



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00851**

(22) Data de depozit: **05.11.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29.03.2013** BOPI nr. **3/2013**

(41) Data publicării cererii:
28.05.2010 BOPI nr. **5/2010**

(73) Titular:

• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA MATERIALELOR,
STR.ATOMIȘTILOR NR.105 BIS,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:

• **KAPPEL WILHELM,
STR.VALEA ARGEȘULUI NR.11, BL.A 6,
SC.D, ET.3, AP.85, 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;**
• **PATROI EROS, STR.MIHAI BRAVU,
BL.E 15, SC.G, ET.1, AP.5,
CURTEA DE ARGEȘ, AG, RO;**

• **STANCU NICOLAE,**

**ALEEA DONEA DIANA ALEXANDRA NR.4,
BL.N 18, SC.3, AP.3, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **MANTA EUGEN, STR.INDEPENDENȚEI
NR.6, BL.STEROM, ET.2, AP.41, CÂMPINA,
PH, RO;**

• **VĂLEANU MIHAELA CRISTINA,
STR.GENERAL CRISTIAN TELL NR.27,
ET.7, AP.47, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **KUNCSER VICTOR EUGEN,
STR.CHILIA VECHIE NR.7, BL.710, SC.A,
ET.5, AP.18, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **TOLEA FELICIA,
BD.GENERAL VASILE MILEA NR.6, BL.A 4,
AP.36, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SOFRONIE MIHAELA, STR.DORNEASCA
NR.13, BL.P 80, SC.2, ET.7, AP.65,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

**US 6261385 B1; US 2007/0131309 A1;
JP 8335508 (A)**

(54) **MAGNET PERMANENT NANOCOMPOZIT IZOTROP ȘI
PROCEDEU DE OBȚINERE A ACESTUIA**



RO 125435 B1

1 Invenția se referă la un magnet permanent, nanocompozit, izotrop, pe bază de
Nd₂Fe₁₄B/Fe α și la un procedeu de obținere a acestuia.

3 Materialele magnetice nanocompozite sunt destinate realizării de magneți
permanenți, nanocompoziți, izotropi, utilizați de producătorii de echipamente ce folosesc
5 circuite magnetice cu magneți permanenți.

7 Sunt cunoscute materiale compozite, pentru magneți permanenți, realizate pe bază
de pământuri rare, și procedeele de obținere a acestora, care prezintă dezavantajul că sunt
constituite din materiale deficitare, cu prețuri ridicate, defectul principal al acestora fiind
9 corodarea, care conduce la deteriorarea fizică, dar și a proprietăților lor magnetice, în timp.

11 Documentul **US 6261385 B1** prezintă o metodă de producere a unui magnet și un
magnet nanocompozit, pe bază de aliaj Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe, care este constituit din amestec de
pulbere de fază magnetică dură de Nd₂Fe₁₄B și de fază moale de Fe α , metoda de producere
13 constând în solidificarea, prin suprarăcirea aliajului, pe un tambur rotitor, pentru obținere de
fază amorfă, formatarea magnetului, cu reîncălzire la 600...1000°C, pentru nucleația și
15 creșterea simultană a celor două faze, și cu deformarea blocului de material magnetic, prin
presare.

17 De asemenea, documentul **US 2007/0131309 A1** prezintă o metodă de producere
a unui magnet și un magnet nanocompozit pe bază de aliaj Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe, care este
19 constituit din amestec de pulbere de fază magnetică dură de Nd₂Fe₁₄B și de fază moale de
Fe α , metoda de producere constând în solidificarea, prin suprarăcirea aliajului, pe un tambur
21 rotitor, pentru obținerea de fază amorfă, și reîncălzire, pentru nucleația și creșterea simultană
a celor două faze, preferabil, tamburul rotitor fiind rotit cu circa 13 m/s, la presiune
23 atmosferică scăzută, pentru o viteză de răcire de 2,2...4,5x10⁵ K/s, când temperatura
tamburului scade de la 900 la 700°C, urmată de o răcire în aer.

25 De asemenea, documentul **JP 835508 A** prezintă o metodă de producere a unui
magnet și unui magnet nanocompozit pe bază de Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe, care este constituit din
27 amestec de pulbere de fază magnetică dură de Nd₂Fe₁₄B și de fază moale de Fe α , cu
particule cuplate magnetic și fixate în rășină epoxidică polimerizată.

29 Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în realizarea unor magneți
performanți, din benzi nanocompozite de NdFeB, cu o bună rezistență la coroziune și cu un
31 preț de cost mai scăzut.

33 Procedeu conform invenției rezolvă această problemă tehnică, prin aceea că
realizează obținerea unor materiale magnetice, nanocompozite, durificate, având
35 compozițiile Nd₂Fe₁₄B + x %Fe α (% masice), cu x = 5; 10 și 15, compuse din nanocristale
de fază magnetică dură (cu anizotropie uniaxială puternică) tip Nd₂Fe₁₄B, omogen distribuite
37 într-o fază magnetică moale (cu magnetizare la saturație mare) tip Fe α , printr-o succesiune
de trei faze, cuprinzând: o fază de producere a unei benzi amorfe precursorare, pe bază de
Nd₂Fe₁₄B/Fe α , prin solidificare ultrarapidă a aliajului topit, turnat printr-o duză, pe un tambur
39 rotitor; o fază de reîncălzire a benzii amorfe, obținută la peste 600°C, pentru inducerea
procesului de nanocristalizare și de cuplaj magnetic între faze; și o fază de fixare a benzii
41 magnetice, nanocompozite, compactate, în rășină epoxidică.

43 Pentru realizarea fazei de producere a benzii amorfe, precursorare, sunt utilizate
diferite variante compoziționale ale aliajului precursor, tip Nd_{11-x}Fe_{83+x+y}B_{6-y} (x = 0,5; y = 0,5
și 1) sau tip Nd_{11-x-z}Dy_zFe_{83+x+y}B_{6-y} (x = 0,5; y = 0,3; 0,46; 0,5; 0,6 și z = 0,9; 1 și 1,2), pornind
45 de la un prealiaj Nd-Fe (84%/16%) și un prealiaj Fe-B (20%/80%), banda amorfă obținută,
cu dimensiunile de 30÷40 μ m grosime, 1,5÷2 mm lățime și 150÷250 cm lungime, fiind supusă
47 unui tratament termic de încălzire la 650...750°C, în vid de 10⁻⁵ torr și răcire rapidă, pentru
nanocristalizare. La faza de fixare în rășină epoxidică, se utilizează un procent de 3...3,5%

RO 125435 B1

rășină, în care banda magnetică este compactată la o presiune de circa 8 tf/cm ² , reticularea rășinii fiind realizată la temperatura de 100...150°C, timp de 90÷60 min, magnetizarea fiind realizată la saturație, în impuls magnetic cu câmp de circa 45 kOe.	1 3
Magnetul permanent, nanocompozit, izotrop, obținut conform procedurii, este constituit din benzi de solidificare rapidă, din aliaj nanocompozit pe bază de Nd ₂ Fe ₁₄ B/α-Fe, ce are o fază magnetică dură de Nd ₂ Fe ₁₄ B și o fază moale de Feα, cuplate magnetic, benzile nanocompozite, menționate, fiind fixate rigid în rășină epoxidică polimerizată și magnetizate la saturație în impuls. Magnetul rezultat are o inducție remanentă B _r = 5,5...6,8 kGs, un câmp coercitiv al inducției: $B_c H_c = 3,5...4,8$ kOe, un câmp coercitiv intrinsec: $J H_c = 4,8...14,3$ kOe, energie magnetică specifică: $(BH)_{max} = 5,2...7,65$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă și inducția de saturație: $B_r/B_s = 0,71...0,78$.	5 7 9 11
Invenția prezintă următoarele avantaje:	
- față de magneții pe bază de pământuri rare, clasici, conținutul în pământuri rare al magneților conform invenției este cu 15...50% mai scăzut decât cel existent în magneții sinterizați sau aglomerați pe bază de pământuri rare;	13 15
- prin introducerea fierului, drept fază moale, se reduce prețul de cost, în condițiile păstrării performanțelor;	17
- rezistența la coroziune este ridicată, datorită conținutului redus de pământuri rare (faza intergranulară la NdFeB, constituită în mare majoritate din pământuri rare, este cauza rezistenței mici la coroziune a acestor magneți și aceasta este înlocuită, la aceste nanocompozite, de Fe ^α sau Fe ₃ B);	19 21
- acoperirea granulelor de fază dură (Nd ₂ Fe ₁₄ B) cu fier conduce la reducerea efectelor de coroziune;	23
- magneții conform invenției au o mai bună rezistență mecanică (la rupere), datorită structurii cu nanogrăunți fini și a existenței unei faze relativ moi, α-Fe.	25
Invenția este prezentată larg, în continuare, în legătură și cu fig. 1...4, care reprezintă:	
- fig. 1, ciclul de histerezis al benzii Nd ₁₁ Fe ₈₃ B ₆ (A1), ridicat la temperatura camerei, după tratament termic la temperatura de 750°C, timp de 5 min; ($M_s = 107$ Gs·cm ³ /g, $M_r = 84$ Gs·cm ³ /g; $H_c = 8,55$ kOe);	27 29
- fig. 2, ciclul de histerezis al benzii Nd _{10,5} Fe ₈₄ B _{5,5} (A2), ridicat la temperatura camerei, după tratament termic la temperatura de 750°C, timp de 3 min; ($M_s = 119$ Gs·cm ³ /g, $M_r = 83$ Gs·cm ³ /g; $H_c = 5,3$ kOe);	31
- fig. 3, ciclul de histerezis al benzii Nd ₁₀ Fe ₈₅ B ₅ (A3), ridicat la temperatura camerei, după tratament termic la temperatura de 700°C, timp de 3 min; ($M_s = 128$ Gs·cm ³ /g, $M_r = 88$ Gs·cm ³ /g; $H_c = 4,7$ kOe);	33 35
- fig. 4, ciclul de histerezis al benzii Nd ₉₅ Dy ₁ Fe ₈₄ B _{5,5} (A4) ridicat la temperatura camerei, după tratament termic la temperatura de 730°C, timp de 2 min; ($M_s = 119$ Gs·cm ³ /g, $M_r = 92$ Gs·cm ³ /g, $H_c = 4,93$ kOe).	37
Conform invenției, magnetul permanent, nanocompozit, izotrop, propus, este constituit din benzi de solidificare rapidă, din aliaj nanocompozit pe bază de Nd ₂ Fe ₁₄ B/α-Fe, ce are o fază magnetică dură de Nd ₂ Fe ₁₄ B și o fază moale de Feα, cuplate magnetic, benzile nanocompozite, menționate, fiind fixate rigid în rășină epoxidică polimerizată și magnetizate la saturație în impuls. Magnetul rezultat are o inducție remanentă: B _r = 5,5...6,8 kGs, un câmp coercitiv al inducției: $B_c H_c = 3,5...4,8$ kOe, un câmp coercitiv intrinsec: $J H_c = 4,8...14,3$ kOe, energie magnetică specifică: $(BH)_{max} = 5,2...7,65$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă și inducția de saturație: $B_r/B_s = 0,71...0,78$.	39 41 43 45

RO 125435 B1

1 Fenomenul principal, utilizat în obținerea magnetizării conform invenției, constă în
faptul că, în cazul în care faza magnetică moale (Fe_{∞}) are dimensiunea de ordinul de
3 mărime: 10 nm (dimensiunea pereților Bloch ai fazei dure), se produce un cuplaj prin schimb
între cele două faze, ceea ce are ca efect amplificarea magnetizării remanente ($M_r > M_{s/2}$).
5 Materialul nanocompozit se comportă ca un material omogen, ce preia proprietățile
magnetice, specifice celor două faze: anizotropie magnetică uniaxială, a fazei magnetice
7 dure și magnetizare la saturație ridicată, a fazei moi.

Invenția se referă și la un procedeu de obținere a unui magnet permanent,
9 nanocompozit, izotrop, cu structura: $Nd_2Fe_{14}B/Fe \alpha$, care se caracterizează prin aceea că,
în scopul introducerii cuplajului prin schimb între cele două faze magnetice, se prepară inițial
11 benzi amorfe, precursorare, pe bază de $Nd_2Fe_{14}B/Fe\alpha$, prin solidificare ultrarapidă, prin
turnare, printr-o duză de 0,3...0,5 mm, pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială v , a
13 tamburului, cuprinsă în intervalul 35...40 m/s, și suprapresiune de argon la ejectarea topiturii
 $\Delta p = 0,40...0,50$ atm, în diferite variante compoziționale (în % atomice): $Nd_{11-x} Fe_{83+x+y} B_{6-y}$
15 (unde $x = 0,5$; 1,0 și $y = 0,5$ și 1) sau cu substituții ale neodimului cu dysprosiu: Nd_{11-x-z}
 $Dy_z Fe_{83+x+y} B_{6-y}$ (unde $x = 0,5$ și $y = 0,3$; 0,46; 0,5; 0,6 și $z = 0,9$; 1 și 1,2), pornindu-se de la
17 următoarele materii prime: prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd, 16% masice Fe), fier tehnic pur
(puritate 99,90%, fierul fiind supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de
19 hidrogen, la temperaturi de 800...850°C, timp de 2 h), dysprosiu (puritate 99,99%) și un
prealiaj Fe-B (cu 20% masice B, 80% masice Fe). După dozare, materiile prime metalice au
21 fost degresate cu solvenți organici (acetona), înainte de a fi introduse în creuzetul din cuarț,
pentru a fi topite. După solidificare ultrarapidă, benzile amorfe (de 30...40 μm grosime,
23 1,5...2 mm lățime și 150...250 cm lungime) sunt supuse unui tratament termic de cristalizare
în vid (10^{-5} Torr), timp de 3...5 min, la temperaturi situate în intervalul 650...750°C, în scopul
25 inducerii procesului de nanocristalizare și a cuplajului magnetic între cele două faze
cristaline. După tratamentul termic, benzile din aliaj $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$ au fost rigidizate pentru
27 caracterizare magnetică, prin amestecare cu rășină epoxidică, în proporție de 3...3,5%
masice, compactare la o presiune de 8 tf/cm² și polimerizare, pentru reticularea rășinii, la
29 temperaturi de 100...150°C, timp de 90...60 min. După polimerizare, compactele au fost
magnetizate la saturație în impuls, la un câmp magnetic de 45 kOe.

31 Se prezintă, în continuare, câteva exemple de realizare a procedurii conform
invenției.

33 **Exemplul 1.** Pentru obținerea unui nanocompozit (A1) tip $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (în % atomice),
s-au topit 3 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd și 16% masice Fe) cu 0,52 g de prealiaj
35 Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), împreună cu 6,48 g fier tehnic pur (puritate 99,9%),
care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen, timp de
37 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare, materiile prime metalice au fost degresate cu
solvenți organici (acetona). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea
39 rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială
 $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul duzei de
41 evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de 0,4 mm. Benzile astfel obținute
au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2 mm și grosimi de circa 30...40 μm ,
43 aspectul lor fiind metalic, lucios.

Conform difractogramelor de raze X și analizelor spectrelor Mossbauer, benzile
45 obținute sunt în stare amorfă, fapt datorat vitezei mari de răcire a topiturii.

În stare netratată, datorită dispersiei ionilor magnetici de fier și neodim, în matricea
47 amorfă, magnetizația la saturație a benzilor cu compoziția $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1) a fost de circa 128
Gs·cm³/g, iar coercivitatea a fost de circa 100 Oe.

RO 125435 B1

Benzile amorfe de $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1), astfel preparate, au fost supuse unui tratament termic, la temperatura de $750^{\circ}C$, timp de 5 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de $750^{\circ}C$; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 5 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1) au fost analizate structural, difracția de raze X indicând prezența fazei dure cu simetrie tetragonală, a fazei moi cu simetrie cubică și a unui rest de fază amorfă. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui magnetometru cu extracție, la temperatura camerei, prin trasarea curbei de histerezis pe o bandă așezată cu direcția de solidificare paralelă cu cea a câmpului magnetic.

În fig. 1 este prezentată curba de histerezis obținută pe banda cu compoziția $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1), după tratamentul termic. Magnetizarea remanentă este 0,8 din cea la saturație, iar câmpul coercitiv este de 8,5 kOe.

Exemplul 2. Pentru obținerea unui nanocompozit (A2) $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (în % atomice), s-au topit 2,88 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd, 16% masice Fe) cu 0,47 g de prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), împreună cu 6,65 g fier tehnic pur (puritate 99,9%), care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen, timp de 2 h, la temperatura de $850^{\circ}C$. După dozare, materiile prime metalice au fost degresate cu solvenți organici (acetonă). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială: $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de 0,4 mm. Benzile astfel obținute au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2,0 mm și grosimi de circa 30...40 μm , aspectul lor fiind metalic, lucios.

Conform difractogramelor de raze X și analizelor spectrelor Mossbauer, benzile obținute sunt în stare amorfă, fapt datorat vitezei mari de răcire a topiturii.

În stare netratată, datorită dispersiei ionilor magnetici de fier și neodim în matricea amorfă, magnetizația la saturație a benzilor cu compoziția $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (A2) a fost de circa 130 Gs \cdot cm³/g, iar coercivitatea a fost de circa 90 Oe.

Benzile amorfe de $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (A2), astfel preparate, au fost supuse unui tratament termic la temperatura de $750^{\circ}C$, timp de 3 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de $750^{\circ}C$; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 3 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile de $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (A2) au fost analizate structural, difracția de raze X indicând prezența fazei dure cu simetrie tetragonală, a fazei moi cu simetrie cubică și a unui rest de fază amorfă. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui magnetometru cu extracție, la temperatura camerei, prin trasarea curbei de histerezis pe o bandă așezată cu direcția de solidificare paralelă cu cea a câmpului magnetic.

În fig. 2 este prezentată curba de histerezis obținută pe banda cu compoziția $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (A2), după tratamentul termic. Magnetizarea remanentă este 0,7 din cea la saturație, iar câmpul coercitiv este de 5,3 kOe.

În cazul acestor benzi din aliaj $Nd_{10,5}Fe_{84}B_{5,5}$ (A2), s-au obținut următoarele valori: magnetizația la saturație: $M_s = 119$ Gs \cdot cm³/g, magnetizarea remanentă: $M_r = 83$ Gs \cdot cm³/g, iar câmpul coercitiv: $H_c = 5,3$ kOe.

RO 125435 B1

1 **Exemplul 3.** Pentru obținerea unui nanocompozit (A3) $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (în % atomice),
s-au topit 2,75 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd, 16% masice Fe) cu 0,43 g de prealiaj
3 Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), împreună cu 6,82 g fier tehnic pur (puritate 99,9%),
care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen, timp de
5 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare, materiile prime metalice au fost degresate cu
solvenți organici (acetona). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea
7 rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială
 $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului: $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul duzei de
9 evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de 0,4 mm. Benzile astfel obținute
au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2,0 mm și grosimi de circa 30...40 μm ,
11 aspectul lor fiind metalic, lucios.

Conform difractogramelor de raze X și analizelor spectrelor Mossbauer, benzile
13 obținute sunt în stare amorfă, fapt datorat vitezei mari de răcire a topiturii.

În stare netratată, datorită dispersiei ionilor magnetici de fier și neodim în matricea
15 amorfă, magnetizația la saturație a benzilor cu compoziția $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (A3) a fost de circa 136
Gs·cm³/g, iar coercivitatea a fost de circa 60 Oe.

17 Benzile amorfe de $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (A3), astfel preparate, au fost supuse unui tratament
termic la temperatura de 700°C, timp de 3 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din
19 cuarț, în vid de 10⁻⁵ Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la
temperatura de 700°C; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute
21 în cuptor timp de 3 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile de $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (A3) au fost analizate structural,
23 difracția de raze X indicând prezența fazei dure cu simetrie tetragonală, a fazei moi cu
simetrie cubică și a unui rest de fază amorfă. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul
25 unui magnetometru cu extracție, la temperatura camerei, prin trasarea curbei de histerezis
pe o bandă așezată cu direcția de solidificare paralelă cu cea a câmpului magnetic.

În fig. 3, este prezentată curba de histerezis obținută pe banda cu compoziția
27 $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (A3), după tratamentul termic. Magnetizarea remanentă este 0,68 din cea la
saturație, iar câmpul coercitiv este de 4,7 kOe.

În cazul benzii de $Nd_{10}Fe_{84}B_5$ (A3), s-au obținut următoarele valori: magnetizația la
31 saturație: $M_s = 128$ Gs·cm³/g, magnetizarea remanentă: $M_r = 88$ Gs·cm³/g, iar câmpul
coercitiv: $H_c = 4,7$ kOe.

33 **Exemplul 4.** Pentru obținerea unui nanocompozit (A4) din $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (în %
atomice), s-au topit 2,60 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd, 16% masice Fe) cu 0,47 g de
35 prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), cu 0,26 g Dy (puritate 99,99%), împreună cu
6,67g fier tehnic pur (puritate 99,9%), fier care a fost supus inițial unui tratament termic de
37 reducere în atmosferă de hidrogen, timp de 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare,
materiile prime metalice au fost degresate cu solvenți organici (acetona). Topirea s-a realizat
39 într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un
tambur rotitor, cu viteza tangențială $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului
41 $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost
de 0,4 mm.

43 Benzile astfel obținute au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2,0 mm și grosimi
de circa 30...40 μm , aspectul lor fiind metalic, lucios.

45 Conform difractogramelor de raze X și analizelor spectrelor Mossbauer, benzile
obținute sunt în stare amorfă, fapt datorat vitezei mari de răcire a topiturii.

RO 125435 B1

În stare netratată, datorită dispersiei ionilor magnetici de fier și neodim în matricea amorfă, magnetizația la saturație a benzilor cu compoziția $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (A4) a fost de circa $125 \text{ G}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, iar coercivitatea a fost de circa 100 Oe . 1
3

Benzile amorfe de $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (A4), astfel preparate, au fost supuse unui tratament termic la temperatura de 730°C , timp de 2 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de 730°C ; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 2 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață. 5
7

După tratamentul termic, benzile de $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (A4) au fost analizate structural, difracția de raze X indicând prezența fazei dure cu simetrie tetragonală, a fazei moi cu simetrie cubică și a unui rest de fază amorfă. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui magnetometru cu extracție, la temperatura camerei, prin trasarea curbei de histerezis pe o bandă așezată cu direcția de solidificare paralelă cu cea a câmpului magnetic. 9
11
13

În fig. 4, este prezentată curba de histerezis obținută pe banda cu compoziția $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (A4) după tratamentul termic. Magnetizarea remanentă este de $0,77$ din cea la saturație, iar câmpul coercitiv este de $4,93 \text{ kOe}$. 15

În cazul benzii de $Nd_{9,5}Dy_1Fe_{84}B_{5,5}$ (A4), s-au obținut următoarele valori: magnetizația la saturație: $M_s = 119 \text{ G}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, magnetizarea remanentă: $M_r = 92 \text{ G}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, iar câmpul coercitiv: $H_c = 4,93 \text{ kOe}$. 17
19

Exemplul 5. Pentru obținerea de magneți nanocompoziți, izotropi, cu compoziția (A1) $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (în % atomice), s-au topit 3 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd și 16% masice Fe) cu 0,52 g de prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), împreună cu 6,48 g fier tehnic pur (puritate 99,9%), care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen, timp de 2 h, la temperatura de 850°C . După dozare, materiile prime metalice au fost degresate cu solvenți organici (acetonă). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială: $v = 40 \text{ m/s}$, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului $\Delta p = 0,35 \text{ atm}$. Diametrul duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de $0,4 \text{ mm}$. Benzile astfel obținute au avut lungimi de $150 \dots 250 \text{ mm}$, lățimi de $1,50 \dots 2 \text{ mm}$ și grosimi de circa $30 \dots 40 \mu\text{m}$, aspectul lor fiind metalic, lucios. 21
23
25
27
29

Densitatea benzilor din aliaj magnetic cu compoziție (A1) $Nd_{11}Fe_{83}B_6$, măsurată prin metoda hidrostatică, a fost de $7,56 \text{ g}/\text{cm}^3$. 31

În stare netratată, datorită dispersiei ionilor magnetici de fier și neodim în matricea amorfă, magnetizația la saturație a benzilor cu compoziția $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1) a fost de circa $128 \text{ G}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, iar coercivitatea a fost de circa 100 Oe . 33
35

Benzile amorfe, preparate din aliaj $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1), au fost supuse unui tratament termic, la temperaturi cuprinse între 650 și 750°C , timp de $3 \dots 5$ min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de tratament termic; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de $3 \dots 5$ min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață. 37
39
41

După tratamentul termic, benzile din aliaj $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ (A1) au fost rigidizate pentru caracterizarea magnetică, prin amestecare cu rășină epoxidică, în proporție de $3 \dots 3,5\%$ masice, compactare la o presiune de $8 \text{ tf}/\text{cm}^2$ și polimerizate, pentru reticularea rășinii, la temperaturi de $100 \dots 150^\circ\text{C}$, timp de $90 \dots 60$ min. După polimerizare, compactele au fost magnetizate la saturație în impuls, la un câmp magnetic de 45 kOe . Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui histerezisgraf, la temperatura camerei, prin trasarea 43
45
47

RO 125435 B1

1 cadranului II al curbei de histerezis. S-au obținut următoarele valori: inducția remanentă: B_r
= 6 kGs, câmpul coercitiv al inducției: $B_Hc = 4,2$ kOe, câmpul coercitiv intrinsec: $J_Hc = 8,5$
3 kOe, energia magnetică specifică: $(BH)_{max} = 6,3$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă
și inducția la saturație: $B_r/B_s = 0,71$.

5 **Exemplul 6.** Pentru obținerea de magneți nanocompoziți, izotropi, cu compoziție (A5)
 $Nd_8Fe_{86}B_6$ (în % atomice), s-au topit 22,81 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd și 16%
7 masice Fe) cu 5,38 g de prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe), împreună cu 71,80 g
fier tehnic pur (puritate 99,9%), care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere
9 în atmosferă de hidrogen, timp de 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare, materiile
prime metalice au fost degresate cu solvenți organici (acetonă). Topirea s-a realizat într-un
11 creuzet din cuarț, iar solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur
rotitor, cu viteza tangențială: $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului: $\Delta p =$
13 0,35 atm. Diametrul duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de
0,4 mm. Benzile astfel obținute au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2 mm și
15 grosimi de circa 30...40 μm , aspectul lor fiind metalic, lucios.

Densitatea benzilor din aliaj magnetic cu compoziție (A5) $Nd_8Fe_{86}B_6$, măsurată prin
17 metoda hidrostatică, a fost de 7,59 g/cm³.

Benzile amorfe, preparate din aliaj $Nd_8Fe_{86}B_6$ (A5), au fost supuse unui tratament
19 termic, la temperaturi cuprinse între 650 și 750°C, timp de 3...5 min, în vid. Benzile au fost
închise într-un tub din cuarț, în vid de 10⁻⁵ Torr, prevăzută cu un termocuplu și introduse în
21 cuptorul preîncălzit la temperatura de tratament termic; benzile au ajuns la temperatura
cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 3...5 min și apoi răcite rapid, într-un
23 vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile din aliaj $Nd_8Fe_{86}B_6$ (A5) au fost rigidizate pentru
25 caracterizare magnetică, prin amestecare cu rășină epoxidică, în proporție de 3...3,5%
masice, compactare la o presiune de 8 tf/cm² și polimerizare, pentru reticularea rășinii, la
27 temperaturi de 100...150°C, timp de 90...60 min. După polimerizare, compactele au fost
magnetizate la saturație în impuls, la un câmp magnetic de 45 kOe. Caracterizarea
29 magnetică s-a făcut cu ajutorul unui histerezisgraf, la temperatura camerei, prin trasarea
cadranului II al curbei de histerezis. S-au obținut următoarele valori: inducția remanentă: B_r
31 = 6,5 kGs, câmpul coercitiv al inducției: $B_Hc = 3,5$ kOe, câmpul coercitiv intrinsec: $J_Hc =$
4,8 kOe, energia magnetică specifică: $(BH)_{max} = 5,2$ MGOe și raportul dintre inducția
33 remanentă și inducția la saturație: $B_r/B_s = 0,78$.

5 **Exemplul 7.** Pentru obținerea de magneți nanocompoziți, izotropi, cu compoziție (A8)
35 $Nd_{7,5}Dy_{1,2}Fe_{85,76}B_{5,54}$ (în % atomice), s-au topit 21,02 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd și
16% masice Fe) cu 4,88 g de prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe) și cu 3,97 g
37 Dy-Fe (80% masice Dy și 20% masice Fe), împreună cu 70,11 g fier tehnic pur (puritate
99,9%), care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen,
39 timp de 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare, materiile prime metalice au fost
degresate cu solvenți organici (acetonă). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar
41 solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza
tangențială: $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului: $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul
43 duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de 0,4 mm. Benzile astfel
obținute au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2 mm și grosimi de circa
45 30...40 μm , aspectul lor fiind metalic, lucios.

Densitatea benzilor din aliaj magnetic cu compoziție (A8) $Nd_{7,5}Dy_{1,2}Fe_{85,76}B_{5,54}$,
47 măsurată prin metoda hidrostatică, a fost de 7,59 g/cm³.

RO 125435 B1

Benzile amorfe, preparate, din aliaj $Nd_{7,5}Dy_{1,2}Fe_{85,76}B_{5,54}$ (A8), au fost supuse unui tratament termic, la temperaturi cuprinse între 650 și 750°C, timp de 3...5 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de tratament termic; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 3...5 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile din aliaj $Nd_{7,5}Dy_{1,2}Fe_{85,76}B_{5,54}$ (A8) au fost rigidizate pentru caracterizare magnetică, prin amestecare cu rășină epoxidică, în proporție de 3...3,5% masice, compactare la o presiune de 8 tf/cm² și polimerizare, pentru reticularea rășinii, la temperaturi de 100...150°C, timp de 90...60 min. După polimerizare, compactele au fost magnetizate la saturație în impuls, la un câmp magnetic de 45 kOe. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui histerezisgraf, la temperatura camerei, prin trasarea cadranelui II al curbei de histerezis. S-au obținut următoarele valori: inducția remanentă: $B_r = 5,75$ kGs, câmpul coercitiv al inducției: $B_Hc = 4,8$ kOe, câmpul coercitiv intrinsec: $J_Hc = 14,3$ kOe, energia magnetică specifică: $(BH)_{max} = 6,96$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă și inducția la saturație: $B_r/B_s = 0,75$.

Exemplul 8. Pentru obținerea de magneți nanocompoziți, izotropi, cu compoziție (A12) $Nd_{7,5}Dy_{0,9}Fe_{85,90}B_{5,7}$ (în % atomice), s-au topit 21,15 g de prealiaj Nd-Fe (84% masice Nd și 16% masice Fe) cu 5,06 g de prealiaj Fe-B (20% masice B, 80% masice Fe) și cu 3,0 g Dy-Fe (80% masice Dy și 20% masice Fe), împreună cu 70,77 g fier tehnic pur (puritate 99,9%), care a fost supus inițial unui tratament termic de reducere în atmosferă de hidrogen, timp de 2 h, la temperatura de 850°C. După dozare, materiile prime metalice au fost degresate cu solvenți organici (acetonă). Topirea s-a realizat într-un creuzet din cuarț, iar solidificarea rapidă a topiturii s-a realizat prin turnare pe un tambur rotitor, cu viteza tangențială $v = 40$ m/s, cu ajutorul unei suprapresiuni a argonului: $\Delta p = 0,35$ atm. Diametrul duzei de evacuare a topiturii practicate în creuzetul din cuarț a fost de 0,4 mm. Benzile astfel obținute au avut lungimi de 150...250 mm, lățimi de 1,50...2 mm și grosimi de circa 30...40 μm, aspectul lor fiind metalic, lucios.

Densitatea benzilor din aliaj magnetic cu compoziție (A12) $Nd_{7,5}Dy_{0,9}Fe_{85,90}B_{5,7}$, măsurată prin metoda hidrostatică, a fost de 7,55 g/cm³.

Benzile amorfe, preparate din aliaj $Nd_{7,5}Dy_{0,9}Fe_{85,90}B_{5,7}$ (A12), au fost supuse unui tratament termic, la temperaturi cuprinse între 650 și 750°C, timp de 3...5 min, în vid. Benzile au fost închise într-un tub din cuarț, în vid de 10^{-5} Torr, prevăzut cu un termocuplu și introduse în cuptorul preîncălzit la temperatura de tratament termic; benzile au ajuns la temperatura cuptorului în 5 min, au fost menținute în cuptor timp de 3...5 min și apoi răcite rapid, într-un vas cu apă și gheață.

După tratamentul termic, benzile din aliaj $Nd_{7,5}Dy_{0,9}Fe_{85,90}B_{5,7}$ (A12) au fost rigidizate pentru caracterizarea magnetică, prin amestecare cu rășină epoxidică, în proporție de 3...3,5% masice, compactare la o presiune de 8 tf/cm² și polimerizare, pentru reticularea rășinii, la temperaturi de 100...150°C, timp de 90...60 min. După polimerizare, compactele au fost magnetizate la saturație în impuls, la un câmp magnetic de 45 kOe. Caracterizarea magnetică s-a făcut cu ajutorul unui histerezisgraf, la temperatura camerei, prin trasarea cadranelui II al curbei de histerezis. S-au obținut următoarele valori: inducția remanentă: $B_r = 6,80$ kGs, câmpul coercitiv al inducției: $B_Hc = 4,5$ kOe, câmpul coercitiv intrinsec: $J_Hc = 7,50$ kOe, energia magnetică specifică: $(BH)_{max} = 7,65$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă și inducția la saturație: $B_r/B_s = 0,75$.

RO 125435 B1

Revendicări

1

3

1. Magnet permanent, nanocompozit, izotrop, constituit din benzi de solidificare rapidă, din aliaj nanocompozit pe bază de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha\text{-Fe}$, ce are o fază magnetică dură de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ și o fază moale de $\text{Fe}\alpha$, cuplate magnetic, **caracterizat prin aceea că** benzile nanocompozite menționate sunt fixate rigid în rășină epoxidică, polimerizată și magnetizate la saturație în impuls, magnetul având o inducție remanentă: $B_r = 5,5 \dots 6,8$ kGs, un câmp coercitiv al inducției: ${}_B H_c = 3,5 \div 4,8$ kOe, un câmp coercitiv intrinsec: ${}_J H_c = 4,8 \div 14,3$ kOe, energie magnetică specifică: $(BH)_{\text{max}} = 5,2 \div 7,65$ MGOe și raportul dintre inducția remanentă și inducția de saturație: $B_r/B_s = 0,71 \div 0,78$.

11

2. Procedeu de obținere a unui magnet permanent, nanocompozit, izotrop, cuprinzând o fază de producere a unei benzi amorfe, precursorare, pe bază de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\text{Fe}\alpha$, prin solidificarea ultrarapidă a aliajului topit, turnat, printr-o duză, pe un tambur rotitor, o fază de reîncălzire a benzii amorfe obținută, la peste 600°C , urmată de răcire, pentru inducerea procesului de nanocristalizare și de cuplaj magnetic între faze, și o fază de fixare în rășină epoxidică, **caracterizat prin aceea că**, pentru realizarea fazei de producere a benzii amorfe, precursorare, sunt utilizate diferite variante compoziționale ale aliajului precursor, tip $\text{Nd}_{11-x}\text{Fe}_{83+x+y}\text{B}_{6-y}$ ($x = 0,5$; $y = 0,5$ și 1) sau tip $\text{Nd}_{11-x-z}\text{Dy}_z\text{Fe}_{83+x+y}\text{B}_{6-y}$ ($x = 0,5$; $y = 0,3$; $0,46$; $0,5$; $0,6$ și $z = 0,9$; 1 și $1,2$), pornind de la un prealiaj Nd-Fe (84%/16%) și un prealiaj Fe-B (20%/80%), banda amorfă, obținută, cu dimensiunile de $30 \div 40$ μm grosime, $1,5 \div 2$ mm lățime și $150 \div 250$ cm lungime, fiind supusă unui tratament termic de încălzire la $650 \dots 750^\circ\text{C}$, în vid de 10^{-5} torr, și răcire rapidă, pentru nanocristalizare, iar la faza de fixare în rășină epoxidică, se utilizează un procent de 3..3,5% rășină, în care banda magnetică este compactată, la o presiune de circa 8 tf/cm^2 , reticularea rășinii fiind realizată la $100 \dots 150^\circ\text{C}$, timp de $90 \div 60$ min, magnetizarea fiind relizată la saturație, în impuls magnetic, cu câmp de circa 45 kOe.

13

15

17

19

21

23

25

(51) Int.Cl.

H01F 1/08 (2006.01),

H01F 1/053 (2006.01),

B22D 11/112 (2006.01),

C22C 38/32 (2006.01)

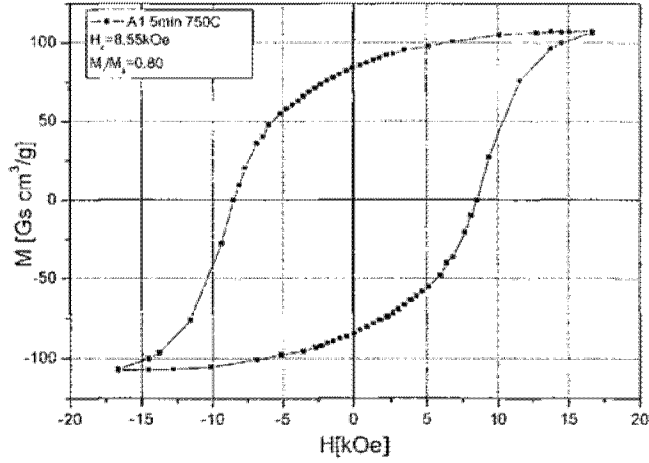


Fig. 1

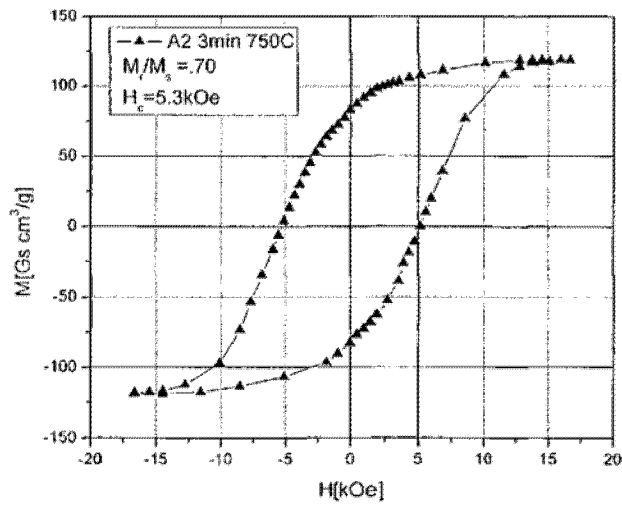


Fig. 2

(51) Int.Cl.

H01F 1/08 (2006.01),

H01F 1/053 (2006.01),

B22D 11/112 (2006.01),

C22C 38/32 (2006.01)

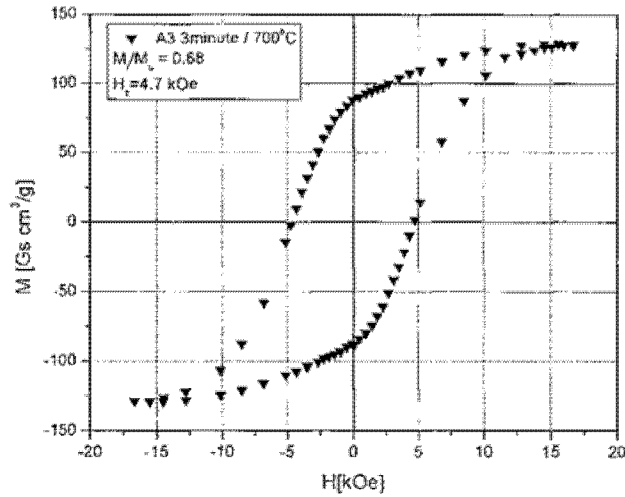


Fig. 3

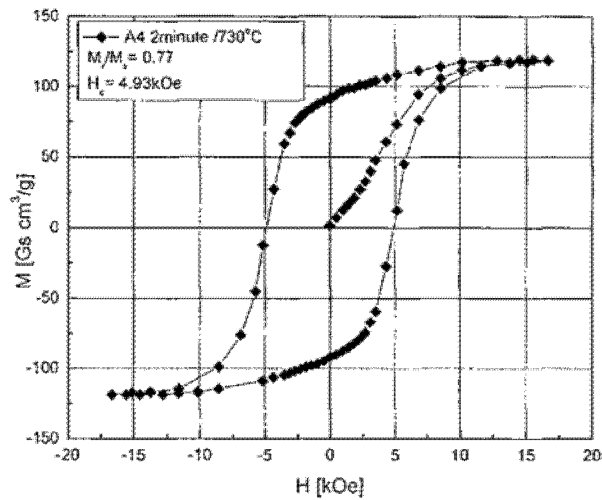


Fig. 4



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
 Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
 sub comanda nr. 216/2013