de ablatie laser (7). Tinta este deplasata in timpul iradierii pentru mentinerea morfologiei corespunzatoare prin evitarea sarii materialului cu ajutorul unui sistem controlat de calculator (8). Ablatia tinte se face in prezenta unui gaz inert provenit de la o butelie (15), iar nanoparticulele produse sunt colectate la o distanta de tinta pe un filtru sau pe suprafata unui substrat nedepus sau depus in prealabil cu un strat subtire (6). Nanoparticulele obtinute prin ablatie sunt colectate si se oxideaza partial in prezenta oxigenului, intr-un strat superficial, astfel incat nanoparticulele sa capete structura miez-invelis, cu miezul format din metal feromagnetic si invelisul format din oxidul metalului respectiv.

Se da, in continuare, un exemplu de realizare a procedeeului de obtinere de nanoparticule magnetice prin ablatie laser, conform inventiei, in legatura cu fig. 1 – 3, care reprezinta:

- Fig. 1, schema dispozitivului experimental de obtinere de nanoparticule magnetice avand structura core/shell prin ablatie laser cu pulsuri laser de ps
- Fig. 2 curba de histerezis a nanoparticulelor magnetice obtinute prin metoda descrisa, curba obtinuta la temperatura camerei (300 K) si un camp de bias de 3 kOe. Este reprezentat momentul magnetic m in emu in functie de cimpul magnetic H in Oe.
- Fig 3 curba distributiei dupa dimensiuni a nanoparticulelor magnetice obtinute prin metoda descrisa, in cazul ablatiei intr-o atmosfera de He la 400 Torr, si oxidarea post-depunere in oxigen introdus in incinta de iradiere cu fluxul de 1 slm pina la presiune atmosferica.

Referitor la fig. 1, procedeeul de obtinere de nanoparticule magnetice prin ablatie laser presupune urmatoarele etape:

- Se iradiaza o tinta metalica (Fe, Co, Ni) (5) dintr-un metal magnetic cu un fascicul (2) laser pulsat care este focalizat cu ajutorul unei lentile (3).
- Laserul (1) are o durata a pulsurilor de ps, o putere de 5 W si functioneaza cu o rata de repetitie a pulsurilor de 500 kHz
- Ablatia se produce intr-o atmosfera de gaz nobil (He) la presiunea de 400 Torr. Presiunea gazului este controlata cu ajutorul unui sistem format dintr-o pompa de vid preliminar (12) al carei debit este reglat de o valva (10) cuplata la un controller (11), si de o valva de control a fluxului de gaz (13) montata pe butelia de gaz (15) si controlata de un controller (14). Prealabil ablatiei tinteii, incinta este vidata cu ajutorul unei pompe de vid inalt (9).
- Nanoparticulele produse prin ablatia laser a tinteii sunt colectate pe un filtru sau pe suprafata unui substrat sau a unui substrat avand un strat subtire depus pe suprafata (6), care este plasat la o distanta de 45 mm de tinta, paralel cu aceasta.
- Dupa depunerea nanoparticulelor, acestea sunt expuse, in aceeasi incinta de iradiere in care s-a produs ablatia, la un flux de oxigen de 1 slm, pe durata fluxului formandu-se la suprafata nanoparticulelor sferice un strat subtire de oxid care, prin interactia magnetica cu miezul metalic al nanoparticulelor, stabilizeaza magnetizarea nanoparticulelor cu structura miez-invelis (core-shell). Fluxul de oxigen necesar este reglat cu ajutorul unei valve de control a fluxului de gaz (13) montata pe butelia de oxigen (16) si controlata de un controller (14).

REVENDICARI:

1. Procedeul de obtinere de nanoparticule magnetice pentru dispozitive de stocare de informatii cu densitate ultra-inalta, cu stabilitate termica marita, prin ablatie laser, **caracterizat prin aceea ca se utilizeaza un laser pulsant avand durata pulsurilor de ordinul picosecundelor (ps – 10^{-12} s).**
2. Procedeul conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca nanoparticulele din metale magnetice obtinute prin ablatie laser sunt oxidate ulterior intr-un flux de gaz (oxigen) de 1 slm pentru a forma un strat de oxid la suprafata.**

DESENE EXPLICATIVE

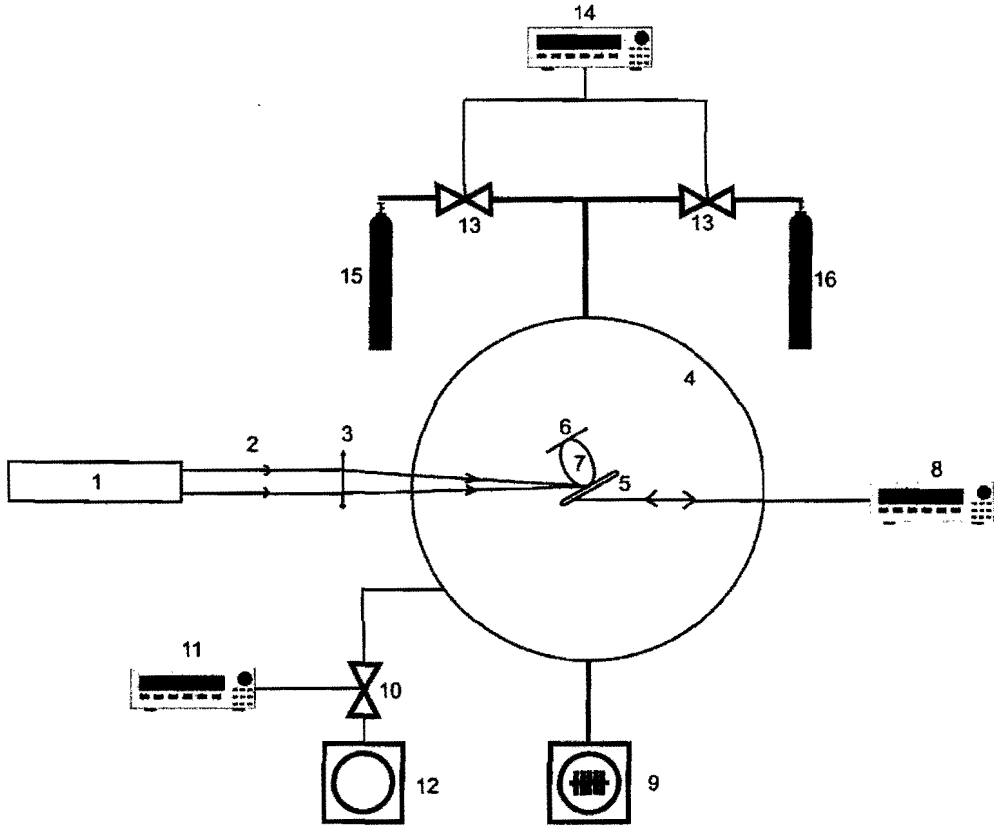


Fig. 1

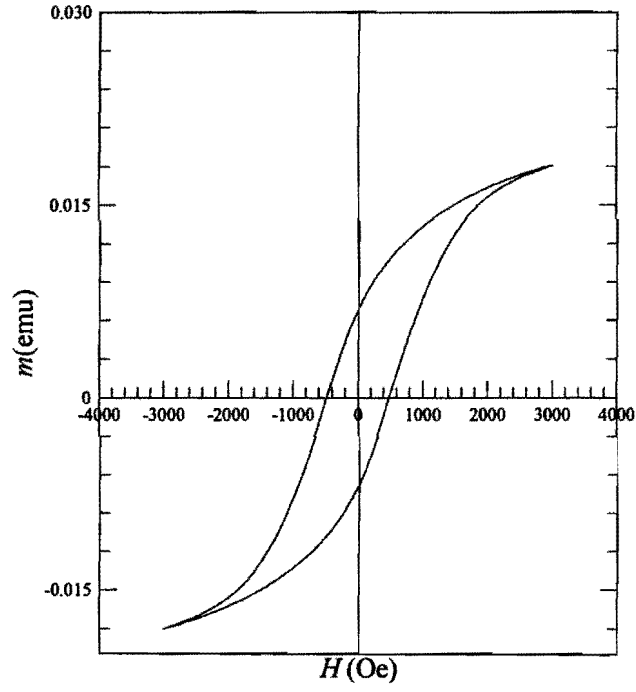


Fig. 2

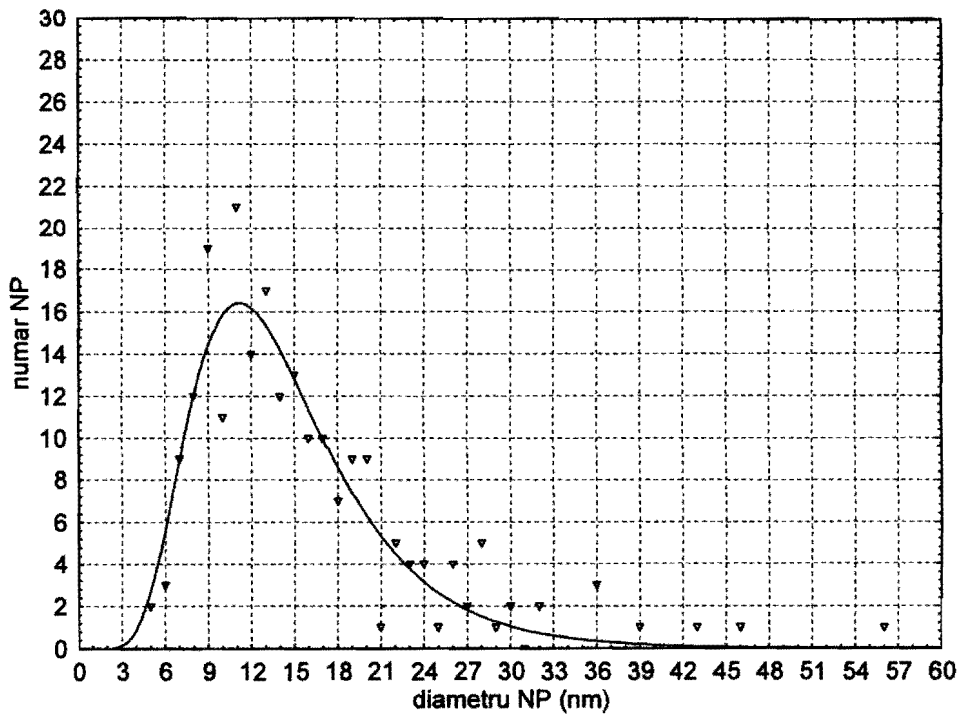


Fig. 3