



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00700**

(22) Data de depozit: **19/09/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/12/2016** BOPI nr. **12/2016**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2015 BOPI nr. **6/2015**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA TEHNICĂ DIN
CLUJ-NAPOCA, STR.MEMORANDUMULUI
NR.28, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(72) Inventatori:
• **CHICINAȘ IONEL, STR. GODEANU NR.8,
AP.7, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **MARINCA TRAIAN FLORIN,
STR. MOȘILOR NR. 35, AP. 1E,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **POPA FLORIN, ALEEA 1 MAI, BL. B2,
SC. 2, AP. 9, HUEDIN, CJ, RO;**
• **NEAMȚU BOGDAN VIOREL, NR. 197,
SAT GÊLU, COMUNA TEREBEȘTI, SM, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

**I. CHICINAȘ, B. NEAMȚU, O. ISNARD, F.
POPA, V. POP, E. DOROLTI, "ADVANCED
POWDER METALLURGY: THE
INFLUENCE OF THE WET-MILLING
PROCESS ON THE PROPERTIES OF Ni₃Fe
AND SUPERMALLOY MAGNETIC
POWDERS", VOL.1, EUROPEAN
CONGRESS AND EXHIBITION ON
POWDER METALLURGY, EUROPEAN PM
CONFERENCE, 2008; I. CHICINAȘ, O.
ISNARD, H. CHIRIAC, F. POPA, V. POP,
C.V. PRICĂ, B. V. NEAMȚU, T.F. MARINCA,
"MAGNETIC AND THERMOMAGNETIC
STUDIES OF THE FORMATION OF THE
RHOMETAL POWDERS BY HIGH ENERGY
MECHANICAL MILLING", NO.1, VOL. 303,
JOURNAL OF PHYSICS: CONFERENCE
SERIES, 2011.**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNEI PULBERI
NANOSTRUCTURATE DE TIPUL PERMALLOY
(SUPERMALLOY)/RHOMETAL**



1 Inventția se referă la un procedeu de obținere a unei pulberi compozite nanocristaline,
de tipul pseudo „core-shell”, formată din particule compozite care au un miez din aliaj de tipul
3 Permalloy (Ni_3Fe) sau Supermalloy (79Ni16Fe5Mo), cu structură nanocristalină și un strat
exterior format din aliaj bogat în Fe, cu compoziția aliajului clasic Rhometal (64Fe36Ni),
5 obținut prin microaliere.

Aliajele policristaline din sistemul Ni-Fe, cu o compoziție de 50...80% Ni, sunt generic
7 cunoscute ca aliaje Permalloy. Compusul intermetalic Ni_3Fe este unul dintre aceste aliaje cu
excelente proprietăți de material magnetic moale (magnetizare bună, permeabilitate
9 magnetică foarte mare), datorită faptului că în jurul acestei compoziții constantele de
magnetostricțiune și de anizotropie magnetocristalină trec prin zero. Alierea mecanică s-a
11 dovedit o metodă potrivită pentru obținerea compusului intermetalic Ni_3Fe în stare
nanocristalină, cât și a aliajelor de tip Supermalloy (O. Isnard, V. Pop, I. Chicinaș, Journal
13 of Magnetism and Magnetic Materials, 290-291 (2005) 1535-1538). Pulberile nanocristaline
de tipul Ni_3Fe au fost folosite pentru a realiza materiale compozite de tipul pulbere
15 feromagnetică-dielectric.

Creșterea conținutului de Fe în aliajele Ni-Fe duce la creșterea rezistivității electrice,
17 cea mai mare rezistivitate electrică fiind pentru un conținut de 64% Fe, compoziție la care
s-a dezvoltat aliajul clasic numit „Rhometal” (B.D. Cullity, C.D. Graham, *“Introduction to
19 Magnetic Materials”*, New Jersey, ed. II, IEEE Press & Wiley, 2009). Dezvoltarea unui
material compozit de tipul Permalloy/Rhometal, în care clusteri de Permalloy (Supermalloy)
21 să fie acoperiți cu un strat subțire de aliaj Rhometal, ar putea combina caracteristicile
magnetice foarte bune ale Permalloy-ului cu rezistivitatea ridicată a aliajului Rhometal.

În lucrarea: *“Magnetic and thermomagnetic studies of the formation of the
23 Rhometal powders by high energy mechanical milling”*, autori: I. Chicinaș, O. Isnard,
25 H. Chiriac, F. Popa, V. Pop, C.V. Prică, B.V. Neamțu, T.F. Marinca, publicată în *Journal
of Physics: Conference series, No.1, Vol. 303 (2011)*, se prezintă un procedeu de obținere
27 a unui aliaj nanocristalin tip Rhometal, prin măcinare umedă de aliere mecanică în atmosferă
de Ar a unui amestec de pulbere a metalelor de aliere, timp de 8...20 h, realizată după
29 recoacerea acestuia la circa 350°C, timp de 4 h.

De asemenea, în lucrarea: *“Consolidation and DC magnetic properties of
31 nanocrystalline Supermalloy/iron composite cores prepared by spark plasma
sintering”*, publicată de B.V. Neamțu, I. Chicinaș, O. Isnard, I. Ciascal, F. Popa, T.F.
33 Marinca în *Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 353, March (2014), pp. 6-
10*, se prezintă un procedeu de producere a unui compozit tip Supermalloy/fier prin
35 sinterizare realizată cu descărcare în plasmă a unui amestec de pulbere nanocristalină de
Supermalloy și pulbere de fier, cu producerea unei interfețe din Rhometal la suprafața
37 particulelor de pulbere de Supermalloy, care devin astfel tip pseudo “core-shell”.

Scopul obținerii acestei pulberi pseudo „core-shell” este de a fi utilizată la fabricarea
39 miezurilor magnetice cu proprietăți bune de material magnetic moale și, în același timp, cu
o rezistivitate electrică ridicată, utilizabile în curent alternativ la frecvențe medii.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unei pulberi tip pseudo
41 „core-shell” cu un miez de Permalloy sau Supermalloy, și un strat exterior format din particule
43 de aliaj Fe-Ni cu compoziție variabilă, specifică aliajului Rhometal, utilizabilă la fabricarea de
miezuri magnetice pentru frecvențe medii.

Procedeu de obținere a unei pulberi nanostructurate de tipul Permalloy
45 (Supermalloy)/Rhometal, conform invenției, realizează, într-o primă fază, un amestec din pulbere
47 cu un raport: pulbere nanocristalină de Permalloy (Ni_3Fe) sau Supermalloy (79Ni16Fe5Mo)

RO 130354 B1

cu granulație mare și pulbere de Fe carbonil cu granulație mică (6...9 μm), cuprins între 92/8 și 60/40, care apoi este supus unor faze de omogenizare uscată sau umedă, în prezența unui surfactant, tratare termică la 400...600°C, timp de 1 h, sau presarea compactului crud la presiunea de 300...600 MPa, cu tratare termică în atmosferă de argon la 400...550°C, timp de 1 h, urmată de mojarare sau măcinare ușoară a compactului crud, și cernerea pulberii prin sita de 40 μm, pentru eliminarea particulelor în surplus.	1
Pulberea nanostructurată de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal, obținută prin procedeul conform invenției, constă din particule nanocristaline de aliaj tip Permalloy sau Supermalloy, obținute prin aliere mecanică, acoperite cu un strat cvasicontinuu de particule fine de pulbere de Fe carbonil, sudate de particulele de pulbere de Permalloy sau Supermalloy în urma procesului de difuzie, ce are loc în timpul tratamentului termic, și o interfață de aliaj Fe-Ni, la compoziția medie a aliajului Rhometal.	3
Procedeul de obținere a pulberii nanostructurate de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal, conform invenției, asigură următoarele avantaje:	5
- pulberea nanostructurată de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal este formată din particule compozite care au un miez din aliaj de tipul Permalloy sau Supermalloy, cu structură nanocristalină și un strat exterior format din particule fine de Fe sau aliaj bogat în Fe, și poate fi manipulată fără riscul de a se produce segregări ale particulelor componente, acestea fiind sudate în urma difuziei;	7
- pulberea nanostructurată de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal permite obținerea de miezuri magnetice compozite, formate din particule de Permalloy (Supermalloy), într-o matrice de aliaj Fe-Ni, la o compoziție medie a aliajului Rhometal, cu foarte bune proprietăți magnetice (permeabilitate magnetică, magnetizare) și cu rezistivitate electrică mare;	9
- procedeul necesită un itinerariu tehnologic relativ simplu de obținere a pulberilor nanostructurate, nu necesită o aparatură complexă, și permite controlul dimensiunii particulelor nanostructurate și al dimensiunii interfeței.	11
Invenția este prezentată pe larg în continuare, în legătură și cu fig. 1...14, ce reprezintă:	13
- fig. 1, difracție de raze X pentru o probă de Ni ₃ Fe obținută după 8 h de măcinare;	15
- fig. 2 , distribuția granulometrică a unei probe de Permalloy obținută după 8 h de măcinare;	17
- fig. 3, imagine obținută cu ajutorul microscopului electronic de baleiaj pe o probă de Permalloy sintetizată după 8 h de aliere mecanică;	19
- fig. 4, morfologia particulelor compozite microaliate;	21
- fig. 5, distribuția, la suprafața unei particule tratate termic, a elementelor chimice Fe și Ni;	23
- fig. 6, morfologia pulberilor de Permalloy/Rhometal la mărire de x500 (microscop electronic cu baleiaj);	25
- fig. 7, morfologia pulberilor de Permalloy/Rhometal la mărire de x1000;	27
- fig. 8, distribuția elementelor chimice Ni și Fe pe o particulă nanostructurată de pulbere de Permalloy/Fe;	29
- fig. 9, analiza elementală pe o linie de la interfața Permalloy-Fe;	31
- fig. 10, difracțiile de raze X realizate pe pulberile de Permalloy/Fe nanostructurate cu 30,5% Fe, după tratamente termice la 400, 450, 500 și 550°C, timp de 1 h;	33
- fig. 11, raportul între maximele de difracție ale celor două structuri - una cu baza Fe și una cu baza Ni, ale aliajului Permalloy/Fe;	35

RO 130354 B1

1 - fig. 12, creșterea dimensiunilor de cristalit de Permalloy odată cu creșterea tempera-
tunii tratamentului termic până la 550°C;

3 - fig. 13, punctele de analiză elementală, realizată cu ajutorul microanalizei cu raze X;
- fig. 14, rezultatul analizei elementale realizată pe cristalitul de Permalloy/Fe din fig. 13.

5 Procedeu de obținere a pulberii nanostructurate de tipul Permalloy (Supermalloy)/
Rhometal, conform invenției, constă din următorul itinerar tehnologic: calculul compoziției de
7 amestec de pulberi de Ni₃Fe (Permalloy) sau de Supermalloy și pulberi de Fe carbonil,
omogenizarea pulberii, cernerea pulberii de Ni₃Fe (Permalloy) sau de Supermalloy, și
9 selectarea fracțiilor granulometrice grobe (>40 μm sau >90 μm), omogenizarea amestecului
de pulberi cu sau fără surfactant, tratament termic timp de 1...2 h la temperaturi de
11 400...600°C, și caracterizarea pulberii (varianta I a procedeuului), sau: calculul compoziției
amestecului de pulberi de Ni₃Fe (Permalloy) sau Supermalloy, și de pulberi de Fe carbonil,
13 omogenizarea pulberii, cernerea pulberii de Ni₃Fe (Permalloy) sau de Supermalloy, și
selectarea fracțiilor granulometrice grobe (>40 μm sau >90 μm), omogenizarea amestecului
15 de pulberi cu sau fără surfactant, presarea pulberii la presiuni de 300...600 MPa, tratament
termic al compactelor crude timp de 1...2 h la temperaturi de 400...600°C, mojararea
17 compactelor tratate termic, cernerea pulberii astfel obținute, pentru eliminarea particulelor
de Fe nesudate de particule de Permalloy (sau Supermalloy), și caracterizarea pulberii
19 (varianta II a procedeuului).

Ca materii prime se folosesc pulberi de Fe și pulberi nanocristaline de Permalloy
21 (Ni₃Fe) și Supermalloy (79Ni16Fe5Mo, % masice). Pulberea de fier utilizată a fost pulbere
comercială, obținută prin metoda carbonil, de puritate >99,5% și cu o granulație cuprinsă
23 între 6 și 9 μm. Pulberile nanocristaline de Permalloy și Supermalloy au fost obținute prin
aliere mecanică umedă și uscată. În cazul pulberilor de Ni₃Fe (Permalloy), s-au utilizat
25 pulberi elementale de Ni (carbonil) și Fe (NC 100.24) în raport masic de 3 la 1. Pentru
sinteza de pulberi de Supermalloy, s-au utilizat pulberi elementale comerciale de Ni, Fe și
27 Mo în raport masic de 79:16:5. Pulberile precursorale aliajelor Permalloy și Supermalloy au
fost omogenizate timp de 15 min în aparatul de tip Turbula, după care au fost supuse
29 procedeuului de aliere mecanică utilizând o moară planetară de mare energie. Timpul de
aliere/măcinare a fost de 2...8 h. În fig. 1 este prezentată o difracție de raze X pentru o probă
31 de Ni₃Fe obținută după 8 h de măcinare. Se remarcă maximele de difracție caracteristice
structurii cubice a compusului intermetalic. Aceste maxime sunt largi ca urmare a structurii
33 nanocristaline (aproximativ 11...12 nm dimensiune de cristalit). Dimensiunea medie a crista-
litelor particulelor de Permalloy și Supermalloy, obținută pentru toți timpii de măcinare, a fost
35 de 8...20 nm. Dimensiunea particulelor de Permalloy (Supermalloy) obținute prin aliere
mecanică a fost mai mică de 200 μm, după cum se poate remarca în fig. 2, unde este
37 prezentată distribuția granulometrică a unei probe de Permalloy obținută după 8 h de
măcinare. Morfologia pulberilor poate fi observată în fig. 3, unde este prezentată o imagine
39 obținută cu ajutorul microscopului electronic de baleiaj pe o probă de Permalloy sintetizată
după 8 h de aliere mecanică. Se poate remarca forma poliedrală neregulată a particulelor,
41 precum și dimensiuni ale particulelor de la câțiva micrometri la zeci de micrometri.

Pulberea nanocristalină de Permalloy și Supermalloy a fost cernută, clasele granulo-
43 metrice mai mici de 40 μm (sau, respectiv, 90 μm) fiind eliminate. Pentru obținerea pulberilor
compozite s-au utilizat pulberi de aliaj cu dimensiunea particulelor mai mare de 40 μm și,
45 respectiv, cu dimensiunea mai mare de 90 μm. Astfel se poate controla dimensiunea
particulelor nanostructurate. Pentru obținerea amestecurilor de aliere, s-a folosit un raport
47 masic: aliaj Permalloy (sau Supermalloy)/Fe cuprins între 92/8 și 60/40. Cantitățile de pulberi

RO 130354 B1

necesare au fost cântărite cu balanța analitică Precisa. S-au utilizat două tipuri de omogenizări ale acestor amestecuri: uscată și umedă. În cazul omogenizării uscate, pulberile cântărite în prealabil au fost omogenizate timp de 15 min într-un aparat de tip Turbula. În cazul omogenizării umede, pulberile de start (aliaj Ni-Fe și pulbere elementală de Fe) au fost omogenizate cu ajutorul mojarului cu pistil (ambele din agat), utilizând un surfactant.	1 3 5
Pulberile compozite microaliate au fost obținute prin două itinerare tehnologice:	
<i>Varianta I</i>	7
Amestecurile de pulberi obținute prin cele două tipuri de omogenizări au fost supuse tratamentului termic, pentru a obține interfața de aliaj Rhometal, apoi cernute cu sita de 40 μm, pentru eliminarea particulelor de Fe în exces (nesudate pe particulele de Ni ₃ Fe).	9
<i>Varianta II</i>	11
Amestecurile de pulberi obținute prin cele două tipuri de omogenizări au fost mai întâi compactate, pentru a intensifica difuzia la interfața dintre particulele de Ni ₃ Fe sau Supermalloy și particulele de Fe, compactele astfel obținute au fost supuse tratamentului termic, apoi măcinate (sfărâmate) cu ajutorul mojarului cu pistil, și apoi cernute cu sita de 40 μm, pentru eliminarea particulelor de Fe în exces.	13 15
Compactele crude s-au obținut prin presarea amestecurilor de pulberi de Permalloy (Supermalloy)/Fe, obținute prin cele două metode descrise anterior. Presiunile de compactizare au variat între 300 și 600 MPa. După tratamentul termic, compactele au fost sfărâmate în mojarul cu pistil, pentru eliminarea particulelor de Fe în exces (nesudate pe particulele de Ni ₃ Fe).	17 19 21
Pulberile omogenizate și compactele crude au fost supuse tratamentului termic într-un cuptor tubular, utilizând ca atmosferă protectoare argonul (pentru evitarea oxidării în timpul tratamentului termic de microaliere). Temperaturile tratamentului termic de microaliere au fost cuprinse între 400 și 600°C. Timpul de menținere la temperatura tratamentului termic a fost de 1 h.	23 25
Testele tehnologice au arătat în toate variantele obținerea unei pulberi nanostructurate de tipul pseudo „core-shell”, formată din particule compozite care au un miez din aliaj de tipul Ni ₃ Fe (Permalloy) sau Supermalloy (79Ni16Fe ₅ Mo, % masice), cu structură nanocristalină și cu un strat exterior format din aliaj bogat în Fe - la compoziția aliajului clasic Rhometal, obținut prin microaliere.	27 29 31
Exemplul 1	
S-a preparat un amestec de compoziție 87,8% pulbere Ni ₃ Fe (granulație >90 μm) și 12,2% pulbere Fe carbonil (6...9 μm) omogenizat cu ajutorul mojarului și al pistilului, utilizând acetona ca surfactant. Amestecul de pulberi a fost tratat termic la temperatura de 600°C, timp de 1 h. După tratamentul termic, amestecul de pulbere a fost cernut prin sita de 40 μm, pentru a elimina eventualele particule de Fe nesudate de particulele de Ni ₃ Fe. S-a obținut, prin aliere la interfață, o pulbere compozită de tipul Permalloy/Rhometal. În fig. 4 se poate observa morfologia particulelor compozite microaliate, și sunt identificate cele trei zone Fe, Ni ₃ Fe și interfața de tip Rhometal. Distribuția la suprafața unei particule tratate termic a elementelor chimice Fe și Ni este prezentată în fig. 5. Se remarcă faptul că particula nanostructurată este acoperită aproape în totalitate la suprafață cu particule fine de Fe, elementul Ni nefiind prezent în acele zone. Nichelul este prezent doar în anumite zone, care sunt reduse ca număr. Acest fapt subliniază o bună acoperire a particulei cu un strat de fier.	33 35 37 39 41 43
Exemplul 2	45
S-a preparat un amestec de compoziție 69,5% pulbere Ni ₃ Fe (granulație >40 μm) și 30,5% pulbere Fe carbonil (6...9 μm). Amestecul de pulberi a fost omogenizat în omogenizatorul spațial de tip Turbula, timp de 15 min. S-au obținut din acest amestec	47

RO 130354 B1

1 compacte crude prin presare 600 MPa. Compactele crude au fost tratate termic în atmosferă
de argon, la temperatura de 550°C, timp de 1 h, apoi au fost fărâmițate în mojar. Pulberea
3 rezultată după mojarare a fost cernută prin sita de 40 μm, pentru a elimina eventualele
particule de Fe, nesudate de particulele de Ni₃Fe. În fig. 6 și 7 se poate observa morfologia
5 unor astfel de pulberi, care este similară cu morfologia pulberilor obținute prin celelalte rute
de sinteză întrebuintate. Imaginile prezentate au fost realizate la mărimi de x500 și x1.000 cu
7 ajutorul microscopului electronic de baleiaj. În fig. 8 este prezentată harta de distribuție a
elementelor chimice Ni și Fe pe o particulă nanostructurată, obținută după cum am menționat
9 mai sus. Se remarcă o foarte bună acoperire cu fier a particulei, lucru reliefat de către prezența
cvasi-continuă a fierului pe suprafața particulei, și prezența doar a câtorva insulițe de Ni. În
11 fig. 9 este prezentată analiza elementală pe o linie de la interfața Permalloy-Fe. În figură sunt
indicate cele două faze principale din pulberea nanostructurată, precum și zona de interfață
13 dintre cele două particule, zona unde se formează faza de Rhometal. Pe această linie
analizată se remarcă o variație a concentrației de Fe și Ni la zona de contact dintre cele două
15 faze, indicând formarea fazei Rhometal. În fig. 10 sunt prezentate difracțiile de raze X realizate
pe pulberile nanostructurate cu 30,5% Fe, după tratamente termice la 400, 450, 500 și 550°C,
17 timp de 1 h. Se remarcă prezența celor două structuri: una cu baza Ni și una cu baza Fe
independent de temperatură. În fig. 11 se poate remarca faptul că raportul între maximele
19 de difracție ale celor două structuri se modifică în funcție de temperatura tratamentului termic.
Acest lucru indică destul de clar o schimbare a raportului între cele două structuri, adică o
21 interdifuzie între cele două faze. Dimensiune de cristalit pentru Permalloy crește odată cu
creșterea temperaturii tratamentului termic până la 550°C, după cum se poate remarca în
23 fig. 12. După tratamentul termic de microaliere de la 550°C, faza de Permalloy are cristalitele
tot în domeniul nano, adică de 21 nm. Acest lucru arată clar prezervarea structurii nano- după
25 procesul de microaliere.

Exemplul 3

27 S-a utilizat un raport de masă al fazelor inițiale: Permalloy/Fe de 87,8/12,2. Pulberea
compozită de tipul pseudo „core-shell” a fost obținută prin itinerarul: omogenizare uscată -
29 presare - tratament termic de microaliere - sfărâmare - cernere. În fig. 13 și, respectiv, în fig.
14 sunt prezentate analizele elementale punctuale, realizate cu ajutorul microanalizei cu
31 raze X. În fig. 13 sunt prezentate punctele analizate, iar în fig. 14 sunt date sub formă tabelară
concentrațiile celor două elemente, Ni și Fe. Pentru punctul 3 din analiză se observă o
33 concentrație pentru Ni și Fe care corespunde aliajului Rhometal. Acest lucru vine să confirme
încă o dată formarea unei interfețe de Rhometal între Permalloy și Fe prin tratament termic.

RO 130354 B1

Revendicări

1

1. Procedeu de obținere a unei pulberi nanostructurate de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal, din pulbere nanocristalină de Permalloy sau Supermalloy și pulbere de Fe de granulație mică, reactată la temperatură ridicată, **caracterizat prin aceea că** amestecul de pulbere este realizat cu un raport: pulbere nanocristalină de Permalloy (Ni_3Fe) sau Supermalloy (79Ni16Fe5Mo) cu granulație mare și pulbere de Fe carbonil cu granulație mică (6...9 μm) cuprins între 92/8 și 60/40, și este supus unor faze de omogenizare uscată sau umedă, în prezența unui surfactant, tratare termică la 400...600°C, timp de 1 h, și cernerea pulberii prin sita de 40 μm , pentru eliminarea particulelor în surplus.

3

5

7

9

2. Procedeu de obținere a unei pulberi nanostructurate, de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal, din pulbere nanocristalină de Permalloy sau Supermalloy și pulbere de Fe de granulație mică, reactată la temperatură ridicată, **caracterizat prin aceea că** amestecul de pulbere este realizat cu un raport: pulbere nanocristalină de Permalloy (Ni_3Fe) sau Supermalloy (79Ni16Fe5Mo) cu granulație mare și pulbere de Fe carbonil cu granulație mică (6...9 μm) cuprins între 92/8 și 60/40, și este supus unor faze de omogenizare uscată sau umedă, presare a compactului crud la presiunea de 300...600 Mpa, tratare termică în atmosferă de argon la 400...550°C, timp de 1 h, mojarare sau măcinare ușoară a compactului crud, și cernerea pulberii prin sita de 40 μm , pentru eliminarea particulelor în surplus.

11

13

15

17

19

(51) Int.Cl.

C22C 19/03 (2006.01);

C22C 33/02 (2006.01);

G01F 3/08 (2006.01)

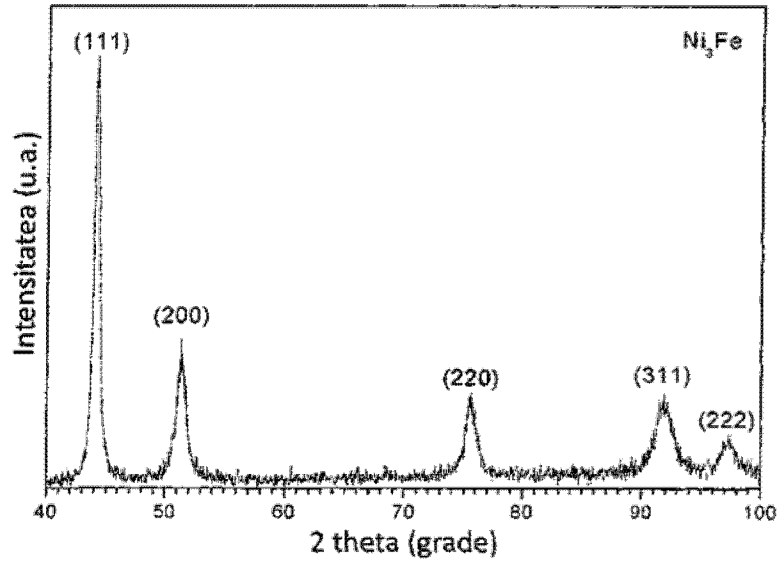


Fig. 1

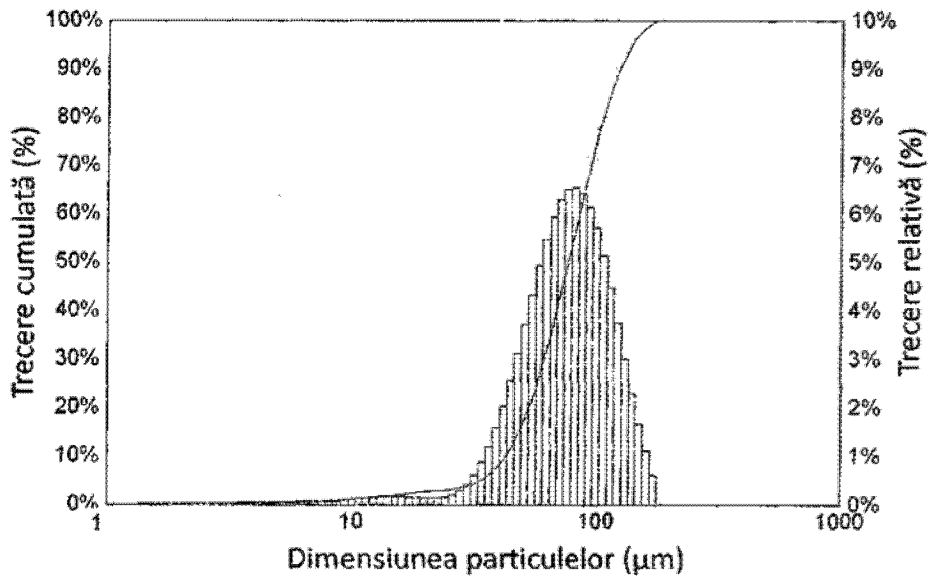


Fig. 2

(51) Int.Cl.
C22C 19/03 (2006.01);
C22C 33/02 (2006.01);
G01F 3/08 (2006.01)

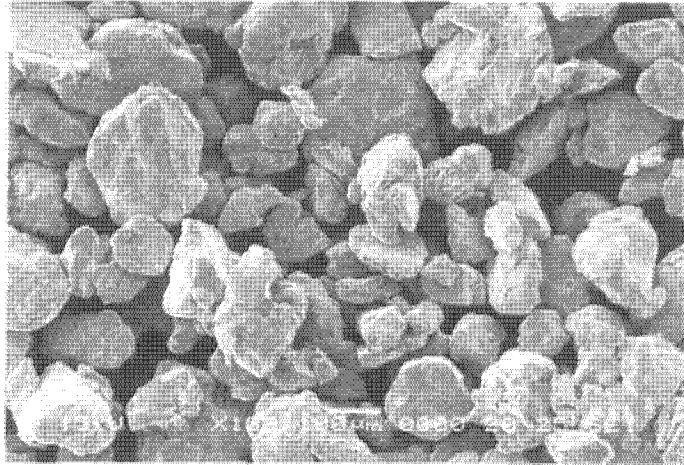


Fig. 3

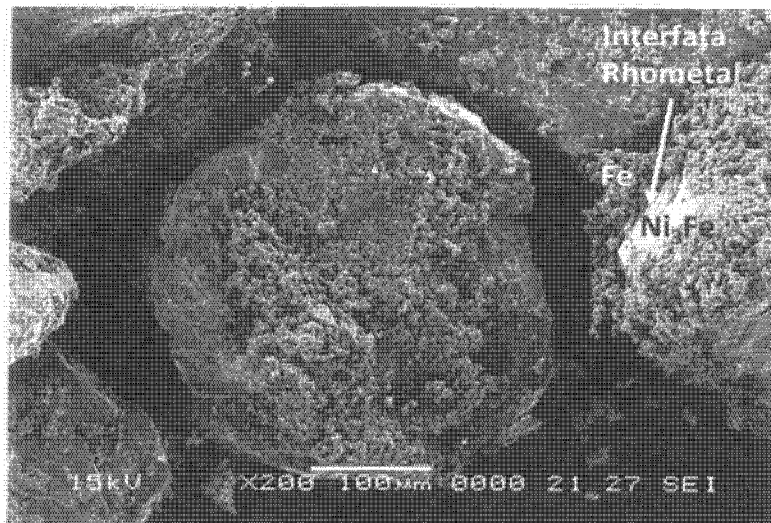


Fig. 4

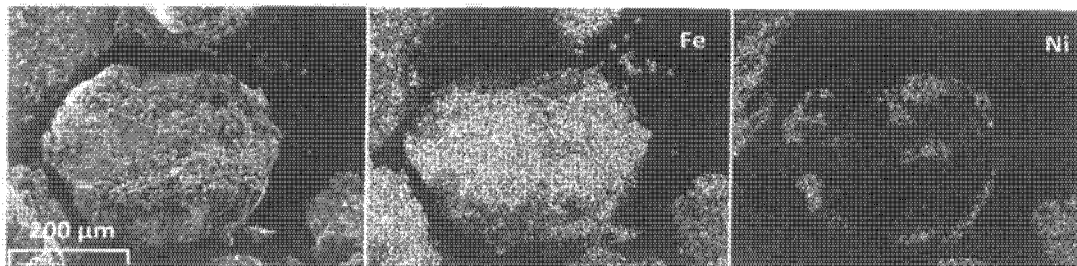


Fig. 5

(51) Int.Cl.
C22C 19/03 (2006.01),
C22C 33/02 (2006.01),
G01F 3/08 (2006.01)

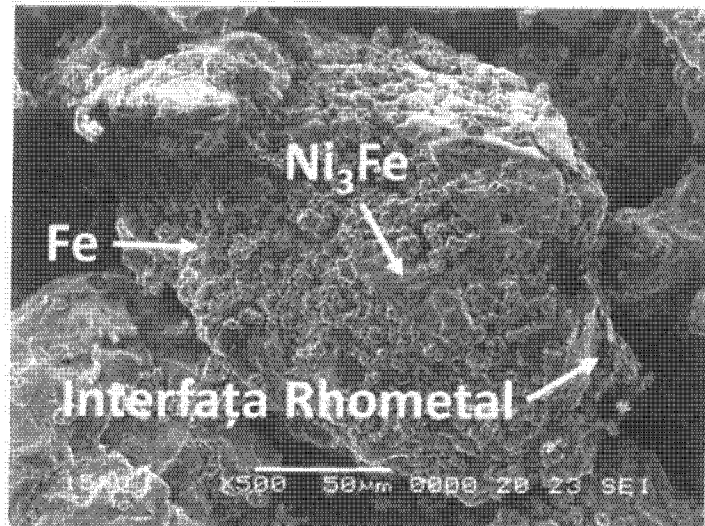


Fig. 6

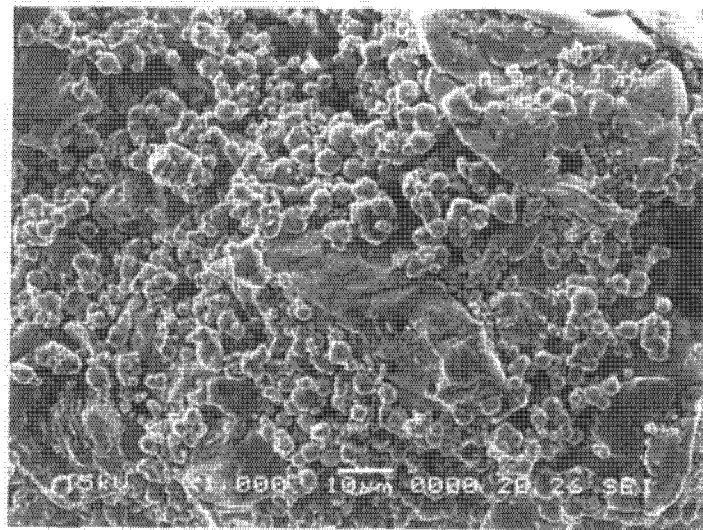


Fig. 7

(51) Int.Cl.
C22C 19/03 (2006.01);
C22C 33/02 (2006.01);
G01F 3/08 (2006.01)

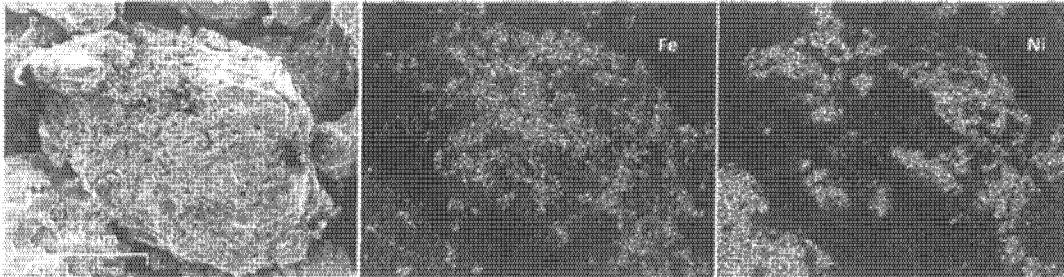


Fig. 8

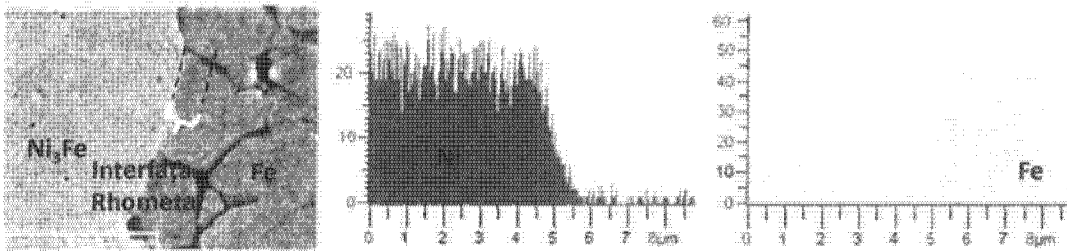


Fig. 9

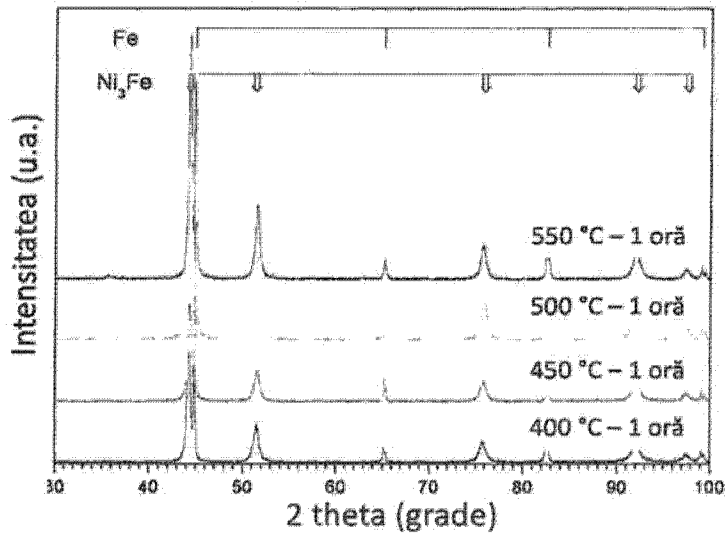


Fig. 10

(51) Int.Cl.

C22C 19/03 (2006.01),

C22C 33/02 (2006.01),

G01F 3/08 (2006.01)

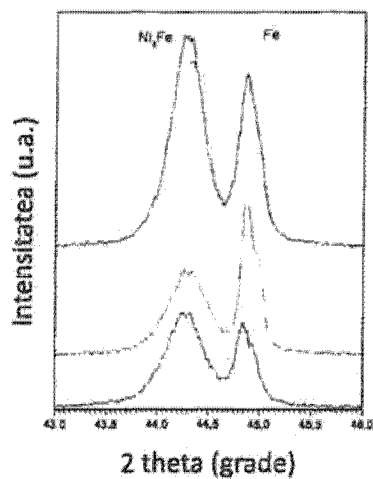


Fig. 11

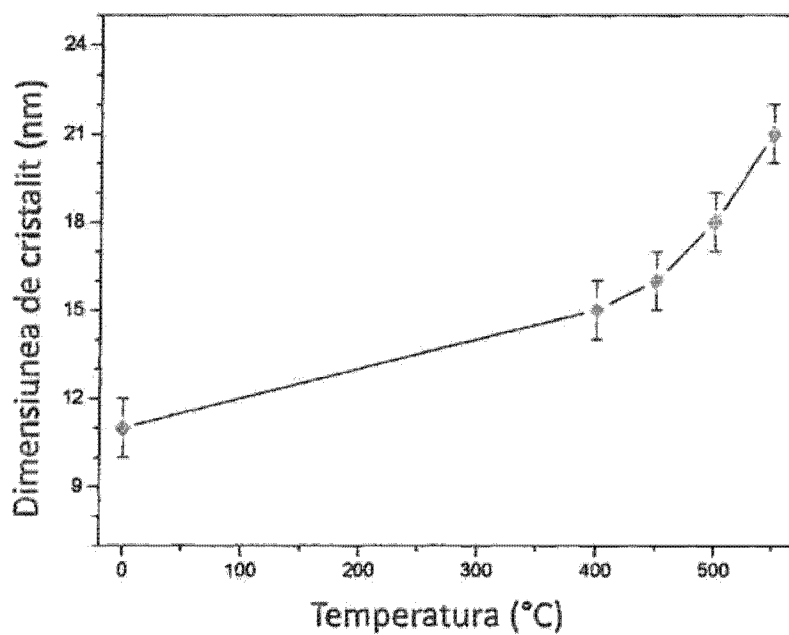


Fig. 12

(51) Int.Cl.
C22C 19/03 (2006.01);
C22C 33/02 (2006.01);
G01F 3/08 (2006.01)

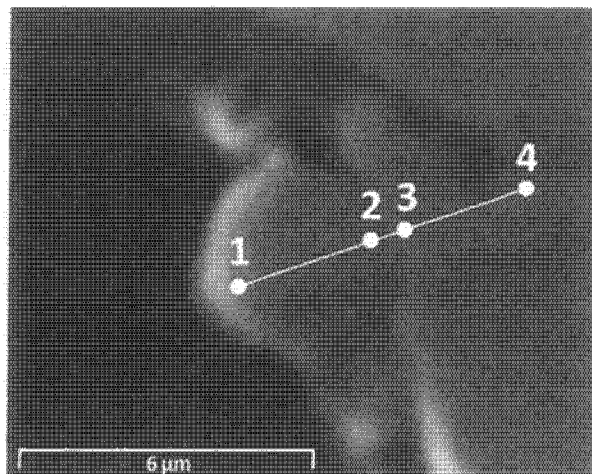


Fig. 13

Punctul	Concentrație Fe % masă	Concentrație Ni % masă
1	100	0
2	97,8	2,2
3	44,7	55,3
4	28,4	71,6

Fig. 14



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
 Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
 sub comanda nr. 590/2016