

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
27 de enero de 2011 (27.01.2011)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2011/009971 A1

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
G01R 33/05 (2006.01) **C23C 28/00** (2006.01)

Praga (CZ). **RIPKA, Pavel** [CZ/CZ]; Universidad
Técnica Checa, Zikova, 4, 16636 Praga (CZ).

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2009/070417

(74) Mandatario: **PONS ARIÑO, Ángel**; Glorieta de Rubén
Dario, 4, E-28010 Madrid (ES).

(22) Fecha de presentación internacional:
2 de octubre de 2009 (02.10.2009)

(81) Estados designados (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
P200930483 20 de julio de 2009 (20.07.2009) ES

(71) Solicitantes (*para todos los Estados designados salvo US*): **CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC)** [ES/ES]; C/ Serrano, 117, E-28006 Madrid (ES). **UNIVERSIDAD TÉCNICA CHECA** [CZ/CZ]; Zikova, 4, 16636 Praga (CZ).

(72) Inventores; e

(75) Inventores/Solicitantes (*para US solamente*): **VÁZQUEZ VILLALABEITIA, Manuel** [ES/ES]; Instituto De Ciencia De Materiales De Madrid (icmm), Campus de Cantoblanco, E-28049 Madrid (ES). **BADINI CONFALONIERI, Giovanni** [IT/ES]; Instituto De Ciencia De Materiales De Madrid (icmm), Campus de Cantoblanco, E-28049 Madrid (ES). **INFANTE FERNÁNDEZ, Germán** [ES/ES]; Instituto De Ciencia De Materiales De Madrid (icmm), Campus de Cantoblanco, E-28049 Madrid (ES). **BUTTA, Mattia** [IT/CZ]; Universidad Técnica Checa, Zikova, 4, 16636

(84) Estados designados (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:

— *con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))*

(54) Title: BIMETALLIC MAGNETIC WIRES WITH HELICAL ANISOTROPY, METHOD FOR MANUFACTURING SAME, AND USES THEREOF

(54) Título : HILOS MAGNÉTICOS BIMETÁLICOS CON ANISOTROPÍA HELICOIDAL, PROCESO DE FABRICACIÓN Y APLICACIONES

(57) Abstract: The present invention relates to a bimetallic magnetic wire which includes four separate layers, one of which is a ferromagnetic layer with helical anisotropy. Therefore, the invention relates to the field of magnetic materials, specifically to multilayer magnetic wires, and to the use thereof in the field of sensor elements, in particular the field of magnetic sensors.

(57) Resumen: La presente invención se refiere un hilo magnético bimetalico que comprende cuatro capas diferentes, siendo una de ellas una capa ferromagnética con anisotropía helicoidal. Por tanto, la invención se encuentra enmarcada dentro del campo de materiales magnéticos, y concretamente de hilos magnéticos multicapas, y su aplicación dentro del campo de los elementos sensores, en particular el de los sensores magnéticos.



WO 2011/009971 A1

**HILOS MAGNÉTICOS BIMETÁLICOS CON ANISOTROPÍA
HELICOIDAL, PROCESO DE FABRICACIÓN Y APLICACIONES**

Sector de la técnica

5

La presente invención se refiere un hilo magnético bimetalico que comprende cuatro capas diferentes, siendo una de ellas una capa ferromagnética con anisotropía helicoidal. Por tanto, la invención se encuentra enmarcada dentro del campo de materiales magnéticos, y concretamente de hilos magnéticos multicapas, y su aplicación dentro del campo de los elementos sensores, en particular el de los sensores magnéticos.

Estado de la técnica

15

Existen numerosos trabajos científicos de magnetismo técnico acerca de la generación de anisotropías magnéticas en materiales mediante tratamientos térmicos de los mismos en presencia de campos magnéticos o de tensiones mecánicas. Estas anisotropías inducidas son de interés tecnológico pues posibilitan el diseño de propiedades magnéticas particulares para el desarrollo de elementos sensores de utilidad en dispositivos sensores (de campo magnético, tensión mecánica).

Estos elementos sensores poseen generalmente forma de cinta o hilo, y en numerosos casos microestructura amorfa, en donde con relativa facilidad se puede generar de forma controlada determinadas anisotropías magnéticas y estructuras de dominios magnéticos cuyas prestaciones magnéticas son de utilidad tecnológica.

La presente invención se centra en elementos sensores con geometría cilíndrica. Algunos dispositivos sensores emplean principios de

funcionamiento basados en las propiedades magnetoelásticas de esos elementos sensores de geometría cilíndrica. Por ejemplo, para la detección de tensiones de torsión [*I. Sasada "Torque detection apparatus" US Patent 4881414; I. Garshelis, R.J. Kari and S.P.L. Tollens, "Devices and methods for detecting rates of change of torque" US Patent 7386227*].
Otros dispositivos se basan en las propiedades magnetoeléctricas de hilos amorfos. Por ejemplo, para la detección de campos magnéticos débiles utilizando el efecto de magnetoimpedancia gigante [*K. Mohri and Y. Honkura "Amorphous Wire and CMOS IC Based Magneto-Impedance Sensors: Origin, Topics, and Future", Sensor Letters, Vol.5, pp.267-270 (2007); K. Mohri, T. Uchiyama, T. Maki, Y. Nakamura and Y. Inden "Human Spinal-cord Bio-Magnetic Field Detection Using Amorphous Wire CMOS IC pico-Tesla Magneto-Impedance Sensor (pT-MI sensor)", IEEE Trans. Magn., Vol.45, No.10 (2009) in press*].

15

Una familia de dispositivos sensores de particular relevancia para la medida de campos magnéticos son los llamados sensores de flux-gate, y en particular aquellos de tipo ortogonal [*K. Goleman and I. Sasada, "Performance of the U-Shaped Core Orthogonal Fluxgate Magnetometer," Trans. Magn. Soc. Japan, 5, pp. 101-104, 2005;*]. Dentro de esta familia de dispositivos de flux-gate, aquellos que utilizan elementos sensores con simetría cilíndrica poseen ventajas específicas por poder inducir en ellos una anisotropía magnética helicoidal [*P. Ripka and M. Butta "Ferromagnetic sensor" Czeck Patent PV 2007-220*].

25

Una característica ventajosa de determinados dispositivos sensores es la posibilidad de cuantificar la magnitud a medir sin contacto entre el elemento sensor y el sistema de recogida de voltaje proporcional a la variación de la magnitud a medir. Por ejemplo mediante la fijación del elemento sensor a la superficie de una barra para medir su estado de tensión mecánica mediante voltaje inducido en bobinas rodeando la barra [

30

M. Sahashi "Torque sensor of the non-contact type" US Patent 1986, 4627298; K. Alasafi, H. Buehl, R. Gutoehrlein and E. Schiessle "Sensor for non-contact torque measurement on a shaft as well as a measurement layer for such a sensor" US Patent 1996 5493921].

- 5 Para poder realizar esas medidas, y además posibilitar el uso de sistemas no-contacto, es necesario que el elemento sensor posea unas características magnéticas específicas, en general una anisotropía magnética diseñada. Con frecuencia, en estos sensores sin-contacto se requiere la existencia de una anisotropía magnética helicoidal. Este tipo de
- 10 anisotropía se puede inducir en un hilo ferromagnético simplemente aplicando una tensión de torsión. Para que una anisotropía helicoidal permanezca en el tiempo es preciso modificar adecuadamente el orden de corto alcance a escala atómica, lo cual se consigue mediante tratamientos termomecánicos en presencia de una torsión aplicada, o bien mediante un
- 15 campo magnético helicoidal.

La presente invención se basa en inducir anisotropía magnética helicoidal en el elemento sensor mediante la aplicación de un campo magnético durante el proceso de electroquímico de fabricación del material.

- 20 Numerosos trabajos han sido realizados sobre el efecto de la aplicación de campos magnéticos sobre películas magnéticas electrodepositadas, si bien se refieren a una configuración geométrica plana y con campos magnéticos uniáxicos [*H.J. Cho, S. Bhansali and C.H. Ahn, "Electroplated thick permanent magnet arrays with controlled direction of magnetization for MEMS application" J. Appl. Phys. 87,(9) (2000); J.B. Yi, X.P. Li, J. Ding, J.H. Yin, S. Thongmee and H. L. Seet "Microstructure Evolution of Ni₈₀Fe₂₀-Cu Deposited by Electroplating Under an Applied Field", IEEE Trans. Magn., Vol. 43, No. 6, JUNE 2007; X.P. Lia, Z.J. Zhao, H.L. Seet, M. Heng, T.B. Oh and J.Y. Lee "Effect of magnetic field on the magnetic*
- 25 *properties of electroplated NiFeO-Cu composite wires; J. Appl. Phys. 94, No 10, 15 NOVEMBER 2003"]*. Sin embargo, no existe ningún ejemplo de
- 30

fabricación de hilos magnéticos con anisotropía magnética helicoidal inducida de forma permanente durante el propio proceso de fabricación.

La presente invención constituye la primera vez que se obtienen hilos magnéticos bimetalicos con anisotropía helicoidal intrínseca, para lo cual se ha utiliza un procedimiento totalmente novedoso de preparación del hilo durante el cual se genera la propia anisotropía helicoidal. Este hilo magnético es apropiado para su empleo como elemento sensor en dispositivos de tipo no-contacto por ejemplo, en sensores de tipo flux-gate.

10

En esencia, la anisotropía helicoidal presenta la ventaja de la observación de voltajes longitudinales cuando se excita circularmente el elemento sensor, lo cual representa ventajas técnicas de medición. La anisotropía se induce durante el mismo proceso de fabricación del elemento sensor, lo que constituye una técnica original en donde se conjunta el proceso de fabricación de hilo bimetalico magnético [M. Vázquez, G. Badini, K. Pirota, J. Torrejón and H. Pfützner "Multifunctional sensor based in multilayer magnetic microwires" Patent PCT/ES2006/070173] con la novedad de diseñar el carácter magnético del tubo externo durante el proceso de electrodeposición del tubo externo mediante la inducción de la anisotropía magnética helicoidal en la capa magnética externa. Esto se consigue mediante el paso de una corriente eléctrica en el núcleo metálico que genera un campo magnético circular en el tubo externo.

20

La utilidad muy concreta de la utilización de este tipo de microhilo bimetalico con anisotropía helicoidal en su tubo externo se particulariza en los sensores de flux-gate sin contacto [M. Butta, P. Ripka, S. Atalay, F.E. Atalay and X.P. Li "Flux gate effect in twisted magnetic wire, J Magn Magn Mater (2007)].

30

Descripción Breve

Un primer aspecto de la presente invención es un hilo bi-metálico, en adelante hilo bimetálico de la invención, que comprende: (i) un núcleo metálico, (ii) una capa aislante que recubre dicho núcleo metálico, (iii) una
5 capa nanométrica metálica sobre la capa aislante y (iv) una capa externa ferromagnética, en el que la capa ferromagnética tiene anisotropía magnética helicoidal.

10 Un segundo aspecto de la presente invención es el procedimiento de fabricación de hilo bimetálico de la invención que comprende las siguientes etapas: a) fabricación de un hilo metálico cubierto de Pirex mediante la técnica de solidificación ultrarrápida y estiramiento, b) recubrimiento de la
15 capa de Pirex con una capa nanométrica de un metal noble por medio de una técnica de metalización, c) recubrimiento de la capa nanométrica de oro con una capa de permalloy por electrodeposición, en el que la electrodeposición del permalloy se lleva a cabo en presencia de un campo magnético helicoidal. Ese campo helicoidal lo genera la aplicación de una corriente eléctrica que circula por el núcleo metálico interno,
20 simultáneamente con la aplicación de un campo longitudinal generado por bobinas.

Un tercer aspecto de la invención es el uso del hilo bimetálico de la invención como elemento sensor, y más concretamente en sensores
25 magnéticos tipo flux-gate.

Descripción de las figuras

Figura 1.- Esquema representando el hilo y las zonas locales cubiertas de
30 parafilm previas al proceso de metalización.

Figura 2.- Esquema donde se representa el proceso de arrollamiento de un extremo del hilo.

Figura 3.- Esquema de las distintas zonas de hilo hábiles para el proceso de electrodeposición.

Figura 4.- Esquema de la disposición del hilo en el portamuestras para la electrodeposición.

Figura 5.- Esquema del proceso de electrodeposición. El hilo de partida se dispone verticalmente en el interior de la cuba electrolítica. Para generar la electrodeposición se establece una diferencia de potencial entre el propio hilo y el electrodo circular que se encuentra en la parte interna de la cuba electrolítica, originando una corriente de electrodeposición, $I_{el-plating}$. Esa cuba se encuentra a su vez en el espacio interior de unas bobinas de Helmholtz que generan un campo magnético vertical, H_{long} , paralelo al propio hilo. Para generar el campo magnético circular, H_{circ} , en el hilo se hace circular una corriente eléctrica continua, $I_{circ-field}$, a través de él durante el proceso de electrodeposición.

Figura 6.- Micrografías por SEM de hilos bimetálicos con distinto espesor del tubo de permalloy (1 y 6 μm).

Figura 7.- Micrografía donde se observa la baja rugosidad del tubo de permalloy.

Figura 8.- Análisis composicional realizado por técnica EDS que confirma la pureza en composición del permalloy electrodepositado.

Figura 9.- Esquema del hilo bimetálico para ser empleado en un sensor de flux-gate. Se hace pasar una corriente I_{wire} por el núcleo de cobre que

genera un campo magnetico circular en la capa magnética externa y la satura magnéticamente. V_{wire} es la diferencia de potencial que aparece entre los extremos del hilo. B_{ext} representa el campo magnético exterior que se quiere medir.

5

Figura 10.- Voltaje inducido en el núcleo de cobre al pasar una corriente eléctrica a su través en presencia de un campo magnético estático longitudinal (izquierda). Ciclos de histéresis circulares en presencia de campos estáticos longitudinales de ± 20 A/m (derecha).

10

Figure 11.- Dependencia de la componente de segundo armónico del voltaje inducido entre los extremos del hilo.

Descripción detallada

15

La presente invención se refiere a un hilo bimetálico que comprende cuatro capas diferentes, y que tiene la particularidad de que la capa más exterior es una capa ferromagnética con anisotropía magnética helicoidal. Este tipo de hilos magnéticos con distintas capas se han preparado con anterioridad, pero es la primera vez que se fabrican consiguiendo que la capa exterior posea este tipo de anisotropía, y que simultáneamente esté aislada eléctricamente de la capa interna. Las características ventajosas que presentan estos hechos concretos son:

20

25

i) La existencia de anisotropía magnética helicoidal permite que un cambio en el tiempo de la componente azimutal (o circular) de la imanación en la capa externa de lugar a un voltaje eléctrico inducido entre los extremos del hilo (que es proporcional a la componente longitudinal de la imanación).

30

ii) Ese cambio en la componente azimutal se consigue mediante el paso de una corriente alterna por el núcleo del hilo. Por tanto, el núcleo debe estar aislado eléctricamente de la capa externa para controlar que la corriente circule sólo por el núcleo.

5

Es decir, ambas características posibilitan que el paso de una corriente variable en el tiempo por el núcleo conductor dé lugar a un voltaje en los extremos de la capa ferromagnética externa. En definitiva, el hilo multicapa actúa simultáneamente como agente activo (paso de corriente) y pasivo (voltaje inducido).

10

Por tanto, un aspecto de la presente invención es el hilo bi-metálico, en adelante hilo bimetálico de la invención, que comprende:

15

- (i) Un núcleo metálico,
- (ii) Una capa aislante que recubre dicho núcleo metálico,
- (iii) Una capa nanométrica metálica sobre la capa aislante,
- (iv) Una capa externa ferromagnética,

en el que la capa ferromagnética tiene anisotropía magnética helicoidal.

20

En esta invención se entiende que un material posee anisotropía magnética helicoidal cuando sus momentos magnéticos tienden a orientarse preferentemente según una hélice y, por tanto, con simetría helicoidal. Como consecuencia, los momentos magnéticos en un material que posea anisotropía magnética helicoidal poseerán simultáneamente componentes de imanación azimutal (o circular) y longitudinal (o axial).

25

Un aspecto preferente de la presente invención es el hilo bimetálico de la invención en el que el núcleo metálico (i) es de cobre.

30

Otro aspecto preferente de la invención es el hilo bimetálico de la invención en el que la capa aislante (ii) es de pirex.

Otro aspecto preferente de la invención es el hilo bimetálico de la invención en el que la capa nanométrica metálica (iii) es de oro. La capa de oro tiene un espesor entorno a los 30 nm.

Otro aspecto preferente de la invención es el hilo bimetálico de la invención en el que la capa ferromagnética es de *permalloy*. El *permalloy* es una aleación ferromagnética compuesta por níquel y hierro en la proporción Fe₂₀Ni₈₀.

Otro aspecto preferente de la presente invención es el hilo bimetálico de la invención con dimensiones micrométricas, comprendidas dentro del rango 1 a 500 micras de diámetro.

Un segundo aspecto de la presente invención es el procedimiento de fabricación del hilo bimetálico de la invención que comprende las siguientes etapas

a) Fabricación de un hilo metálico cubierto de Pirex mediante la técnica de solidificación ultrarrápida y estiramiento.

b) Recubrimiento de la capa de Pirex del hilo metálico con una capa nanométrica de un metal noble por medio de una técnica de metalización.

c) Recubrimiento de la capa micrométrica de oro con una capa de permalloy por electrodeposición,

en el que la electrodeposición del permalloy se lleva a cabo en presencia de un campo magnético helicoidal. Ese campo helicoidal lo genera la aplicación de una corriente eléctrica que circula por el núcleo metálico interno, simultáneamente con la aplicación de un campo longitudinal generado por bobinas.

En la presente invención se definen como técnicas de metalización aquellas técnicas que posibilitan el recubrimiento de una superficie mediante una capa de carácter metálico. Así mismo se define como electrodeposición al proceso que permite el crecimiento de una capa conductora mediante el establecimiento de una diferencia de potencial entre dos electrodos, siendo uno de ellos la superficie sustrato donde se deposita esa capa.

Otro aspecto preferente de la presente invención es el procedimiento de fabricación de los hilos bimetálicos de la invención en el que el metal noble utilizado en el recubrimiento de la capa de Pirex es oro.

Otro aspecto preferente de la presente invención es el procedimiento de fabricación de los hilos bimetálico de la invención en el que la técnica de metalización utilizada en la etapa b) es la pulverización catódica o *sputtering*. La pulverización catódica consiste, esencialmente, en la deposición sobre un sustrato de átomos arrancados previamente de dos o más blancos que constituirán la aleación de la capa depositada.

Un tercer aspecto de la invención es el uso del hilo bimetálico de la invención como elemento sensor.

Otro aspecto preferente de la presente invención es el uso del hilo bimetálico de la invención como elemento sensor en sensores magnéticos.

Otro aspecto más preferente de la presente invención es el uso del hilo bimetálico de la invención como elemento sensor en sensores magnéticos tipo flux-gate. Los sensores flux-gate son un tipo de sensor de campo magnético convencional que se basan en la ley de Faraday, con una geometría específica, y que trabajan en régimen de saturación. Como elemento sensor estos sensores requieren de materiales magnéticos blandos con elevada susceptibilidad magnética.

Ejemplo de realización de la invención

Fabricación de un hilo bimetálico con anisotropía helicoidal.

5 La fabricación se realiza mediante las siguientes etapas:

a) Fabricación de un hilo metálico cubierto de Pirex mediante la técnica de solidificación ultrarrápida y estiramiento. Esta técnica consiste esencialmente en la solidificación ultrarrápida (a una velocidad típica de 10^5 a 10^6 °C/s) de una aleación metálica que se encuentra en el interior de un tubo de pirex. La aleación se funde mediante una bobina de inducción lo que hace fundir también el pirex. Dada la elevada viscosidad del pirex, es preciso extraer por estiramiento la aleación metálica en el interior del pirex posibilitando que se forme en el propio proceso de fabricación el hilo consistente en un núcleo metálico con microestructura amorfa y diámetro micrométrico, de aquella aleación, cubierto por una capa micrométrica de pirex.

b) Recubrimiento de la capa de pirex del hilo metálico con una capa micrométrica de oro por proceso de metalización o *sputtering* (término inglés que se traduce como pulverización catódica). Antes de proceder al recubrimiento, una de las terminaciones del hilo de cobre cubierto de pirex se recubre de parafilm con objeto de protegerla del proceso de metalización. Asimismo, otra región centrada del hilo es cubierta de parafilm para interrumpir la zona expuesta a la pulverización catódica. Las dimensiones concretas del hilo y de las zonas cubiertas o no de parafilm se representan en la Figura 1.

A continuación, se bobina la zona no cubierta a un anillo de plástico y se fija a él mediante parafilm que evita su desplazamiento, tal como puede verse en la Figura 2.

En el proceso de metalización o *sputtering*, el hilo se dispone en el interior de una cámara. Este proceso de metalización o *sputtering* comercial permite obtener un recubrimiento de Au de los hilos de 30 nm de espesor.

- 5 c) Recubrimiento de la capa micrométrica de oro con una capa de permalloy por electrodeposición en presencia de un campo magnético helicoidal.

Después del proceso de metalización se quita la capa protectora de parafilm y se desenrolla el hilo del anillo de modo que se retienen una serie de zonas locales cubiertas de oro en donde en principio se puede proceder a la electrodeposición, tal como se indica en la Figura 3. No obstante, en el proceso de electrodeposición se aplica la corriente exclusivamente en la primera zona de Au, es decir, los 5 cm primeros a la izquierda en la Figura 3. A continuación se coloca el hilo en el portamuestras para el proceso de electrodeposición tal como se indica en las Figura 4. El portamuestras contiene 3 partes cubiertas de cobre para permitir el paso de corriente. Las 2 primeras, cuyo contacto se hace con pintura de plata para mejorar el contacto eléctrico (marcadas con Ag en

10
15
20

Figura 4) están separadas 2 cm y a ellas se fijan el extremo del hilo y el comienzo de la primera zona de Au del hilo. Para posibilitar el contacto eléctrico, la parte inicial de pirex se retira por proceso mecánico. El contacto al tercer punto de plata (3 en la Figura 4) se realiza también con pintura de plata.

25 El esquema del proceso de electrodeposición se indica en la Figura 5, en el que por claridad no se representa el portamuestras completo sino sólo el hilo. El portamuestras se dispone verticalmente en el interior de la cuba electrolítica la cual se encuentra a su vez en el espacio interior de unas bobinas de Helmholtz que generan un campo magnético vertical (H_{long}),

30 paralelo al propio hilo. En nuestro ejemplo particular, se aplica una

corriente de 200 mA por las bobinas de Helmholtz que genera un campo magnético longitudinal de 0.6 mT).

A continuación se hace pasar una corriente eléctrica a través del núcleo interno de Cu del hilo. Esta corriente, circulando por el núcleo de Cu, genera un campo magnético circular alrededor del hilo. En nuestro ejemplo particular, esta corriente es de 150 mA que genera un campo circular de aproximadamente 450 A/m.

La combinación de campo longitudinal y circular da lugar a una campo magnético helicoidal en la zona externa del hilo donde se electrodeposita simultáneamente la microcapa de permalloy. Este campo helicoidal es el que origina la buscada anisotropía helicoidal en la capa externa del hilo.

El proceso de electrodeposición se realiza de modo convencional obteniendo una capa de permalloy conectando el generador de corriente a la celda terminal en el contacto de Ag interno del portamuestras. En función del tiempo de electrodeposición, se puede controlar el espesor de la capa externa de permalloy, que en nuestro ejemplo toma valores de hasta 10 μm .

20

El hilo bimetálico obtenido está constituido por un núcleo de cobre, recubierto por tubos de Pirex y oro, y finalmente por un tubo externo de permalloy.

25 Caracterización del hilo bimetálico obtenido

De acuerdo al proceso descrito anteriormente se han obtenido hilos bimetálicos cuya caracterización morfológica y estructural describimos a continuación. La Figura 6 muestra una imagen de microscopía electrónica de barrido, SEM, del corte transversal de un hilo bimetálico. En ella se observa el núcleo central metálico de cobre, la región intermedia de pirex y

30

la capa externa de permalloy. La capa intermedia de oro no se aprecia por su reducido espesor nanométrico.

En la Figura 7 se muestra una imagen SEM de la superficie exterior del hilo bimetálico en la que se observa la baja rugosidad de la superficie de permalloy.

Por último, la Figura 8 muestra los resultados del análisis composicional mediante EDS de una capa externa de permalloy de 6 μm de espesor. Este análisis permite confirmar la ausencia de contaminación de elementos ajenos al Fe y Ni.

Comprobación de la anisotropía magnética helicoidal del hilo bimetálico y respuesta de un elemento flux-gate

A continuación se muestra un ejemplo en el que se muestra que el hilo bimetálico obtenido en la presente invención presenta anisotropía magnética helicoidal, así como la respuesta del mismo como elemento sensor de flux-gate.

La Figura 9 representa esquemáticamente el hilo por cuyo núcleo de cobre se hace pasar una corriente alterna, I_{wire} , que genera un campo magnético circular en la capa magnética externa y la satura magnéticamente en esa dirección. V_{wire} es el voltaje inducido entre los extremos del hilo.

Por su parte, B_{ext} representa el campo magnético exterior que se quiere medir, y que en nuestro ejemplo lo generamos de forma controlada mediante unas bobinas de Helmholtz.

La Figura 10 (izquierda) muestra la dependencia del voltaje inducido entre los extremos del hilo de la invención al pasar una corriente eléctrica por el núcleo central de cobre. Las 2 curvas representan los resultados al aplicar

campos magnéticos estáticos longitudinales de ± 20 A/m (mediante los carretes de Helmholtz), respectivamente. Como se puede observar los picos inducidos aparecen en sentidos opuestos lo que pone de manifiesto la existencia de una componente de anisotropía helicoidal. En otro caso, no debería observarse ese desplazamiento de picos sino solamente una modificación en la altura de los mismos.

Por su parte, la Figura 10 (derecha) representa los ciclos de histéresis circulares (M_c & H_c) de la capa de permalloy. En este caso, la existencia de la anisotropía helicoidal se pone de manifiesto en el desplazamiento de los ciclos al invertir el campo estático longitudinal.

Por último, y para comprobar el tipo de respuesta que puede ser empleada de forma real en un sensor de tipo de flux-gate, se ha medido la componente de segundo armónico en el voltaje inducido entre los extremos del hilo de la invención. La Figura 11 representa dicho armónico para una excitación con corriente sinusoidal por el núcleo de cobre (30 mA de amplitud y 10 kHz de frecuencia). Se puede observar la existencia de una región lineal central entorno al campo en el intervalo $\pm 40 \mu T$.

20

25

30

REIVINDICACIONES

- 1.- Hilo bi-metálico que comprende: (i) un núcleo metálico, (ii) una capa aislante que recubre dicho núcleo metálico, (iii) una capa nanométrica metálica sobre la capa aislante y (iv) una capa externa ferromagnética, caracterizado porque dicha capa ferromagnética tiene anisotropía magnética helicoidal.
- 2.- Hilo bimetálico según reivindicación anterior caracterizado porque el núcleo metálico (i) es de cobre.
- 3.- Hilo bimetálico según reivindicación 1 caracterizado porque la capa aislante (ii) es de pirex.
- 4.- Hilo bimetálico según reivindicación 1 caracterizado porque la capa nanométrica metálica (iii) es de oro.
- 5.- Hilo bimetálico según reivindicación 1 caracterizado porque la capa ferromagnética (iv) es de permalloy.
- 6.- Hilo bimetálico según reivindicaciones anteriores caracterizado porque sus dimensiones son micrométricas, comprendidas dentro del rango de 1 a 500 micras de diámetro.
- 7.- Procedimiento de fabricación del hilo bimetálico descrito en las reivindicaciones anteriores que comprende las siguientes etapas:
- Fabricación de un hilo metálico cubierto de Pirex mediante la técnica de solidificación ultrarrápida y estiramiento.
 - Recubrimiento de la capa de Pirex del hilo metálico con una capa nanométrica de un metal noble por medio de una técnica de metalización.

c) Recubrimiento de la capa nanométrica del metal noble con una capa de permalloy por electrodeposición,

caracterizado porque la electrodeposición del permalloy se lleva a cabo en presencia de un campo magnético helicoidal.

5

8.- Procedimiento de fabricación del hilo bimetálico según reivindicación 7 caracterizado porque el metal noble utilizado en el recubrimiento de la capa de Pirex es oro.

10

9.- Procedimiento de fabricación del hilo bimetálico según reivindicación 7 caracterizado porque la técnica de metalización utilizada en la etapa b) es el sputtering.

15

10.- Uso del hilo bimetálico descrito en las reivindicaciones 1-6 como elemento sensor.

11.- Uso del hilo bimetálico de la invención según reivindicación 10 como elemento sensor en sensores magnéticos.

20

12.- Uso del hilo bimetálico de la invención según reivindicación 11 como elemento sensor en sensores magnéticos tipo Flux-gate.

25

30

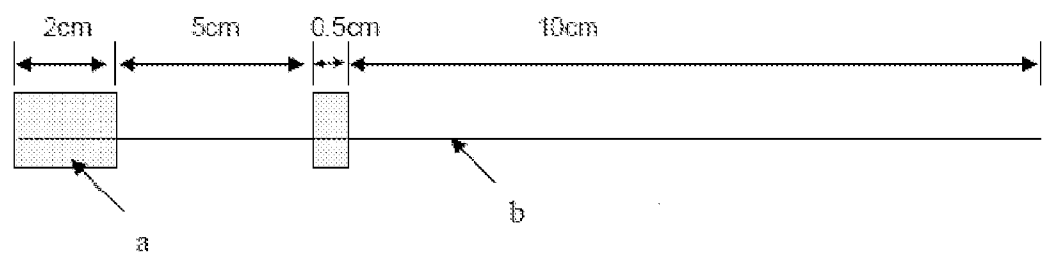


FIG. 1

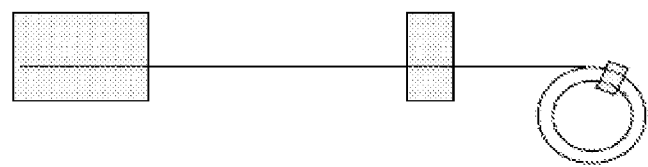


FIG. 2

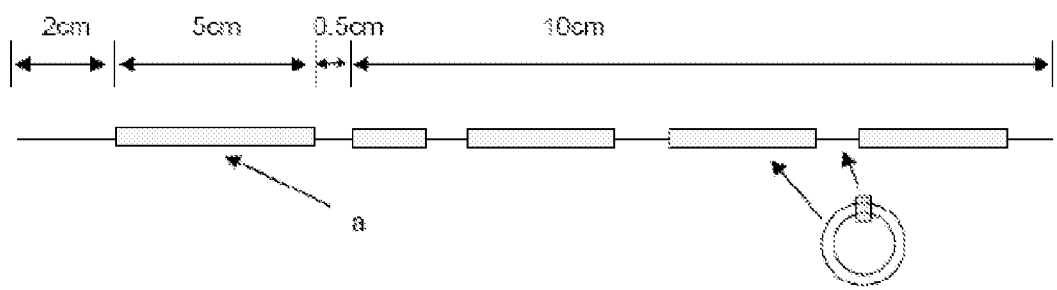


FIG. 3

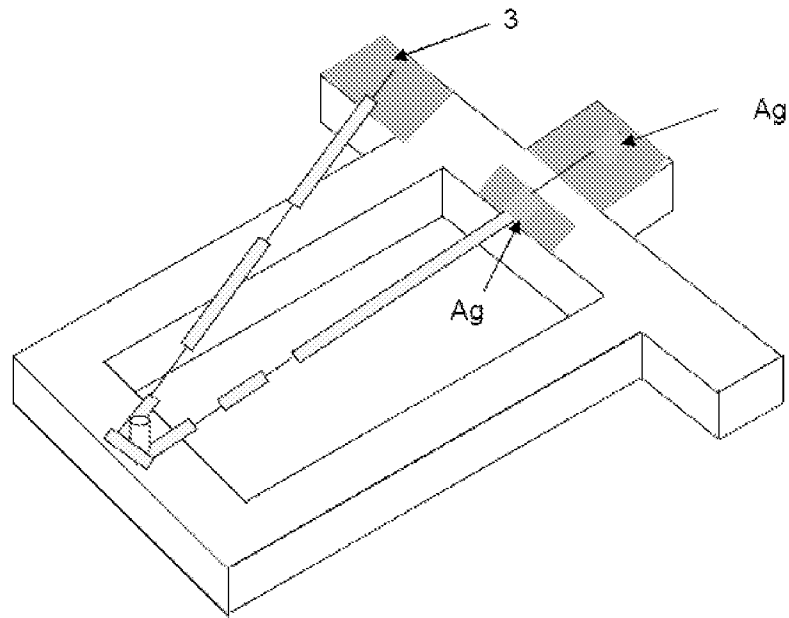


FIG. 4

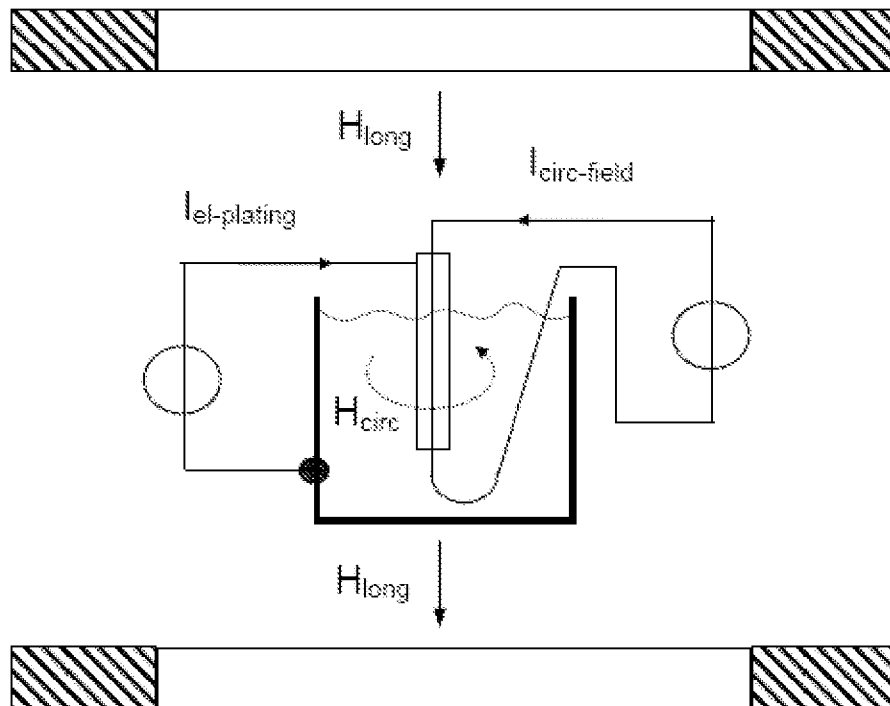


FIG. 5

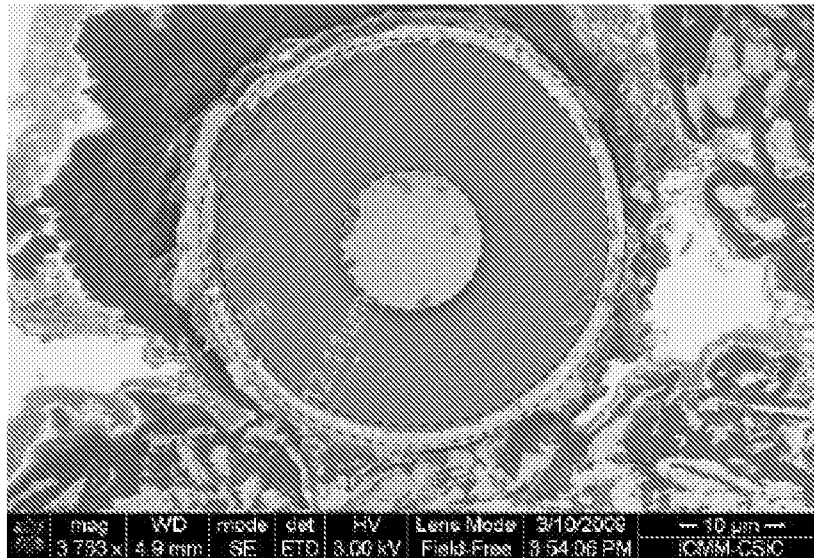


FIG. 6

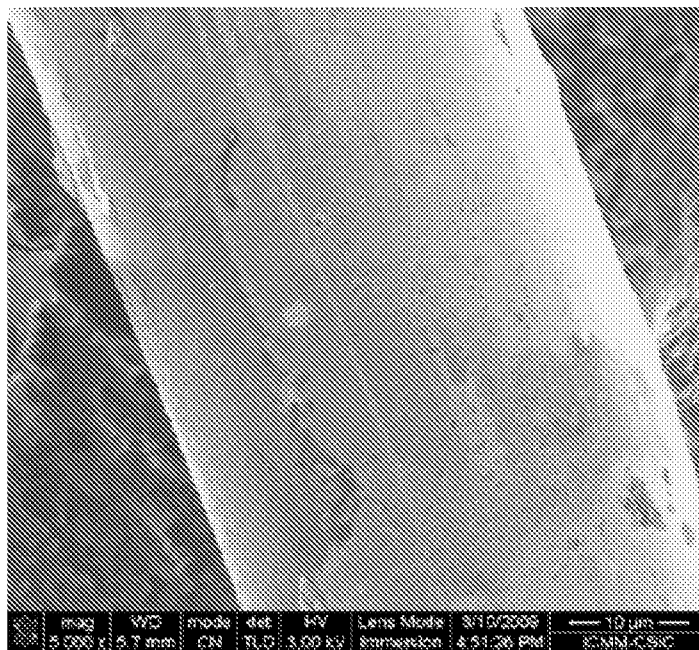


FIG. 7

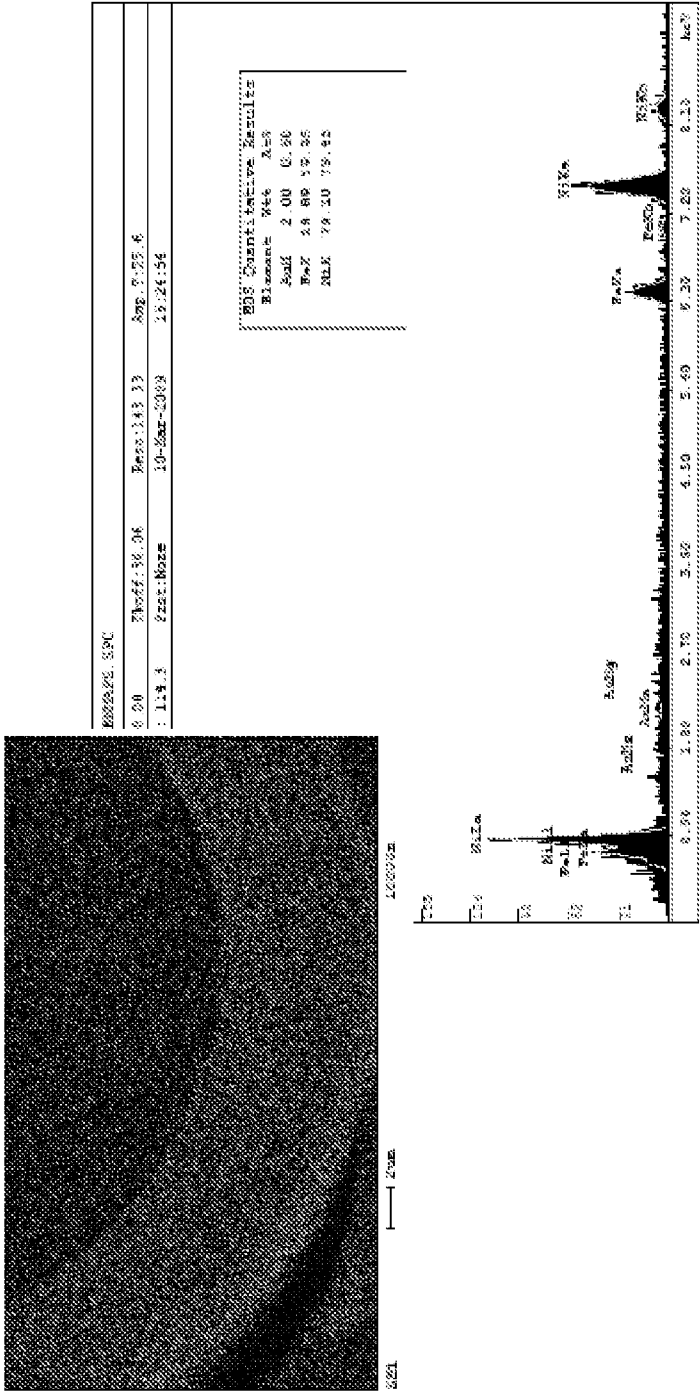


FIG. 8

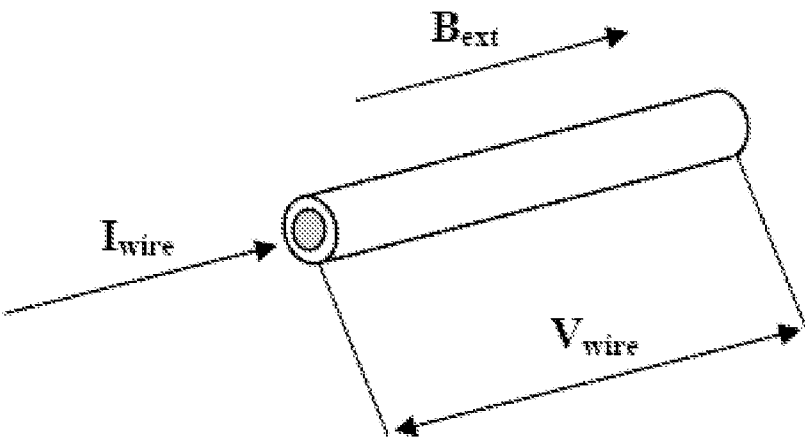


FIG. 9

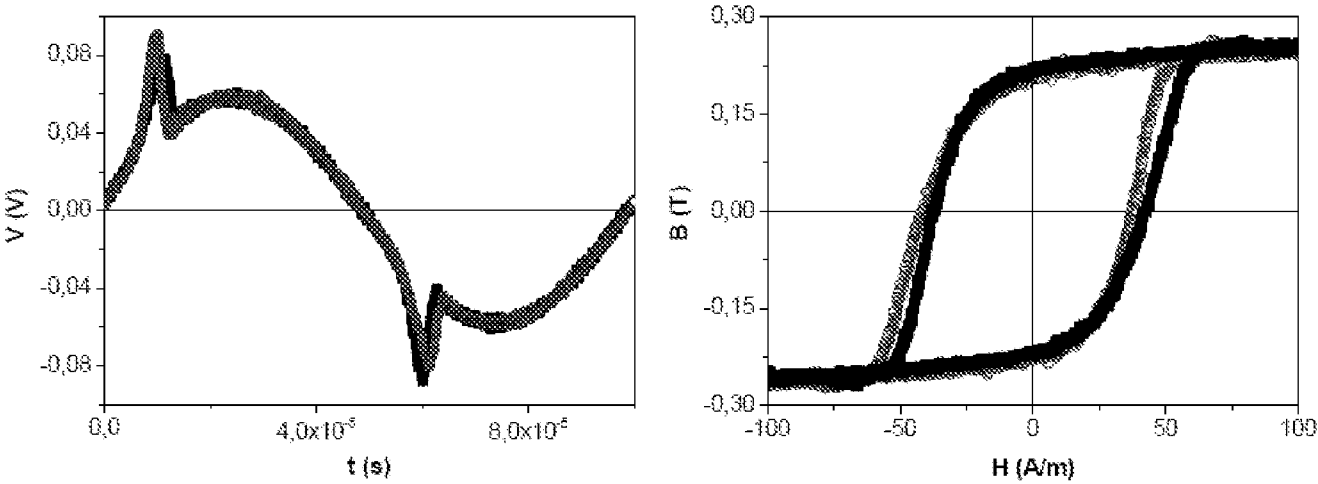


FIG. 10

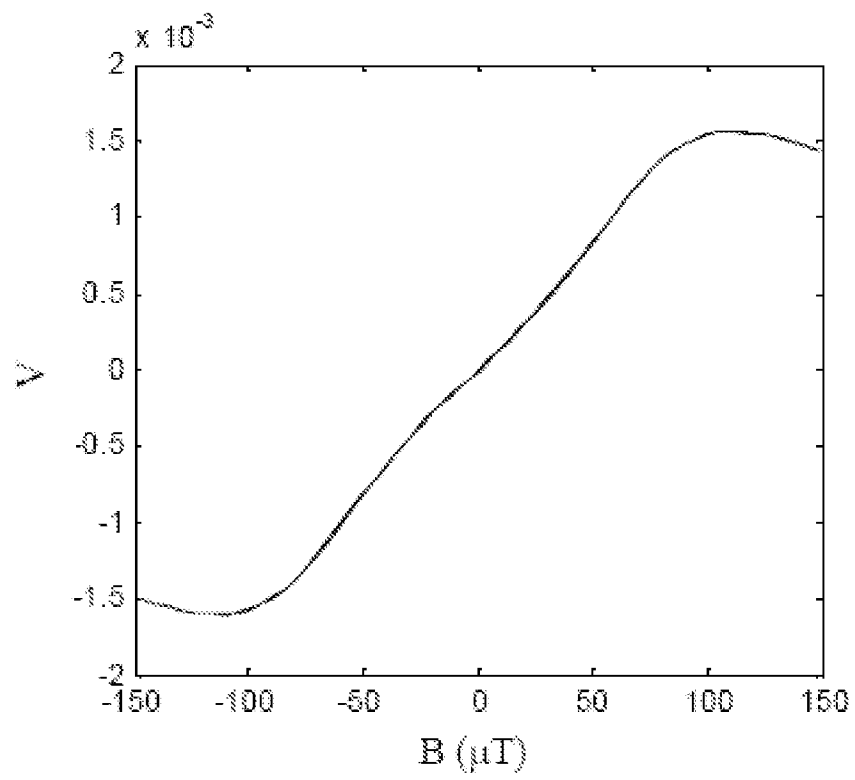


FIG. 11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/ ES 2009/070417

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

see extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01R, C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

INVENES,EPODOC,WPI,CAPLUS

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	PIROTA, K.R., et al., Bi-magnetic microwires: a novthe family of materials with controlled magnetic behavior, J. Magnetism and Magnetic Materials, 2005, Vol.290-291, pps. 68-73, abstract; paragraphs "2.Fabrication of multilayer microwires" and "5.Conclusions".	1-11
Y	US 4236230 A (THOMPSON et al.) 25.11.1980, abstract; column 2, line 23-column 3, line 11; column 3, line 58-column 4, line 39; column 5, lines 27-39.	1-11
A	WO 2007054602 A1 (CONSEJO SUPERIOR INVESTIGACION ; UNIV TECNOLOGICA DE VIENA ;) 18.05.2007.	1-12
A	EP 0763832 A1 (JAPAN RES DEV CORP) 19.03.1997.	1-12
A	WO 2008116427 A1 (CESKE VUT V PRAZE ; RIPKA PAVEL ; BUTTA MATTIA) 02.10.2008.	1-12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.		
"E" earlier document but published on or after the international filing date		
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means	"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents , such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
	"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

12.April.2010 (12.04.2010)

Date of mailing of the international search report

(14/04/2010)

Name and mailing address of the ISA/
O.E.P.M.

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.
Facsimile No. 34 91 3495304

Authorized officer

M. García Poza

Telephone No. +34 91 349 55 68

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/ ES 2009/070417

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4236230 A	25.11.1980	GB 2010615 AB JP 54087440 A JP 60048113 B JP 1322225 C FR 2412172 AB US 4236230 A CA 1111969 A IT 1160329 B	27.06.1979 11.07.1979 25.10.1985 11.06.1986 13.07.1979 25.11.1980 03.11.1981 11.03.1987 11.03.1987
WO 2007054602 A1	18.05.2007	ES 2277770 A1	16.07.2007 16.07.2007
EP 0763832 A1	19.03.1997	EP 19960114631 JP 9082082 A JP 3321341 B US 5870328 A DE 69621727 T	12.09.1996 28.03.1997 03.09.2002 09.02.1999 30.01.2003 30.01.2003
WO 2008116427 A1	02.10.2008	CZ 299885 B CZ 20070220 A EP 2130056 A	17.12.2008 17.12.2008 09.12.2009

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ ES 2009/070417

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01R 33/05 (2006.01)

C23C 28/00 (2006.01)

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°
PCT/ ES 2009/070417

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

Ver hoja adicional

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01R, C23C

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES,EPODOC,WPI,CAPLUS

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones N°
Y	PIROTA, K.R., et al., Bi-magnetic microwires: a novel family of materials with controlled magnetic behavior, J. Magnetism and Magnetic Materials, 2005, Vol.290-291, págs. 68-73, resumen; apartados "2.Fabrication of multilayer microwires" y "5.Conclusions".	1-11
Y	US 4236230 A (THOMPSON et al.) 25.11.1980, resumen; columna 2, línea 23-columna 3, línea 11; columna 3, línea 58-columna 4, línea 39; columna 5, líneas 27-39.	1-11
A	WO 2007054602 A1 (CONSEJO SUPERIOR INVESTIGACION ; UNIV TECNOLOGICA DE VIENA ;) 18.05.2007.	1-12
A	EP 0763832 A1 (JAPAN RES DEV CORP) 19.03.1997.	1-12
A	WO 2008116427 A1 (CESKE VUT V PRAZE ; RIPKA PAVEL ; BUTTA MATTIA) 02.10.2008.	1-12

☐ En la continuación del Recuadro C se relacionan otros documentos ☒ Los documentos de familias de patentes se indican en el Anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.		
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.		

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.
12.Abril.2010 (12.04.2010)

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional
14-ABRIL-2010 (14/04/2010)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
O.E.P.M.

Funcionario autorizado
M. García Poza

Paseo de la Castellana, 75 28071 Madrid, España.
N° de fax 34 91 3495304

N° de teléfono +34 91 349 55 68

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional N°

PCT/ES 2009/070417

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
US 4236230 A	25.11.1980	GB 2010615 AB JP 54087440 A JP 60048113 B JP 1322225 C FR 2412172 AB US 4236230 A CA 1111969 A IT 1160329 B	27.06.1979 11.07.1979 25.10.1985 11.06.1986 13.07.1979 25.11.1980 03.11.1981 11.03.1987 11.03.1987
WO 2007054602 A1	18.05.2007	ES 2277770 A1	16.07.2007 16.07.2007
EP 0763832 A1	19.03.1997	EP 19960114631 JP 9082082 A JP 3321341 B US 5870328 A DE 69621727 T	12.09.1996 28.03.1997 03.09.2002 09.02.1999 30.01.2003 30.01.2003
WO 2008116427 A1	02.10.2008	CZ 299885 B CZ 20070220 A EP 2130056 A	17.12.2008 17.12.2008 09.12.2009

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional N°

PCT/ ES 2009/070417

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

G01R 33/05 (2006.01)

C23C 28/00 (2006.01)