

(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 00422**

(22) Data de depozit: **26/06/2017**

(41) Data publicării cererii:  
**28/12/2018** BOPI nr. **12/2018**

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA "ALEXANDRU IOAN  
CUZA" DIN IAȘI, BD. CAROL I, NR. 11,  
IAȘI, IS, RO

(72) Inventatori:  
• TUFESCU FLORIN MIHAI,  
STR.TEODOR CODRESCU NR.17, IAȘI, IS,  
RO;  
• MITOSERIU LILIANA, STR.BUJORILOR,  
NR.5, VALEA LUPULUI, IS, RO;

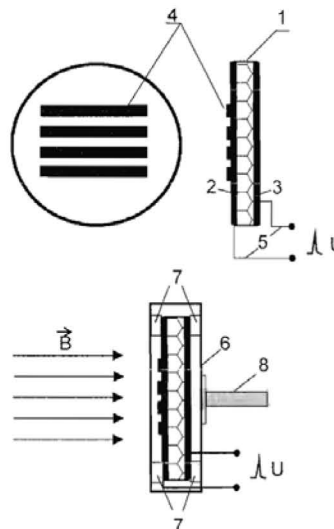
• CIOMAGA CRISTINA-ELENA,  
STR.CERNA, NR.6A, BL.A2, SC.A, AP.40,  
IAȘI, IS, RO;  
• LUPU NICOLETA, ȘOS.NAȚIONALĂ  
NR.42 B, BL.A 1, SC.D, ET.4, AP.3, IAȘI, IS,  
RO;  
• POP MIHAI VALENTIN, STR.VARNAV  
NR.2, SC.C, ET.4, AP.19, BOTOȘANI, BT,  
RO;  
• TUFESCU FLORIN,  
STR.TEODOR CODRESCU NR.17, IAȘI, IS,  
RO

(54) **SENZOR DE CÂMP MAGNETIC VARIABIL CU STRUCTURĂ  
MAGNETOELECTRICĂ STRATIFICATĂ DIN CERAMICĂ  
DE  $Pb(Zr, Ti)O_3$  ȘI MICROBENZI DIN  $Fe_{78}Si_9B_{13}$**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un senzor de câmp magnetic variabil cu structură magnetoelectrică stratificată cu ajutorul căruia se poate detecta variațiile de câmp magnetic. Senzorul conform invenției este un disc realizat din ceramică fero/piezoelectrică PZT52/48 dopată cu 2% Nb, cu fețele (1) plan paralele, cu diametrul de 14 mm și grosimea de 1,5 mm, pe fețele căruia sunt depuși prin pulverizare în vid electrozii (2 și 3) din Ag cu grosimea de 0,1 mm, pe electrodul (2) se lipesc cu adeziv dur patru microbenzi (4) magnetostrictive din  $Fe_{78}Si_9B_{13}$ , cu lățimea de 800  $\mu m$ , grosimea de 21  $\mu m$  și lungimea de 7 mm, la o distanță între ele de 0,8 mm, de electrozi fiind lipite două fire (5) de conexiune cu diametrul de 0,1 mm, întreg ansamblul fiind introdus într-o capsulă (6) metalică din Al, între două șaibe (7) elastice din cauciuc, capsula (6) metalică fiind prevăzută cu o tijă (8) pentru fixare în sistemul de măsură, firele de conexiune la electrozii (2 și 3) sunt scoase în exterior prin două orificii prevăzute în partea posterioară a capsulei, firul electrodului (3) conectându-se la capsula (6) metalică și la masa electrică generală, iar firul electrodului (2) se ecranează electric și se conectează la intrarea sistemului de măsură.

Revendicări: 4  
Figuri: 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 invenției**

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI BREVETE  
Cerere de brevet de invenție  
Nr. *a 2017 00422*  
Data depozit *26.06.2017*

**Senzor de câmp magnetic variabil cu structură magnetoelectrică stratificată din  
ceramică de  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  și microbenzi din  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$**

**Autori:**

**Florin Mihai Tufescu**, SC GRADIENT SRL, Codrescu nr. 17, Iasi 700495, România

**Liliana Mitoseriu**, Facultatea de Fizică, Universitatea „Al. I. Cuza” din Iași, Bv. Carol I nr. 11, Iași, 700506, România

**Cristina Elena Ciomaga**, Departamentul de Cercetare, Facultatea de Fizică, Universitatea „Al. I. Cuza” din Iași, Bv. Carol I nr. 11, Iași 700506, România

**Nicoleta Lupu**, Institutul Național de Cercetare-Devoltare pentru Fizica Tehnică, Bv. Mangeron nr. 47 Iași 700050, România

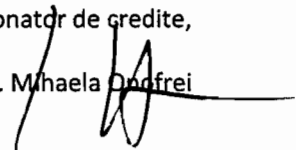
**Mihai Valentin Pop**, SC GRADIENT SRL, Codrescu nr. 17, Iasi 700495, România

**Florin Tufescu**, SC GRADIENT SRL, Codrescu nr. 17, Iasi 700495, România

Invenția se referă la un senzor de câmp magnetic variabil cu structură magnetoelectrică stratificată constituit dintr-un disc ceramic cu proprietăți piezo/feroelectrice prevăzut cu doi electrozi pe fețe, pe una dintre ele fiind atașate microbenzi feromagnetice. Această structură este introdusă într-o capsulă cilindrică din material diamagnetic cu rol de ecranare electromagnetică și protecție mecanică și poate detecta variații de câmp magnetic prin apariția unei tensiuni electrice măsurate între electrozi.

Sunt cunoscute diferite metode și dispozitive pentru detecția câmpului magnetic variabil. De obicei se folosesc bobine sau elemente semiconductoare de tip Hall care necesită alimentare electrică și amplificare.

Ordonator de credite,  
Prof.univ.dr. Mihaela Dandfroi



Senzorul conform invenției este un dispozitiv bazat pe recuperare de energie („*energy harvesting*„) și generează o tensiune electrică suficient de mare pentru înregistrare directă, la variația câmpului magnetic. Dimensiunile sensorului sunt reduse și se pot obține rezoluții mari în detecția câmpurilor magnetice variabile cu structuri complexe.

Ceramica piezo/feroelectrică folosită este un perovskit  $\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$  – PZT, material cunoscut pentru proprietățile sale piezo/feroelectrice excelente, având și o temperatură Curie ridicată ( $T_{\text{Curie}} \cong 386^\circ\text{C}$ ). Sistemul PZT cu  $x=0.52$  (PZT52/48) dopat cu ioni donori duce la obținerea unui material piezoelectric moale („soft”) care prezintă proprietăți piezoelectrice superioare și o creștere notabilă a permitivității dielectrice față de compoziția nedopată. Dintre compozițiile PZT moi, PZT dopat cu Nb este sistemul cel mai mult studiat datorită caracteristicilor sale, și este utilizat în aplicații ce necesită coeficienți piezoelectrice ridicați. Ceramica matrice, utilizată în această invenție este  $\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$  cu  $x=0.52$  dopată cu Nb (2%) (PZTN) care a fost preparată prin metoda reacției în stare solidă folosind ca reactivi: PbO (Aldrich 203610, puritate 99.9%),  $\text{ZrO}_2$  (Aldrich 230693),  $\text{TiO}_2$  (Aldrich P25) și  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (Aldrich 208515, 99.99%). Precursorii au fost omogenizați prin măcinare în apă distilată, timp de 48 ore și apoi calcinați la  $850^\circ\text{C}$  timp de 4 ore. Pulberile calcinate au fost amestecate în etanol timp de 120 ore și apoi uscate. Pulberea obținută a fost presată izostatic la 2500 bar în forma de discuri și apoi sinterizate la  $1200^\circ\text{C}$  timp de 2 ore. Ceramica feroelectrică PZTN prezintă o structură de perovskit cu fază predominant tetragonală și prezintă următoarele proprietăți electro/piezoelectrice: constantă dielectrică  $\varepsilon \sim 1600$  (la frecvența de 1kHz) și constanta piezoelectrică  $d_{33} \sim 445 \times 10^{-12} \text{m/V}$  (la frecvența de 10Hz).

Aliajul  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$  din care s-a obținut banda metalică, este format prin topirea elementelor chimice componente Fe, Si, B, prin inducție electromagnetică într-un cuptor cu atmosferă de argon. Aliajul se introduce într-un tub de cuarț cu diametrul  $d_t = 12$  mm, așezat pe direcție verticală deasupra unui disc din cupru cu diametrul  $D_d = 26$  cm, care se rotește în plan vertical. Distanța dintre vârful tubului și suprafața discului din cupru este menținută la valoarea  $d = 0,15$  mm. Tubul din cuarț are în partea inferioară un orificiu circular cu diametrul  $\Phi = 0,8$  mm. În partea superioară tubul este conectat la un sistem de introducere a unui gaz inert la presiune controlată. Ansamblul tub-disc se află într-o incintă vidată la presiunea de  $2 \times 10^{-4}$  mbar. Înainte de topirea aliajului, se introduce în incintă gaz inert pentru a se realiza o depresiune de valoare absolută  $P = 0.5$  bar sub presiunea atmosferică.

Ordonator de dreptate,  
Prof.univ.dr. Mihaela Profrei

Aliajul din tubul de cuarț este introdus într-un solenoid conectat la un generator de medie frecvență și se topește prin inducție electromagnetică. Când aliajul ajunge la temperatura de topire, se aplică o suprapresiune de gaz inert, numai în interiorul tubului, de valoare  $p = 0,19$  bar, măsurată față de presiunea  $P$  din incintă. Topitura este împinsă sub acțiunea gazului introdus și este ejectată prin orificiul din vârful tubului, sub forma unui jet de topitură incident pe suprafața exterioară a discului de răcire din cupru aflat în rotație cu viteza tangențială  $V_t = 25$  m/s.

La impactul cu discul de răcire aflat în rotație se formează inițial o baie lichidă staționară cu forma și dimensiune egală cu cea a orificiului din vârful tubului. Din această baie lichidă se formează banda metalică solidificată de lățime,  $L = 800 \mu\text{m} \pm 20 \mu\text{m}$ , și grosime,  $G = 21 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$ , printr-un efect de tragere ca urmare a rotației discului de cupru. Banda se desprinde de pe disc sub efectul forței centrifuge.

Banda  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$  obținută prin metoda descrisă are o structură complet amorfă și prezintă următoarele proprietăți magnetice: camp magnetic coercitiv  $H_c = 0,95\text{Oe}$  și magnetizație de saturație  $M_s = 193$  eMu/g. Magnetostricțiunea a fost măsurată prin metoda Small Angle Magnetization Rotation (SAMR), la un câmp magnetic maxim aplicat de 135 Oe și s-a obținut  $\lambda_{s,\text{mediu}} = 34,65\text{ppm}$ .

Se dă în continuare un exemplu de realizare al senzorului propriu-zis în legătură cu Figura nr. 1 ce prezintă structura acestuia:

- Ceramica de PZTN are forma de disc cu fețe plan paralele (1), cu diametrul de 14mm și grosimea de 1,5mm. Pe fețele discului sunt depuși prin pulverizare în vid electrozii (2) și (3) din Ag, având grosimea de 0,1mm. Pe electrodul (2) se lipesc cu adeziv dur 4 microbenzi, (4), din  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ , cu lățimea de  $800\mu\text{m}$ , grosimea de  $21 \mu\text{m}$  și lungimea de 7mm la o distanță între ele de 0,8mm. De electrozi sunt lipite două fire de conexiune (5), cu diametrul de 0,1mm. Întreg ansamblul este introdus într-o capsulă metalică din aluminiu (6), între două șaibe elastice din cauciuc (7). Capsula metalică este prevăzută cu o tijă (8), pentru fixare în sistemul de măsură. Firele de conexiune la electrozi sunt scoase în exterior prin două orificii existente în partea posterioară a capsulei. Firul de la electrodul (3) se conectează la

Ordonator de credite,  
Prof.univ.dr. Mihaela Onofrei

capsula metalică (6) și la masa electrică generală, iar firul de la electrodul (2) se ecranează electric și se conectează la intrarea sistemului de măsură.

În prezența unui câmp magnetic variabil de inducție  $B$ , prin interacțiunea acestuia cu benzile magnetice apar forțe magnetostrictive care produc deformarea benzilor magnetice. Prin contact mecanic direct, aceasta deformare se transmite materialului ceramic de PZT. Datorită proprietăților piezoelectrice ale acestuia, se generează o tensiune electrică în ceramica de PZT între electrozi, adică se obține un răspuns electric la o acțiune magnetică (efect magnetoelectric). Măsurarea acestei tensiuni indică prezența unui câmp magnetic variabil și permite analiza modului de evoluție al acestuia precum și stabilirea depășirii unor praguri de câmp magnetic fixate.

Măsurătorile și testele efectuate în diferite configurații de lucru au indicat o sensibilitate ridicată a senzorului, acesta generând tensiuni cuprinse între 10 mV<sub>vv</sub> și 250 mV<sub>vv</sub>, în funcție de mărimea câmpului magnetic variabil, valoarea inducției magnetice de activare fiind de 0,1 mT.

În concluzie, prin combinarea caracterului piezoelectric al ceramicii de PZT cu cel magnetostrictiv al benzilor amorfe, în configurația propusă se poate obține un senzor magnetoelectric cu dimensiuni reduse pentru câmp magnetic variabil, cu sensibilitate ridicată.

**Mulțumiri:** Cercetările efectuate pentru elaborarea acestui brevet au fost susținute de către UEFISCDI prin proiectul PN-II-PT-PCCA-2013-4-1119.

**Referințe:**

- [1] V.D. Kugel, L.E. Cross, *Behavior of soft piezoelectric ceramics under high sinusoidal electric fields*, J. Appl. Phys. 84 (5) 2815-2830 (1998)
- [2] W. Wersing, *Applications of piezoelectric materials: An introductory review*, in: N. Setter (Ed.), *Piezoelectric Materials in Devices*, EPFL, Lausanne 29–66 (2002)
- [3] J. Ryu, J.-J. Choi, H.-E. Kim, *Effect of heating rate on the sintering behavior and the piezoelectric properties of lead zirconate titanate ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 84, 902–904 (2001)
- [4] A. Kolano-Burian, R. Kolano, M. Kowalczyk, J. Szyński, M. Steczkowska-Kempka and T. Kulik, *Structure and magnetic properties of magnetostrictive rapidly-quenched alloys*

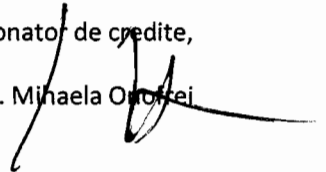
Ordonator de credite,

Prof.univ.dr. Mihaela Onofrei

*for force sensors applications*, 2009 Publ. Int. Journal of Physics: Conference Series, Volume 144, Number 1

[5] Xifeng-Li et al., *Microstructural and microhardness variation of amorphous Fe<sub>78</sub>Si<sub>9</sub>B<sub>13</sub> alloy during bend stress relaxation*, J. Mater. Science & Technol. 23(2), 253-256 (2007)

Ordonator de credite,  
Prof.univ.dr. Mihaela Ortopei



*Revendicările invenției*

**Senzor de câmp magnetic variabil cu structură magnetoelectrică stratificată din ceramică de  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  și microbenzi din  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$**

1. Senzor pentru detecția câmpului magnetic variabil **caracterizat prin aceea că** este constituit dintr-un disc din ceramică cu compoziția 2%Nb-PZT52/48 (1) cu proprietăți piezoelectrice, având electrozi metalici depuși pe fețe (2 și 3), cu fire de conexiune (5), pe una din fețe având lipite cu un adeziv epoxidic termodur microbenzi feromagnetice din  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$  (5), distanțate între ele cu un pas egal cu lățimea microbenzilor, întregul ansamblu fiind introdus într-o capsulă metalică cilindrică (6), între două șaibe elastice din cauciuc (7), astfel că în prezența unui câmp magnetic variabil, la firele conectate la electrozi se măsoară o tensiune generată de interacțiunea câmpului magnetic cu senzorul magnetoelectric.
2. Senzor conform invenției **caracterizat prin aceea că** nu necesită alimentare electrică pentru a produce un semnal de măsură, fiind un dispozitiv de tip recuperare de energie „*energy harvesting*”, care produce o tensiune electrică în prezența unui câmp magnetic variabil.
3. Senzor conform revendicării 1 **caracterizat prin aceea că** pentru a se preveni un cuplaj mecanic direct între senzor și vibrațiile din mediul de măsură, discul ceramic (1) este fixat între două șaibe elastice din cauciuc (7), cuplajul vibrațional având loc doar prin câmpul magnetic detectat.
4. Senzor conform revendicării 1 **caracterizat prin aceea că** pentru a se reduce influența perturbațiilor electrice externe, discul ceramic cu benzi (1) este introdus într-o capsulă metalică din aluminiu (6) cu rol de ecran electromagnetic care se conectează la masa electrică a sistemului de măsurare; capsula are o tijă (8) care permite fixarea mecanică a senzorului în sistemul analizat.

Ordonator de credite,  
Prof.univ.dr. Mihaela Onofrei

*Desene/Figuri*

Senzor de câmp magnetic variabil cu structură magnetoelectrică stratificată din ceramică de  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  și microbenzi din  $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$

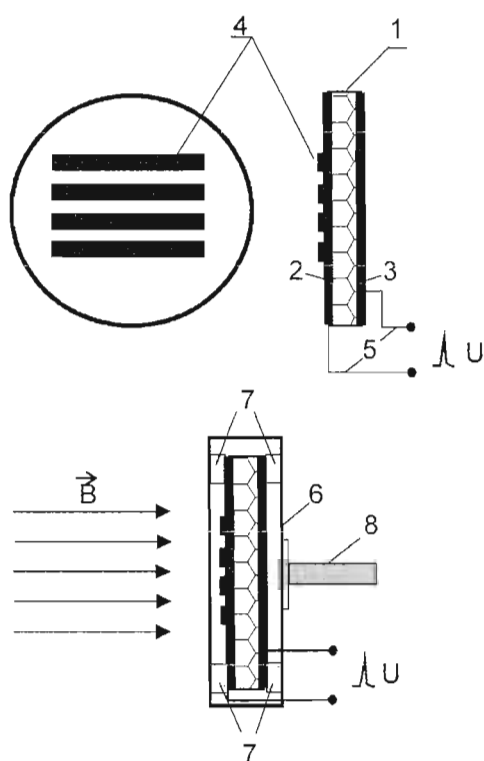


Fig.1