



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2016 01039

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

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

(71) Solicitant:
• 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, AP.51, LUPENI, HD, RO

(54) NANOPULBERI FeCo IZOLATE ELECTRIC

(57) Rezumat:

Invenția se referă la nanopulberi FeCo izolate electric, pe bază de nanoparticule FeCo/Al₂O₃, folosite la realizarea miezurilor rotorice sinterizate pentru mașinile electrice cu turație ridicată, a miezurilor de diferite forme pentru transformatoare, inclusiv pentru transformatoare plane, a componentelor din materiale magnetice moi, din convertoarele de putere, antene cu microunde, inductoare, bobine, senzori, și la un procedeu de obținere a acestora. Nanopulberile conform invenției sunt realizate dintr-un material magnetic compozit, acoperit cu oxid metalic, de tipul FeCo/Al₂O₃, obținut cu proprietăți structurale, magnetice și electrice controlabile, astfel: structuri magnetice cu rapoarte molare diferite Fe_{0,25}Co_{0,75} și Fe_{0,5}Co_{0,5} și rezistivități ajustabile în timpul procesului de sinteză chimică, prin dozarea precursorilor, magnetizații la saturație de 110...213 emu/g obținute prin controlul temperaturilor în timpul tratamentelor termice. Procedeu conform invenției constă în obținerea unor nanopulberi magnetice

multicomponente FeCo acoperite cu Al₂O₃, preparate printr-un proces de sinteză chimică, prin metoda sol-gel, cu solvent organic ce utilizează un amestec de 0,01 moli FeCl₂·4H₂O, 0,01...0,03 moli CoCl₂·6H₂O, 0,09 moli C₆H₈O₇·H₂O în 100 mL C₂H₅OH, menținut timp de 6 h la temperatura de 60°C, apoi se adaugă sub agitare 0,0016...0,028 moli pentru obținerea matricei de A₂O₃, urmat de obținerea gelului la 80°C cu agitare continuă, și calcinarea gelului la temperaturi de 400...800°C în aer pentru 4 h, urmată de tratarea termică în atmosferă reducătoare la 800...900°C, timp de 4 h, având ca rezultat nanopulberi de FeCo/Al₂O₃ cu raportul molar Fe:Co de la 1:1 la 1:3, dimensiunile medii ale particulelor metalice de 41...74 nm, magnetizația de saturație de 110...213 emu/g, câmpul coercitiv de 14,35...28,2 kA/m și rezistivitatea electrică de 3,5...19,2 Ω.m.

Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



Nanopulberi FeCo izolate electric

Invenția se referă la nanopulberi FeCo izolate electric, pe bază de nanoparticule FeCo/Al₂O₃, folosite la realizarea miezurilor rotorice sinterizate pentru mașinile electrice cu turație ridicată, a miezurilor de diferite forme pentru transformatoare, inclusiv pentru transformatoare plane, a componentelor din materiale magnetic moi din convertoarele de putere, antene cu microunde, inductoare, bobine, senzori și la procedeul de obținere a acestora.

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, pentru transformarea energiei electromagnetice în energie mecanică sau invers (cazul mașinilor electrice) și pentru modificarea parametrilor, în timpul utilizării energiei electrice (cazul transformatoarelor electrice). Principalele caracteristici ale materialelor magnetic moi, esențiale pentru includerea lor în dispozitive și motoarele specifice, sunt magnetizarea la saturație, pierderile de energie și permeabilitatea.

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

Tablele cu grăunți neorientați de Fe-Si reprezintă cca. 80 % din piață pentru dispozitivele 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, 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 mare a inductiei 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 electroizolant [1].

Tehnologia de fabricație a tablelor cu graunți orientați, care au o textură (110) <001> (textura Goss), se bazează pe o primă laminare la cald, urmată de alternanță a proceselor de recoacere și laminare la rece, și în final, de o revenire la temperaturi ridicate, care produce creșterea anormală a graunților (proces de recristalizare secundară), pe o direcție aproape de (110) <001> [1].

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 pentru îmbunătățirea nivelului pierderilor de energie) apar dificultăți tehnologice în prelucrarea aliajelor, datorită fragilității acestuia. Asadar, laminarea la cald se complică, iar etapa ulterioară de laminare la rece devine practic imposibilă.

Progresele înregistrate de tehnicile de procesare a acestor materiale au oferit posibilitatea de a prepara materiale magnetic moi avansate. Metoda de preparare a aliajelor prin racire ultrarapidă prin turnare pe tambur rotitor (procedeu cunoscut sub numele de „melt-spinning”) a generat materiale cu noi compoziții și microstructuri, specifice pentru starea non-echilibru/metastabilă a materiei [2]. Odată cu descoperirea materialelor magnetic moi, amorfe și nanocristaline, caracterizate de proprietăți deosebite, acestea au înlocuit materialele magnetic moi cristaline convenționale, în toate tipurile de aplicații, de la CC la frecvență înaltă.

Aliajele Fe-Co reprezintă o altă clasă de materiale magnetic moi utilizate în construcția mașinilor electrice, caracterizate de valori ridicate ale magnetizării 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 Fe-Co și costul ridicat al cobaltului limitează însă semnificativ domeniul de utilizare.

Valoarea maximă pentru inductia la saturație, circa 2,45 T, a fost atinsă pentru un conținut de 35% cobalt, însă aliajul rezultat este foarte fragil. Adăția altor elemente: nichelul, niobiul,

Handwritten signature

vanadiul sau cromul poate favoriza comportarea aliajelor la temperatura sau a proprietatilor lor mecanice. De exemplu, aliajul V-permendur (Fe49-Co49-V2) se caracterizeaza prin valori ridicate ale inductiei la saturatie (cca. 2,3 T) si valori constante ale permeabilitatii pentru un domeniu larg de campuri de excitatie. Din aceste motive acest material este un candidat excelent pentru anumite aplicatii, dar din cauza anizotropiei sale pronuntate si rezistivitatii scazute, permendurul este eliminat din cele mai multe aplicatii posibile. Acesta este inca folosit pentru masini electrice si transformatoare, in cazuri in care este necesara reducerea cat de mult posibil, atat a dimensiunilor circuitelor magnetice, cat si a partilor polare ale electromagnetilor.

Materialele nanocompozite magnetic moi, caracterizate de o structura constand in graunti nanocristalini ultrafini, dispersati omogen intr-o matrice amorfa, ofera o combinatie de proprietati (valori mici ale campului coercitiv si ale pierderilor de energie, valori ridicate ale permeabilitatii) ce faciliteaza reducerea dimensiunii componentelor. Aceste structuri nanocompozite pot fi obtinute prin turnare sau prin metode specifice metalurgiei pulberilor.

J. Long. a raportat realizarea prin turnare, urmata 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 inductiei la saturatie, utilizabil la temperaturi ridicate, pe baza de aliaj Fe-Co, cu aplicatii in constructia inductoarelor de mare putere [3].

Structurile compozite constituite prin inglobarea pulberilor de aliaj Fe-Co intr-o matrice oxidica (de exemplu, SiO_2 , Al_2O_3) combina valorile ridicate ale magnetizatiei la saturatie cu cresterea rezistivitatii electrice, datorita prezentei Al_2O_3 , respectiv SiO_2 . Acestea prezinta insa dezavantajul proportiei ridicate de faza nemagnetica ce formeaza matricea si diminueaza proportional valoarea magnetizatiei la saturatie.

Prin utilizarea tehnicilor de sinteza chimica, proportia fazei nemagnetice ar putea fi controlata si redusa, pana la limita unui strat care sa invelasca grauntii sau aglomerarile de graunti cristalini ai fazei magnetice. Sunt cunoscute diferite procedee chimice de obtinere a nanopulberilor magnetice compozite multi componente pe baza de Fe-Co izolate electric cu oxid metalic, cum ar fi metoda hidrotermala, metoda coprecipitarii chimice si metoda sol-gel.

Procesul hidrotermal se realizeaza in vase speciale rezistente la temperaturi si presiuni inalte (autoclave). Acest procedeu limiteaza cantitatea de pulbere obtinuta din cauza limitarii constructive a acestor autoclave, dar si faptului ca pulberile obtinute prezinta structura cristalina imperfecta, ceea ce conduce la reducerea valorilor caracteristicilor magnetice.

Procedeele de coprecipitare chimica consta in coprecipitarea sub forma de saruri anorganice insolubile din solutii ce contin ionii metalici respectivi. Pulberea este spalata pentru indepartarea bazelor si apoi tratata termic pentru obtinerea oxizilor metalici. Procesul de coprecipitare, desi este un proces ieftin comparativ cu celelalte metode chimice, prezinta problema indepartarii substantelor bazice, etapa ce necesita spalari succesive si centrifugari, dar si dezavantajul datorat tendintei 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 sinteza chimica si printre cele mai dezvoltate metode de obtinere a nanopulberilor oxidice si ofera avantaje specifice in cazul materialelor oxidice multicomponente. Formarea din primele etape ale procesului a unui gel conduce la un grad inalt de omogenitate si reduce necesitatea difuziei atomice in timpul procesului de calcinare in stare solida.

Dezavantajele solutiilor cunoscute sunt urmatoarele:

- magnetizatie scazuta la saturatie;
- rezistivitate electrica redusa;
- pierderi magnetice prin curenti turbionari mari.

6

Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta in realizarea, printr-un proces complex, ce implica sinteza chimica prin tehnica sol-gel in solvent organic, urmata de tratamente termice, a nanopulberilor FeCo izolate electric datorita prezentei compusului Al_2O_3 , repartizat sub forma unui strat cu grosimi nanometrice in jurul grauntilor pe baza de FeCo, nanopulberi cu proprietati structurale, magnetice si electrice controlabile. Pe parcursul procesului de sinteza chimica, solventul este recuperat prin condensare in proportie de 70%, putand fi refolosit. Nanopulberile realizate sunt consolidate ulterior prin tehnici specifice metalurgiei pulberilor sau pot constitui umpluturi pentru materialele compozite, in scopul realizarii de piese componente pentru ingineria electrica.

Nanopulberile FeCo izolate electric, conform inventiei, inlatura dezavantajele mentionate prin aceea ca se realizeaza un material magnetic compozit acoperit cu oxid metalic, de tipul FeCo/ Al_2O_3 cu proprietati structurale, magnetice si electrice controlabile astfel: structuri magnetice cu rapoarte molare diferite fier – cobalt: $\text{Fe}_{0,25}\text{Co}_{0,75}$ si $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ si rezistivitati ajustabile in timpul procesului de sinteza chimica, prin dozarea corespunzatoare a precursorilor, magnetizatii la saturatie de 110 emu/g ... 213 emu/g, obtinute prin controlul temperaturilor in timpul tratamentelor termice.

Procedeul de obtinere a nanopulberilor magnetice izolate electric definite mai sus conform inventiei consta in obtinerea unor nanopulberi magnetice multicomponente FeCo acoperite cu Al_2O_3 , folosite pentru fabricarea componentelor magnetice din ingineria electrica, preparate printr-un proces ce implica sinteza chimica prin metoda sol-gel cu solvent organic ce utilizeaza un amestec de 0,01 moli $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0,01 - 0,03 moli $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,09 moli $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 100 mL $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, mentinut timp de 6 ore la temperatura de 60°C , apoi adaugarea sub agitare a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,0016 moli – 0,028 moli pentru obtinerea matricei de Al_2O_3 , urmata de obtinerea gelului la 80°C cu agitare continua si calcinarea gelului la temperaturi cuprinse intre 400°C - 800°C in aer pentru 4 ore, urmata de tratarea termica in atmosfera reductoare la 800 - 900°C timp de 4 ore, avand ca rezultat nanopulberi de FeCo/ Al_2O_3 cu proprietati structurale, magnetice si electrice controlabile, astfel raportul molar Fe:Co de la 1:1 pana la 1:3, dimensiunile medii ale particulelor metalice cuprinse intre 41 nm si 74 nm, magnetizatia la saturatie de la 110 emu/g pana la 213 emu/g, campul coercitiv de 14,35 – 28,20 kA/m (180 - 320 Oe) si rezistivitatea electrica intre 3,5 – 19,2 $\Omega \cdot \text{m}$.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- cresterea magnetizarii la saturatie pana la valori de 213 emu/g, datorita proprietatilor magnetice ale particulelor de FeCo;
- imbunatatirea rezistivitatii electrice pana la valori de 3,5 – 19,2 $\Omega \cdot \text{m}$, datorita prezentei invelisului cu grosimi medii de 10 nm de Al_2O_3 , situat in jurul particulelor de FeCo;
- scaderea pierderilor magnetice prin curenti turbionari, datorita cresterii rezistivitatii, ajungand la materialele consolidate prin sinterizare la valori de ordinul a 10^{14} $\Omega \cdot \text{m}$ fata de $4,6 \cdot 10^{-7}$ $\Omega \cdot \text{m}$, cat este rezistivitatea aliajelor Fe-Si si 0,1 – 10 $\Omega \cdot \text{m}$ pentru feritele moi, materiale magnetice folosite in mod uzual in constructia componentelor din ingineria electrica;
- ajustarea proprietatilor structurale, magnetice si electrice, prin controlul parametrilor de proces: raportul precursorilor si temperatura tratamentului termic de calcinare.

Se dau in continuare, 3 exemple de realizare a inventiei:

Conform inventiei, pentru obtinerea nanopulberii magnetice izolate electric se folosesc urmatoarele materii prime: $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 99%, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 98%, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 99,5%, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 96%, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 99% .

Exemplu 1. Pentru obtinerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/ Al_2O_3 cu proprietati structurale controlabile, conform inventiei, materiile prime sunt dozate si prelucrate in cadrul unui proces constituit din urmatoarea succesiune de etape:

Etapa 1. Prepararea gelului. Precursorii solizi $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0,01 moli, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 - 0,03 moli, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0,09 moli impreuna cu solventul $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 100mL sunt introdusi intr-un recipient de sticla prevazut cu agitare. Solutia obtinuta este agitata magnetic la $60^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, timp de 6 ore. Este adaugata sarea de aluminiu $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,0016 moli si se continua agitarea pentru inca

V. Andruș

2h. După ce reacția chimică a avut loc, se încălzește soluția la $80 \pm 5^\circ\text{C}$ până la obținerea unui gel de culoare maro închis (culoarea virează de la verde la maro închis).

Etapa 2. Calcinarea gelului. Gelul obținut este supus tratamentului termic în aer la temperaturi de 600°C , timp de 3 - 5 ore pentru obținerea pulberilor oxidice.

Etapa 3. Obținerea Fe-Co/Al₂O₃. 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 atmosferă de hidrogen.

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

- Fe_{0,25}Co_{0,75} sau Fe_{0,5}Co_{0,5}, cu 4% Al (% molare);
- magnetizării la saturatie $M_S = 165$ emu/g, pentru raport molar Fe:Co = 1:3 și $M_S = 213$ emu/g, pentru raport molar Fe:Co = 1:1;
- câmp coercitiv $H_c = 14,35$ kA/m (180 Oe), pentru raport molar Fe:Co = 1:3 și $H_c = 25,50$ kA/m (320 Oe), pentru raport molar Fe:Co = 1:1;
- rezistivitate $\rho = 3,5 - 19,2 \Omega \cdot \text{m}$.

Exemplu 2. Pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/Al₂O₃ cu proprietăți magnetice controlabile, conform invenției, materiile prime sunt dozate și prelucrate în cadrul unui proces constituit din următoarea succesiune de etape:

Etapa 1. Prepararea gelului. Precursorii solizi FeCl₂·4H₂O 0,01 moli, CoCl₂·6H₂O 0,03 moli, C₆H₈O₇·H₂O 0,09 moli, împreună cu solventul C₂H₅OH 100mL sunt introduși într-un recipient de sticlă prevăzut cu agitare. Soluția obținută este agitată magnetic la $60^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, timp de 6 ore. Este adăugată sarea de aluminiu AlCl₃·6H₂O 0,0016 moli și se continuă agitarea pentru încă 2h. După ce reacția chimică a avut loc se încălzește soluția la $80 \pm 5^\circ\text{C}$ până la obținerea unui gel de culoare maro închis (culoarea virează de la verde la maro închis).

Etapa 2. Calcinarea gelului. Gelul obținut este supus tratamentului termic în aer la temperaturi de 400 - 800°C, timp de 3 - 5 ore pentru obținerea pulberilor oxidice.

Etapa 3. Obținerea Fe-Co/Al₂O₃. 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 atmosferă de hidrogen.

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

- Fe_{0,25}Co_{0,75}, cu 4% Al (% molare);
- magnetizatie la saturatie $M_S = 162,5$ emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 400°C și reduse;
- magnetizatie la saturatie $M_S = 165$ emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 500°C și reduse;
- magnetizatie la saturatie $M_S = 166$ emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 600°C și reduse;
- magnetizatie la saturatie $M_S = 160$ emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 700°C și reduse;
- magnetizatie la saturatie $M_S = 110$ emu/g, pentru nanopulberile calcinate la 800°C și reduse;
- câmp coercitiv $H_c = 14,35$ kA/m (180 Oe);
- rezistivitate $\rho = 3,5 - 19,2 \Omega \cdot \text{m}$.

Exemplu 3. Pentru obținerea nanopulberii magnetice izolate electric FeCo/Al₂O₃ cu proprietăți electrice controlabile, conform invenției, materiile prime sunt dozate și prelucrate în cadrul unui proces constituit din următoarea succesiune de etape:

Etapa 1. Prepararea gelului. Precursorii solizi FeCl₂·4H₂O 0,01 moli, CoCl₂·6H₂O 0,01 moli, C₆H₈O₇·H₂O 0,09 moli împreună cu solventul C₂H₅OH 100mL sunt introduși într-un recipient de sticlă prevăzut cu agitare. Soluția obținută este agitată magnetic la $60^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, timp de 6 ore. Este adăugată sarea de aluminiu AlCl₃·6H₂O 0,0016 moli - 0,008 moli și se continuă agitarea

pentru inca 2h. Dupa ce reactia chimica a avut loc se incalzeste solutia la $80 \pm 5^\circ\text{C}$ pana la obtinerea unui gel de culoare maro inchis (culoarea vireaza de la verde la maro inchis).

Etapa 2. Calcinarea gelului. Gelul obtinut este supus tratamentului termic in aer la temperaturi de 600°C , timp de 3 - 5 ore pentru obtinerea pulberilor oxidice.

Etapa 3. Obtinerea Fe-Co/Al₂O₃. Dupa tratamentul termic realizat conform etapei 2, pulberea oxidica rezultat este supusa procesului de reducere a oxizilor de fier si de cobalt, prin tratament termic timp de 4 ore la temperaturi de 900°C in atmosfera de hidrogen.

Nanopulberile FeCo izolate electric obtinute conform inventiei au urmatoarele caracteristici:

- rezistivitate $\rho = 3,5 \Omega\cdot\text{m}$, pentru o concentratie de 4% Al (% molare);
- rezistivitate $\rho = 5,5 \Omega\cdot\text{m}$, pentru o concentratie de 8% Al (% molare);
- rezistivitate $\rho = 12,6 \Omega\cdot\text{m}$, pentru o concentratie de 12% Al (% molare);
- rezistivitate $\rho = 17,5 \Omega\cdot\text{m}$, pentru o concentratie de 16% Al (% molare);
- rezistivitate $\rho = 19,2 \Omega\cdot\text{m}$, pentru o concentratie de 20% Al (% molare).

Revendicari

1. Nanopulberile FeCo izolate electric sunt realizate dintr-un material magnetic compozit acoperit cu oxid metalic, de tipul FeCo/Al₂O₃ **caracterizat prin aceea ca** este obtinut cu proprietati structurale, magnetice si electrice controlabile, astfel: structuri magnetice cu rapoarte molare diferite fier – cobalt: Fe_{0,25}Co_{0,75} si Fe_{0,5}Co_{0,5} si rezistivitati ajustabile in timpul procesului de sinteza chimica, prin dozarea corespunzatoare a precursorilor, magnetizatii la saturatie de 110 emu/g ... 213 emu/g, obtinute prin controlul temperaturilor in timpul tratamentelor termice.

2. Procedul de obtinere a nanopulberilor magnetice izolate electric conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca**, consta in obtinerea unor nanopulberi magnetice multicomponente FeCo acoperite cu Al₂O₃, preparate printr-un proces ce implica sinteza chimica prin metoda sol-gel cu solvent organic ce utilizeaza un amestec de 0,01 moli FeCl₂·4H₂O, 0,01 - 0,03 moli CoCl₂·6H₂O, 0,09 moli C₆H₈O₇·H₂O in 100 mL C₂H₅OH, mentinut timp de 6 ore la temperatura de 60°C, apoi adaugarea sub agitare a AlCl₃·6H₂O 0,0016 moli – 0,028 moli pentru obtinerea matricei de Al₂O₃, urmata de obtinerea gelului la 80°C cu agitare continua si calcinarea gelului la temperaturi cuprinse intre 400°C-800°C in aer pentru 4 ore, urmata de tratarea termica in atmosfera reductoare la 800 - 900°C timp de 4 ore, avand ca rezultat nanopulberi de FeCo/Al₂O₃ cu proprietati structurale, magnetice si electrice controlabile, astfel: raportul molar Fe:Co de la 1:1 pana la 1:3, dimensiunile medii ale particulelor metalice cuprinse intre 41 nm si 74 nm, magnetizatia la saturatie de la 110 emu/g pana la 213 emu/g, campul coercitiv de 14,35 – 28,20 kA/m (180 - 320 Oe) si rezistivitatea electrica intre 3,5 – 19,2 Ω·m.