



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 01039**

(22) Data de depozit: **22/12/2016**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29/10/2021** BOPI nr. **10/2021**

(41) Data publicării cererii:  
**30/08/2017** BOPI nr. **8/2017**

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA, SPLAIUL  
UNIRII NR.313, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,  
RO**

(72) Inventatori:  
• **CODESCU MIRELA MARIA, CALEA 13  
SEPTEMBRIE NR. 137, BL. TIC, ET. 7, AP.  
27, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **CHIȚANU ELENA, STR. TRIVALE NR.27,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **KAPPEL WILHELM, STR.VALEA  
ARGEȘULUI NR.11, BL.A 6, SC.D, ET.3,  
AP.55, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **MANTA EUGEN, STR.LIVIU REBREANU  
NR.29, BL.M 36, SC.3, ET.7, AP.118,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **PĂTROI DELIA, STR.VATRA DORNEI  
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PINTEA JANA, STR.SOLDAT IOSIF ION  
NR.9, BL.55, SC.1, ET.4, AP.16, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PĂTROI EROS ALEXANDRU, STR.VATRA  
DORNEI NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1,  
AP.49, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **MORARI CRISTIAN, STR.TUDOR  
VLADIMIRESCU NR.12, BL.E 1, SC.2, ET.5,  
AP.51, LUPENI, HD, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**HAI-BO LI, SHI-CHONG XU, LIU MEI, YIN  
JI-ZHE, "STRUCTURE AND MAGNETIC  
PROPERTIES OF FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
NANOCOMPOSITES", 26(3): 344-347,  
CHEMICAL RESEARCH IN CHINESE  
UNIVERSITIES, 2010; JP 2002231518 (A);  
JP 2002363607 (A)**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNOR NANOPULBERI  
COMPOZITE TIP FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**



# RO 132096 B1

1           Invenția se referă la un material tip nanopulberi de FeCo izolate electric, pe bază de  
nanoparticule FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, folosite la realizarea miezurilor rotorice sinterizate pentru mașinile  
3           electrice cu turație ridicată, a miezurilor de diferite forme pentru transformatoare, inclusiv  
pentru transformatoare plane, a componentelor din materiale magnetic moi din convertoarele  
5           de putere, antene cu microunde, inductoare, bobine, senzori și la procedeul de obținere a  
acestuia.

7           Se cunosc mai multe clase de materiale magnetic moi, care sunt utilizate în două  
mari categorii de aplicații: în primul rând, pentru procesarea semnalului și în al doilea rând,  
9           pentru transformarea energiei electromagnetice în energie mecanică sau invers (cazul  
mașinilor electrice) și pentru modificarea parametrilor, în timpul utilizării energiei electrice  
11          (cazul transformatoarelor electrice). Principalele caracteristici ale materialelor magnetic moi,  
esențiale pentru includerea lor în dispozitive și motoarele specifice, sunt magnetizarea la  
13          saturație, pierderile de energie și permeabilitatea.

15          Oțelurile electrotehnice sunt fabricate în cantități mai mari decât toate celelalte  
materiale magnetic moi, deoarece utilizarea lor se face pentru producerea majorității  
17          circuitelor magnetice de la dispozitivele de mare putere. Aliajele Fe-Si pot fi considerate un  
exponent al acestei clase de materiale funcționale: pentru producerea de mașini electrice,  
sunt utilizate aliaje Fe-Si cu grăunți neorientați (NO), în timp ce aliajele Fe-Si cu grăunți  
19          orientați (GO) sunt utilizate pentru producerea curentă de transformatoare.

Tablele cu grăunți neorientați de Fe-Si reprezintă circa 80% din piață pentru dispozitivele  
21          electrice și sunt acum produse aproape exclusiv prin laminare la rece, cu ajutorul unui  
precursor obținut prin laminare la cald. Ele sunt folosite în două versiuni: table recoapte,  
23          livrate de obicei de producător cu o acoperire, bogate în Si și Al și caracterizate de pierderi  
reduse; table semifabricate, livrate într-o stare intermediară și caracterizate printr-o valoare  
25          mare a inducției în punctul de funcționare, mai puțin aliate și, prin urmare, mai puțin  
costisitoare. După debitare, aceste table trebuie recoapte imediat și acoperite cu un strat  
27          electroizolant .

29          Tehnologia de fabricație a tablelor cu grăunți orientați, care au o textură (110) <001>  
(textura Goss), se bazează pe o primă laminare la cald, urmată de alternare a proceselor de  
recoacere și laminare la rece, și în final, de o revenire la temperaturi ridicate, care produce  
31          creșterea anormală a grăunților (proces de recristalizare secundară), pe o direcție aproape  
de (110)<001>.

33          Încă utilizate pe scară largă în aplicații industriale, aliajele Fe-Si (cunoscute ca oțeluri  
silicioase), prezintă dezavantajul că, la valori ale Si mai mari de 4,5% (concentrație necesară  
35          pentru îmbunătățirea nivelului pierderilor de energie) apar dificultăți tehnologice în  
prelucrarea aliajelor, datorită fragilității acestuia. Așadar, laminarea la cald se complică, iar  
37          etapa ulterioară de laminare la rece devine practic imposibilă.

39          Progresele înregistrate de tehnicile de procesare a acestor materiale au oferit  
posibilitatea de a prepara materiale magnetic moi avansate. Metoda de preparare a aliajelor  
41          prin răcire ultrarapidă prin turnare pe tambur rotitor (procedeu cunoscut sub numele de  
„melt-spinning”) a generat materiale cu noi compoziții și microstructuri, specifice pentru  
43          starea non-echilibru/metastabilă a materiei. Odată cu descoperirea materialelor magnetic  
moi, amorfe și nanocristaline, caracterizate de proprietăți deosebite, acestea au înlocuit  
45          materialele magnetic moi cristaline convenționale, în toate tipurile de aplicații, de la cc la  
frecvență înaltă.

47          Aliajele Fe-Co reprezintă o altă clasă de materiale magnetic moi utilizate în construc-  
ția mașinilor electrice, caracterizate de valori ridicate ale magnetizației la saturație, cobaltul  
fiind singurul element care prin aliere cu Fe produce creșterea magnetizării la saturație și a

temperaturii Curie. Aceste aliaje sunt recomandate pentru o gamă largă de aplicații, datorită anizotropiei scăzute și valorilor ridicate ale permeabilității. Metodele metalurgice complicate de preparare a aliajelor FeCo și costul ridicat al cobaltului limitează însă semnificativ domeniul de utilizare.

Valoarea maximă pentru inducția la saturație, circa 2,45 T, a fost atinsă pentru un conținut de 35% cobalt, însă aliajul rezultat este foarte fragil. Adiția altor elemente: nichelul, niobiul, vanadiul sau cromul poate favoriza comportarea aliajelor la temperatură sau a proprietăților lor mecanice. De exemplu, aliajul V-permendur (Fe49-Co49-V2) se caracterizează prin valori ridicate ale inducției la saturație (circa 2,3 T) și valori constante ale permeabilității pentru un domeniu larg de câmpuri de excitație. Din aceste motive acest material este un candidat excelent pentru anumite aplicații, dar din cauza anizotropiei sale pronunțate și rezistivității scăzute, permendurul este eliminat din cele mai multe aplicații posibile. Acesta este încă folosit pentru mașini electrice și transformatoare, în cazuri în care este necesară reducerea cât de mult posibil, atât a dimensiunilor circuitelor magnetice, cât și a părților polare ale electromagneților.

Materialele nanocompozite magnetice moi, caracterizate de o structură constând în grăunți nanocristalini ultrafinați, dispersați omogen într-o matrice amorfă, oferă o combinație de proprietăți (valori mici ale câmpului coercitiv și ale pierderilor de energie, valori ridicate ale permeabilității) ce facilitează reducerea dimensiunii componentelor. Aceste structuri nanocompozite pot fi obținute prin turnare sau prin metode specifice metalurgiei pulberilor.

J. Long a raportat realizarea prin turnare, urmată de tratament termomagnetic, a unui nanocompozit  $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{24}\text{Nb}_4\text{B}_{13}\text{Si}_2\text{Cu}_1$  caracterizat de valori ridicate ale inducției la saturație, utilizabil la temperaturi ridicate, pe bază de aliaj Fe-Co, cu aplicații în construcția inductoarelor de mare putere [3].

Structurile compozite constituite prin înglobarea pulberilor de aliaj Fe-Co într-o matrice oxidică (de exemplu,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) combină valorile ridicate ale magnetizației la saturație cu creșterea rezistivității electrice, datorită prezenței  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , respectiv  $\text{SiO}_2$ . Acestea prezintă însă dezavantajul proporției ridicate de fază nemagnetică ce formează matricea și diminuează proporțional valoarea magnetizației la saturație.

Prin utilizarea tehnicilor de sinteză chimică, proporția fazei nemagnetice ar putea fi controlată și redusă, până la limita unui strat care să învelească grăunții sau aglomerările de grăunți cristalini ai fazei magnetice. Sunt cunoscute diferite procedee chimice de obținere a nanopulberilor magnetice compozite multi-componente pe bază de Fe-Co izolate electric cu oxid metalic, cum ar fi metoda hidrotermală, metoda coprecipitării chimice și metoda sol-gel.

Procesul hidrotermal se realizează în vase speciale rezistente la temperaturi și presiuni înalte (autoclave). Acest procedeu limitează cantitatea de pulbere obținută din cauza limitării constructive a acestor autoclave, dar și faptului că pulberile obținute prezintă structura cristalină imperfectă, ceea ce conduce la reducerea valorilor caracteristicilor magnetice.

Procedeul de coprecipitare chimică constă în coprecipitarea sub formă de săruri anorganice insolubile din soluții ce conțin ionii metalici respectivi. Pulberea este spălată pentru îndepărtarea bazelor și apoi tratată termic pentru obținerea oxizilor metalici.

Procesul de coprecipitare, deși este un proces ieftin comparativ cu celelalte metode chimice, prezintă problema îndepărtării substanțelor bazice, etapă ce necesită spălări succesive și centrifugări, dar și dezavantajul datorat tendinței de aglomerare a particulelor, ceea ce face mai dificil procesul ulterior de compactare a nanopulberilor magnetice.

Procesul sol-gel este printre cele mai utilizate procese de sinteză chimică și printre cele mai dezvoltate metode de obținere a nanopulberilor oxidice și oferă avantaje specifice în cazul materialelor oxidice multicomponente. Formarea din primele etape ale procesului a unui gel conduce la un grad înalt de omogenitate și reduce necesitatea difuziei atomice în timpul procesului de calcinare în stare solidă.

# RO 132096 B1

1 În acest sens, în lucrarea: **Hai-Bo Li, Shi-Chong Xu, Liu Mei, Yin Ji-Zhe,**  
2 **“Structure and Magnetic Properties of FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites”, May 2010,**  
3 **Chemical Research in Chinese Universities 26(3):344-347**, se prezintă un procedeu de  
4 producere a unor materiale nanocompozite magnetice cu particule de FeCo echiatomice  
5 dispersate în matrice de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> care au fost sintetizate printr-o tehnică sol-gel combinată cu  
6 o metodă de reducere cu H<sub>2</sub>, constatându-se că odată cu scăderea conținutului de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  
7 mărimea medie a granulelor de FeCo în nanocompoziții și magnetizarea saturației probelor  
8 cresc, în timp ce coercitivitatea probelor crește mai întâi și apoi scade datorită diferitelor  
9 mecanisme magnetice.

10 De asemenea, documentul **JP 2002231518 (A)** prezintă o pulbere magnetică moale  
11 care este utilizată pentru fabricarea unui miez din pulbere sinterizată cu rezistivitate electrică  
12 ridicată, obținută drept compoziție care conține un element sau un aliaj selectat dintr-un aliaj  
13 pur, în particular: Fe-Co, și în plus unul sau mai multe elemente ușor oxidabile selectate  
14 dintre Al, Cr, Mo, Ti, Zr, Nb, Y, Cs și elemente de pământ rar, în procent de 0,5÷3% în  
15 greutate, în particular: Al, cel puțin o parte a suprafeței pulberii de aliaj fiind acoperită cu un  
16 film de oxid care conține minim un element ușor oxidabil, filmul de oxid având o grosime de  
17 0,01÷0,15 μm, precum și un procedeu de producere a acestei pulberi prin atomizarea  
18 aliajului topit în condiții de oxidare a elementului ușor oxidabil, precum aluminiul.

19 Mai este cunoscut și documentul **JP 2002363607 (A)**, care prezintă o pulbere  
20 magnetică pe bază de pământuri rare, și un procedeu de producere a acesteia, conform  
21 căruia pulberea magnetică pe bază de pământuri rare este compusă dintr-un aliaj sau un  
22 compus intermetalic care conține unul sau mai multe tipuri selectate dintre elemente din  
23 pământuri rare și unul sau mai multe elemente din metal de tranziție selectate din grupul  
24 format din Fe, Co, Ni și Mn, și în plus, cel puțin 80% din suprafața particulei acestei pulberi  
25 magnetice este acoperită cu un film de oxid de aluminiu.

26 Dezavantajele soluțiilor cunoscute sunt următoarele:

- 27 - magnetizație scăzută la saturație;
- 28 - rezistivitate electrică redusă;
- 29 - pierderi magnetice prin curenți turbionari mari.

30 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea, printr-un proces  
31 complex, ce implică sinteza chimică prin tehnica sol-gel în solvent organic, urmată de  
32 tratamente termice, a unor nanopulberi cu proprietăți structurale, magnetice și electrice con-  
33 trolabile tip FeCo izolate electric datorită prezenței compusului Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, repartizat sub forma  
34 unui strat cu grosimi nanometrice în jurul grăunțurilor pe bază de FeCo.

35 Nanopulberile FeCo izolate electric, conform invenției, înlătură dezavantajele  
36 menționate și rezolvă această problemă tehnică prin aceea că sunt realizate sub forma unui  
37 material magnetic compozit acoperit cu oxid metalic, de tipul FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cu proprietăți  
38 structurale, magnetice și electrice controlabile astfel: structuri magnetice cu rapoarte molare  
39 diferite fier - cobalt: Fe<sub>0,25</sub>Co<sub>0,75</sub> și Fe<sub>0,5</sub>Co<sub>0,5</sub> și rezistivități ajustabile în timpul procesului de  
40 sinteză chimică, prin dozarea corespunzătoare a precursorilor, magnetizații la saturație de  
41 110 emu/g...213 emu/g, obținute prin controlul temperaturilor în timpul tratamentelor termice.

42 Procedeu de obținere a nanopulberilor magnetice izolate electric definite mai sus  
43 conform invenției constă în obținerea unor nanopulberi magnetice multicomponente FeCo  
44 acoperite cu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, folosite pentru fabricarea componentelor magnetice din ingineria  
45 electrică, preparate printr-un proces ce implică sinteza chimică prin metoda sol-gel cu solvent  
46 organic ce utilizează un amestec de 0,01 moli FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O, 0,01-0,03 moli CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, 0,09  
47 moli C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O în 100 mL C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, menținut timp de 6 ore la temperatura de 60°C, apoi  
adăugarea sub agitare a AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,0016 moli - 0,028 moli pentru obținerea matricei de

# RO 132096 B1

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , urmată de obținerea gelului la 80°C cu agitare continuă și calcinarea gelului la temperaturi cuprinse între 400°C-800°C în aer pentru 4 ore, urmată de tratarea termică în atmosfera reducătoare la 800- 900°C timp de 4 ore, având ca rezultat nanopulberi de FeCo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> cu proprietăți structurale, magnetice și electrice controlabile, astfel raportul molar Fe:Co de la 1:1 până la 1:3, dimensiunile medii ale particulelor metalice cuprinse între 41 nm și 74 nm, magnetizația la saturație de la 110 emu/g până la 213 emu/g, câmpul coercitiv de 14,35-28,20 kA/m (180-320 Oe) și rezistivitatea electrică între 3,5-19,2 Ω·m.	1
Pe parcursul procesului de sinteză chimică, solventul este recuperat prin condensare în proporție de 70%, putând fi refolosit. Nanopulberile realizate sunt consolidate ulterior prin tehnici specifice metalurgiei pulberilor sau pot constitui umpluturi pentru materialele compozite, în scopul realizării de piese componente pentru ingineria electrică.	3
Invenția prezintă următoarele avantaje:	5
- creșterea magnetizării la saturație până la valori de 213 emu/g, datorită proprietăților magnetice ale particulelor de FeCo;	7
- îmbunătățirea rezistivității electrice până la valori de 3,5-19,2 Ω·m, datorită prezenței învelișului cu grosimi medii de 10 nm de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> situat în jurul particulelor de FeCo;	9
- scăderea pierderilor magnetice prin curenți turbionari, datorită creșterii rezistivității, ajungând la materialele consolidate prin sinterizare la valori de ordinul a 10 <sup>14</sup> Ω·m față de 4,6·10 <sup>-7</sup> Ω·m, cât este rezistivitatea aliajelor Fe-Si și 0,1-10 Ω·m pentru feritele moi, materiale magnetice moi folosite în mod uzual în construcția componentelor din ingineria electrică;	11
- ajustarea proprietăților structurale, magnetice și electrice, prin controlul parametrilor de proces: raportul precursorilor și temperatura tratamentului termic de calcinare.	13
Invenția este prezentată pe larg în continuare prin 3 exemple de realizare a invenției.	15
Conform invenției, pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric se folosesc următoarele materii prime: FeCl <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O 99%, CoCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O 98%, C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> ·H <sub>2</sub> O 99,5%, C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH 96% , AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O 99%.	17
<b>Exemplul 1.</b> Pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> cu proprietăți structurale controlabile, conform invenției, materiile prime sunt dozate și prelucrate în cadrul unui proces constituit din următoarea succesiune de etape:	19
<i>Etapa 1. Prepararea gelului.</i>	21
Precursorii solizi FeCl <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O 0,01 moli, CoCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O 0,01-0,03 moli, C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> ·H <sub>2</sub> O 0,09 moli împreună cu solventul C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH 100mL sunt introduși într-un recipient de sticlă prevăzut cu agitare. Soluția obținută este agitată magnetic la 60°C ± 5°C, timp de 6 ore. Este adăugată sarea de aluminiu AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O 0,0016 moli și se continuă agitarea pentru încă 2h. După ce reacția chimică a avut loc, se încălzește soluția la 80 ± 5°C până la obținerea unui gel de culoare maro închis (culoarea virează de la verde la maro închis).	23
<i>Etapa 2. Calcinarea gelului.</i>	25
Gelul obținut este supus tratamentului termic în aer la temperaturi de 600°C, timp de 3-5 ore pentru obținerea pulberilor oxidice.	27
<i>Etapa 3. Obținerea compusului Fe-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.</i>	29
După tratamentul termic realizat conform etapei 2, pulberea oxidică rezultată este supusă procesului de reducere a oxizilor de fier și cobalt, prin tratament termic timp de 3-5 ore la temperaturi de 900°C în atmosfera de hidrogen.	31
În continuare se prezintă caracteristicile materialului obținut, conform procedurii descris. Nanopulberile FeCo izolate electric obținute conform invenției au următoarele caracteristici:	33
- Fe <sub>0,25</sub> Co <sub>0,75</sub> sau Fe <sub>0,5</sub> Co <sub>0,5</sub> , cu 4% Al (% molare);	35
- magnetizații la saturație M <sub>s</sub> = 165 emu/g, pentru raport molar Fe:Co = 1:3 și M <sub>s</sub> = 213 emu/g, pentru raport molar Fe:Co = 1:1;	37

# RO 132096 B1

1 - câmp coercitiv  $H_c = 14,35$  kA/m (180 Oe), pentru raport molar Fe:Co = 1:3 și  
2  $H_c = 25,50$  kA/m (320 Oe), pentru raport molar Fe:Co = 1:1;

3 - rezistivitate  $\rho = 3,5 - 19,2$   $\Omega \cdot m$ .

4 **Exemplul 2.** Pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cu  
5 proprietăți magnetice controlabile, conform invenției, materiile prime sunt dozate și prelucrate  
6 în cadrul unui proces constituit din următoarea succesiune de etape:

7 *Etapa 1. Prepararea gelului.*

8 Precursorii solizi FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O 0,01 moli, CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,03 moli, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O 0,09 moli,  
9 împreună cu solventul C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 100 mL sunt introduși într-un recipient de sticlă prevăzut cu  
10 agitare. Soluția obținută este agitată magnetic la 60°C ± 5°C, timp de 6 ore. Este adăugată  
11 sarea de aluminiu AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,0016 moli și se continuă agitarea pentru încă 2h. După ce  
12 reacția chimică a avut loc se încălzește soluția la 80 ± 5°C până la obținerea unui gel de  
13 culoare maro închis (culoarea virează de la verde la maro închis).

14 *Etapa 2. Calcinarea gelului.*

15 Gelul obținut este supus tratamentului termic în aer la temperaturi de 400-800°C, timp  
16 de 3-5 ore pentru obținerea pulberilor oxidice.

17 *Etapa 3. Obținerea Fe-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.*

18 După tratamentul termic realizat conform etapei 2, pulberea oxidică rezultată este  
19 supusă procesului de reducere a oxizilor de fier și cobalt, prin tratament termic timp de 3-5  
20 ore la temperaturi de 900°C în atmosfera de hidrogen.

21 În continuare se prezintă caracteristicile materialului obținut, conform procedurii  
22 descris. Nanopulberile FeCo izolate electric obținute conform invenției au următoarele  
23 caracteristici:

24 - Fe<sub>0,25</sub>Co<sub>0,75</sub>, cu 4% Al (% molare);

25 - magnetizație la saturație  $M_s = 162,5$  emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 400°C  
26 și reduse;

27 - magnetizație la saturație  $M_s = 165$  emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 500°C  
28 și reduse;

29 - magnetizație la saturație  $M_s = 166$  emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 600°C  
30 și reduse;

31 - magnetizație la saturație  $M_s = 160$  emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 700°C  
32 și reduse;

33 - magnetizație la saturație  $M_s = 110$  emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 800°C  
34 și reduse;

35 - câmp coercitiv  $H_c = 14,35$  kA/m (180 Oe); - rezistivitate  $\rho = 3,5-19,2$   $\Omega \cdot m$ .

36 **Exemplul 3.** Pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cu  
37 proprietăți electrice controlabile, conform invenției, materiile prime sunt dozate și prelucrate  
38 în cadrul unui proces constituit din următoarea succesiune de etape:

39 *Etapa 1. Prepararea gelului.*

40 Precursorii solizi FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O 0,01 moli, CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,01 moli, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O 0,09 moli  
41 împreună cu solventul C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 100 mL sunt introduși într-un recipient de sticlă prevăzut cu  
42 agitare. Soluția obținută este agitată magnetic la 60°C ± 5°C, timp de 6 ore. Este adăugată  
43 sarea de aluminiu AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,0016 moli - 0,008 moli și se continuă agitarea pentru încă  
44 2h. După ce reacția chimică a avut loc se încălzește soluția la 80 ± 5°C până la obținerea  
45 unui gel de culoare maro închis (culoare de la verde la maro închis).

46 *Etapa 2. Calcinarea gelului.*

47 Gelul obținut este supus tratamentului termic în aer la temperaturi de 600°C, timp de  
48 3-5 ore pentru obținerea pulberilor oxidice.

# RO 132096 B1

## *Etapa 3. Obținerea Fe-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.*

După tratamentul termic realizat conform etapei 2, pulberea oxidică rezultată este supusă procesului de reducere a oxizilor de fier și de cobalt, prin tratament termic timp de 4 ore la temperaturi de 900°C în atmosferă de hidrogen.

Nanopulberile FeCo izolate electric obținute conform invenției au următoarele caracteristici:

- rezistivitate  $\rho = 3,5 \Omega \cdot m$ , pentru o concentrație de 4% Al (% molare);

- rezistivitate  $\rho = 5,5 \Omega \cdot m$ , pentru o concentrație de 8% Al (% molare);

- rezistivitate  $\rho = 12,6 \Omega \cdot m$ , pentru o concentrație de 12% Al (% molare);

- rezistivitate  $\rho = 17,5 \Omega \cdot m$ , pentru o concentrație de 16% Al (% molare);

- rezistivitate  $\rho = 19,2 \Omega \cdot m$ , pentru o concentrație de 20% Al (% molare).

# RO 132096 B1

1

## Revendicare

3

Procedeu de obținere a unor nanopulberi compozite tip FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, cu proprietăți structurale, magnetice și electrice controlabile, prin acoperirea unor nanopulberi din material magnetic de FeCo cu oxid metalic tip Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> printr-o metodă tip sol-gel, folosind un solvent organic, **caracterizat prin aceea că**, metoda sol-gel de realizare a acoperirii nanopulberilor de FeCo cu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizează un amestec de 0,01 moli FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O, 0,01÷0,03 moli CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, 0,09 moli C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O în 100 mL C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, care este menținut timp de 6 ore la temperatura de 60°C, după care este realizată adaugarea sub agitare de AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O în cantitate de 0,0016 moli÷0,028 moli, pentru obținerea matricei de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, urmată de obținerea gelului la 80°C cu agitare continuă și calcinarea gelului la temperaturi cuprinse între 400°C÷800°C în aer pentru 4 ore, urmată de tratarea termică în atmosferă reducătoare la 800÷900°C timp de 4 ore, a produsului obținut, rezultând astfel nanopulberi de FeCo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cu următoarele proprietăți structurale, magnetice și electrice: raportul molar Fe:Co de la 1:1 până la 1:3, dimensiunile medii ale particulelor metalice cuprinse între 41 nm și 74 nm, magnetizația la saturație de la 110 emu/g până la 213 emu/g, câmpul coercitiv de 14,35-28,20 kA/m (180-320 Oe) și rezistivitatea electrică între 3,5 și 19,2 Ω·m.

5

7

9

11

13

15

17



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 453/2021