



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2017 00686**

(22) Data de depozit: **20/09/2017**

(41) Data publicării cererii:  
**28/02/2018** BOPI nr. **2/2018**

(71) Solicitant:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
FIZICA MATERIALELOR,  
STR. ATOMIȘTIILOR NR. 405A,  
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:  
• **COMĂNESCU CEZAR CĂTĂLIN,  
CALEA VITAN NR.199, BL.52, SC.1, ET.3,  
AP.7, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **PALADE PETRU,  
STR.CONSTANTIN MĂNESCU NR.2, BL.6,  
SC.1, AP.4, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,  
RO;**  
• **KUNCSEER ANDREI CRISTIAN,  
STR.CHILIA-VECHE NR.7, BL.710, SC.A,  
ET.5, AP.18, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,  
RO;**  
• **PLĂPCIANU CARMEN GABRIELA,  
BD.UVERTURII NR.43-45, BL.1, SC.3, ET.1,  
AP.88, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **MATERIAL MAGNETIC PE BAZĂ DE NANOPARTICULE  
DE NITRURĂ DE FIER ORDONATĂ CU STRUCTURĂ  
MARTENSITICĂ, ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE A ACESTUIA**

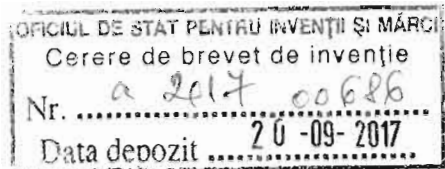
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un material magnetic pe bază de nitrură de fier ordonată cu structură martensitică  $\alpha$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  și la un procedeu de obținere a acestuia, materialul magnetic fiind utilizat pentru producerea magneților permanenți folosiți în industrie pentru motoare, actuatori, senzori, sau în tehnologia informației pentru hardisk-uri. Materialul magnetic conform invenției este alcătuit din nanoparticule cu formă elipsoidală, cu lungimea de 200 nm și diametrul de 80 nm, cu un conținut de peste 95% nitrură de Fe, ordonată cu structură martensitică  $\alpha$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ , restul de 5% fiind oxid datorită manipulării în aer, are o magnetizare la saturație de 185 emu/g măsurată la 40000 Oe, remanență de 31% și coercitivitate de 1380 Oe,

măsurate la temperatura ambiantă. Procedeu conform invenției constă în dizolvarea de 4 g surfactant Pluronic în 30 ml apă bidistilată, peste care se adaugă o cantitate de acid clorhidric, cu agitare magnetică timp de 12 h la temperatură ambiantă, urmată de adăugarea de 1 g azotat de Fe nonahidrat, de titrarea cu NaOH, și de un tratament hidrotermal la 100°C, nanoparticulele obținute prin acest procedeu fiind ulterior uscate, calcinate la 500°C, reduse în flux de 5% în argon la 480°C și, în final, nitrurate la 170°C, în flux de amoniac gazos.

Revendicări: 2  
Figuri: 3





**TITLU:**

**MATERIAL MAGNETIC PE BAZĂ DE NANOPARTICULE DE NITRURĂ DE FIER ORDONATĂ CU STRUCTURĂ MARTENSITICĂ ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A LUI**

**DESCRIERE:**

Prezenta invenție se referă la nanoparticule de nitrură de fier ordonată cu structură martensitică ( $\alpha'$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>) care prezintă formă elipsoidală obținute prin procedeul descris conform invenției și la descrierea acestui procedeu. Aceste nanoparticule prezintă proprietăți magnetice caracteristice magneților semi-“duri” superioare nanoparticulelor de fier obținute anterior în literatură (magnetizare la saturație comparabilă, magnetizare remanentă și coercitivitate mult mai mari). În ultimii ani s-a intensificat căutarea de noi materiale magnetice “dure” pentru producerea de magneți permanenți. Motivul principal îl reprezintă faptul că cei mai puternici magneți permanenți folosiți în industrie pentru motoare, actuatori, senzori sau în tehnologia informației pentru hardisk-uri conțin pământuri rare care prezintă anizotropie magnetocristalină ridicată (Sm, samariu sau neodim Nd, neodim) sau elemente tranzitionale scumpe (Pt, platina). Până în prezent, magneții cu produsul energetic (BH)<sub>max</sub> cel mai ridicat au fost cei bazați pe compuși ai elementelor din grupa fierului (care asigură o valoare mare a magnetizării) cu pământuri rare (ce induc o anizotropie magnetocristalină ridicată). Cei mai performanți magneți permanenți sunt de tip SmCo<sub>5</sub>, Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub> și Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Magneții pe bază de Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B au reprezentat mai mult de doua decenii cea mai buna combinație în ceea ce privește raportul calitate/preț. Cererea de magneți permanenți de tip Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B este estimată pentru anul 2020 la o cantitate de 8 ori mai mare decât în anul 2000. Prețul Nd în ultimii ani a crescut alarmant ca urmare a limitării drastice a cantității de Nd exportată de țările producătoare (în principal China). Având în vedere aceste tendințe, obținerea de noi tipuri de materiale magnetice “dure” sau semi-“dure” cu magnetizare la saturație, coercitivitate, remanență și produs energetic ridicat, care nu conțin pământuri rare (e.g Nd, Sm) sau elemente scumpe (Pt) este imperios necesară. Un alt aspect important de luat în considerare este prețul redus pe care trebuie să-l aibă aceste materiale. Problema găsirii acestor materiale este dificilă având în vedere necesitatea suplinirii anizotropiei magnetocristaline mari, specifică pământurilor rare, prin inducerea unei anizotropii magnetice de formă prin utilizarea anumitor proceduri de preparare.

Un material foarte promițător pentru realizarea acestui scop îl reprezintă  $\alpha'$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> (nitrura de fier ordonată cu structură martensitică) ce prezintă o valoare foarte mare a magnetizării la saturație datorată distorsiei tetragonale a structurii cristaline. Magnetizarea la saturație a acestui material ca și aliaj masiv o depășește pe cea a fierului iar studii preliminare asupra nanoparticulelor de  $\alpha'$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> arată o coercitivitate de câteva ori mai mare decât a nanoparticulelor de Fe. Prin procesarea specială a acestui material, adică prin obținerea de nanoparticule magnetice care prezintă anizotropie de formă (elipsoidală sau aciculară) se poate crește coercitivitatea și remanența în comparație cu nanoparticulele cu formă simetrică (cubică sau sferică). În literatura de specialitate s-a acordat în ultimii ani o atenție deosebită studierii proprietăților magnetice ale nanoparticulelor de  $\alpha'$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>. Preocupările privind straturile subțiri ce conțin această fază există încă din anul 1970, dar pentru prima oară această fază a fost sintetizată în formă de pulbere nanocristalină cu puritate bună prin nitrurarea pulberilor de oxid de fier în flux de amoniac la temperaturi sub 200 °C abia în anul 2008.



Director General INCDFM,  
Ionaș Enculescu

Într-un articol din 2008 (S. Kikkawa, K. Kubota, T. Takeda, "Particle size dependence in low temperature nitridation reaction for  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ ", *J. of Alloys and Compounds* **449** (2008) 7-10) este descrisă producerea nanoparticulelor de  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  pe cale chimică prin reducerea în flux de hidrogen și ulterior nitrurarea în flux de amoniac a mai multor tipuri de particule de hematită comercială cu dimensiuni de 30 nm, 60 nm și 200 nm. Așa cum reiese din imaginile SEM prezentate în articol atât nanoparticulele inițiale cât și cele reduse și ulterior nitrurate au formă simetrică și deci o anizotropie magnetică de formă redusă. Mai mult, în urma reducerii și nitrurării particulele încep să sinterizeze și acest lucru influențează negativ proprietățile magnetice. Astfel prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor de oxid de 60 nm coercitivitatea este de numai 340 Oe iar prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor de oxid de 30 nm, deși coercitivitatea crește semnificativ, magnetizarea la saturație scade la 121 emu/g. Într-un alt articol din 2014 (R. Zuhijah, K. Yoshimi, A. B. D. Nandiyanto, T. Ogi, T. Iwaki, K. Nakamura, K. Okuyama, " $\alpha$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  phase formation of plasma-synthesized core-shell type  $\alpha$ -Fe nanoparticles under various conditions", *Advanced Powder Technology* **25** (2014) 582-590) este prezentată formarea nanoparticulelor miez-înveliș de tip  $\alpha$ -Fe/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  printr-un proces complicat de depunere în vid în radiofrecvență pornind de la precursor organometalic de  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  (pentacarbonil de fier, toxic). După aceea, prin reducere și nitrurare, nanoparticulele miez-înveliș devin  $\alpha$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Și în acest caz, conform imaginilor SEM din articol, nanoparticulele imediat după depunere cât și cele reduse și nitrurate au formă simetrică care afectează negativ proprietățile magnetice. Formarea unui înveliș de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  are un efect pozitiv privind limitarea sinterizării în timpul reducerii și nitrurării crescând semnificativ coercitivitatea, dar afectează valoarea magnetizării la saturație care la 300 K și 20000 Oe este aproximativ 165 emu/g conform curbei de histerezis prezentate în articol.

Într-un alt articol din 2015 (D. Nagai, Y. Kinemuchi, K. Suzuki, A. Towata, M. Yasuoka, "Highly dispersive  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  particle synthesis using hydroxyapatite coating", *J. Solid State Chemistry* **225** (2015) 455-458) nanoparticulele precursorare au tot forma sferică. Pentru evitarea sinterizării în timpul reducerii și nitrurării, nanoparticulele au fost acoperite cu hidroxiapatită care ulterior a fost dizolvată utilizând o soluție apoasă de EDTA. Deși coercitivitatea are valori bune, magnetizarea la saturație măsurată la 300 K este de 170 emu/g ca urmare a afectării suprafețelor nanoparticulelor de interacția cu hidroxiapatita și cu soluția utilizată pentru dizolvarea ei.

Într-un articol recent din 2016 (J. Li, W. Zuan, X. Peng, Z. Zang, J. Xu, X. Wang, B. Hong, H. Jin, D. Jin, H. Ge, "Synthesis of fine  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  powders by low-temperature nitridation of  $\alpha$ -Fe from magnetite nanoparticles", *AIP Advances* **6** (2016) 125104) autorii utilizează nanoparticule sferice de magnetită de 20 nm ca precursor pentru reducere și nitrurare. Și în acest caz, datorită formei simetrice a nanoparticulelor atât înainte cât și după reducere și nitrurare proprietățile magnetice sunt slabe. Conform curbei de histerezis magnetic prezentată în articol deși magnetizarea la saturație măsurată la 20000 Oe este aproximativ 180 emu/g, remanența este sub 20% și coercitivitatea sub 800 Oe. Mai mult, conform figurii de difracție prezentată în articol cantitatea de fază  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  conținută în probe este de maxim 60%, restul fiind în principal Fe.

Nanoparticulele de  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  prezentate în literatură au formă simetrică și din acest motiv coercitivitatea și remanența au valori mici. Un alt impediment îl reprezintă sinterizarea care apare în timpul reacțiilor de reducere și nitrurare care conduce la deteriorarea proprietăților magnetice. Adăugarea de aditivi pentru prevenirea sinterizării nu este convenabilă datorită impurificării suprafeței nanoparticulelor de  $\alpha$ '- $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  și datorită micșorării magnetizării la saturație ca urmare a contribuției la masa totală a fazei nemagnetice ce acționează împotriva sinterizării. Folosirea de



precursori toxici precum pentacarbonilul de fier pentru producerea particulelor de  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  este de evitat.

Problema tehnică obiectivă pe care urmărește să o rezolve invenția constă în elaborarea unor nanoparticule cu conținut ridicat de fază  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  care să prezinte formă alungită (elipsoidală sau aciculară) pentru obținerea unei anizotropii de formă magnetică ridicată astfel încât magnetizarea la saturație, remanența și coercitivitatea să fie mari. Această formă alungită (elipsoidală sau aciculară) nu trebuie să fie afectată semnificativ de către tratamentele de reducere și nitrurare și sinterizarea nanoparticulelor în timpul acestor tratamente trebuie să fie minimă. O altă cerință este evitarea fazelor nemagnetice adiționale (de exemplu hidroxiapatită sau  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) care apar pentru nanoparticulele sintetizate în cazurile anterioare prezentate în literatură datorită efectului negativ pe care îl au acestea asupra valorii magnetizării la saturație.

Soluția la această problemă tehnică o reprezintă materialul realizat conform revendicării 1 a invenției care este alcătuit din nanoparticule cu formă elipsoidală (lungime de 200 nm și diametru de 80 nm) care conține peste 95% fază  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  (restul fiind oxid datorită manipulării în aer) cu magnetizare la saturație de 185 emu/g măsurată la 40000 Oe, remanență de 31% și coercitivitate de 1380 Oe măsurate la temperatura ambiantă, și fiind obținut printr-un procedeu conform revendicării 2 a invenției care constă în dizolvarea de 4g surfactant Pluronic în 30 mL apă bidistilată, peste care se adaugă o cantitate de acid clorhidric urmată de agitare magnetică timp de 12h la temperatura ambiantă urmată de adăugarea de 1g azotat de fier nonahidrat și titrarea cu hidroxid de sodiu și de tratament hidrotermal la 100 °C, nanoparticulele obținute prin acest procedeu fiind ulterior uscate, calcinate la 500 °C, reduse în flux de 5% hidrogen în argon la 480 °C și în final nitrurate la 170 °C în flux de amoniac gazos.

Materialul realizat conform invenției conține numai  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  și o cantitate infimă de oxid de fier datorită manipulării în aer, cantitatea de  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  fiind net superioară celei conținută în materialul obținut de **J. Li și colaboratorii** și nu este sintetizat utilizând precursori toxici precum pentacarbonilul de fier utilizat de **R. Zuhijah și colaboratorii**. Materialul realizat conform invenției conține nanoparticule de  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  de formă alungită elipsoidală care se menține și după reacția de reducere și nitrurare spre deosebire de materialele obținute de **S. Kikkawa și colaboratorii**, **R. Zuhijah și colaboratorii**, **D. Nagai și colaboratorii**, **J. Li și colaboratorii**. Această formă elipsoidală a nanoparticulelor le conferă coercitivitate și remanență mai mare decât cea obținută de **S. Kikkawa și colaboratorii** și cea obținută de **J. Li și colaboratorii** și a unei magnetizări la saturație măsurată la temperatura ambiantă în câmp de 40000 Oe mai mare decât cea obținută de **S. Kikkawa și colaboratorii**, **R. Zuhijah și colaboratorii**, **D. Nagai și colaboratorii**, **J. Li și colaboratorii**. Utilizarea hidroxiapatitei și  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pentru acoperirea particulelor de  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  de **D. Nagai și colaboratorii** respectiv **R. Zuhijah și colaboratorii** duce la o creștere a coercitivității dar magnetizarea la saturație măsurată la temperatura ambiantă în câmp de 40000 Oe scade la aproximativ 170 emu/g. Trebuie reamintit faptul că datorită manipulării în aer (pentru măsurătorile magnetice și structurale) materialul realizat conform invenției conține aproximativ 5% oxid de fier. Magnetizarea la saturație a fazei pure (fără oxid) conținută în materialul realizat conform invenției este 195 emu/g.

Deci materialul realizat conform revendicării 1 a invenției ce conține nanoparticule de  $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  și care este sintetizat conform procedurii descris în revendicarea 2 a invenției prezintă avantaje evidente față de materialele prezentate anterior în literatură și rezolvă problemele tehnice obiective propuse în prezenta descriere a invenției deoarece:

- (i) nu se utilizează precursori toxici (de exemplu pentacarbonil de fier) pentru sinteză,
- (ii) nu conține impurități date de faze adiționale (de exemplu hidroxiapatită sau  $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Director General INCDFM,  
Ionuț Cioculescu



- utilizate în literatură pentru prevenirea sinterizării în timpul reducerii și nitrurării,
- (iii) nanoparticulele constituente ale materialului au formă alungită (elipsoidală) care se menține și după tratamentul de reducere și nitrurare ceea ce conferă anizotropie magnetică de formă cu efect semnificativ privind creșterea remanenței și coercitivității, fără diminuarea magnetizării la saturație
- (iv) metoda de producere este relativ simplă (nu implică depuneri în vid sau reacții chimice complicate)
- (v) reactivii utilizați pentru reacțiile chimice necesare producerii nanoparticulelor de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  sunt ieftini iar timpul de tratament în flux de gaz este relativ scurt
- (vi) faza  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  obținută este pură, (> 95%), restul fiind reprezentat doar de oxidul apărut ca urmare a manipulării în aer pentru măsurătorile magnetice și structurale

Se dau în continuare 2 exemple de realizare a materialelor magnetice ce conțin nanoparticule de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ , conform invenției, în legătură și cu **fig. 1 ... 3** care reprezintă:

-**fig. 1**, imagini SEM pentru: (A) – nanoparticule precursoare produse pe cale chimică utilizate pentru producerea  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției, (B) - nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  descrise în revendicarea 1 a invenției

-**fig. 2**, spectre de difracție de raze X pentru: (A) – nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  descrise în revendicarea 1 a invenției (B) - nanoparticule produse prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 2

-**fig. 3**, curbe de histerezis măsurate la temperatura ambiantă pentru: (A) – nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  descrise în revendicarea 1 a invenției (B) - nanoparticule produse prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 2

### Exemplul 1

S-a pornit de la 4g de surfactant Pluronic (99 %) care au fost dizolvate în 30 mL H<sub>2</sub>O bidistilată, peste care s-a adăugat o cantitate de acid clorhidric. Soluția a fost agitată magnetic la 500 rpm timp de 12h la temperatura ambiantă. În soluție s-a adăugat 1g azotat de fier nonahidrat (99%) care a fost apoi titrat cu hidroxid de sodiu. Precipitatul obținut a fost supus la tratament hidrotermal la 100 °C, nanoparticulele obținute prin acest procedeu fiind uscate și apoi calcinate la 500 °C. După aceea nanoparticulele au fost reduse în flux de 5% hidrogen în argon la 480 °C și în final nitrurate la 170 °C în flux de amoniac gazos. Procedura descrisă în exemplul 1 face obiectul revendicării 2 a invenției. Pentru nanoparticulele obținute au fost efectuate măsurători de difracție utilizând un difractometru Bruker D8 Advance și au fost obținute imagini SEM utilizând un microscop cu scanare Tescan Lyra. Nanoparticulele precursoare obținute prin metoda descrisă mai sus au lungimea de 150 nm și diametrul de 50 nm (**fig.1 A**). Nanoparticulele elipsoidale de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  obținute după reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare au lungimea de 200 nm și diametrul de 80 nm (**fig. 1 B**). Măsurătorile de difracție de raze X pentru materialul preparat conform procedurii din exemplul 1 și revendicării 2 a invenției (**fig. 2A**) și care face obiectul revendicării 1 a invenției au arătat prezența fazei  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  pure. Măsurătorile magnetice de



histerezis magnetic la temperatura ambiantă (**fig. 3A**) au fost efectuate pentru acest material cu un aparat MPMS Quantum Design și au arătat: magnetizare la saturație de 185 emu/g măsurată la 40000 Oe, remanență de 31% și coercitivitate de 1380 Oe.

### Exemplul 2

S-au preparat particulele precursorare conform procedurii din exemplul 1. Reducerea a avut loc în flux de 5% hidrogen în argon la 480 °C iar niturarea s-a efectuat în flux de amoniac gazos la temperatura de 160 °C. Măsurătorile de difracție de raze X pentru materialul preparat conform exemplului 2 au arătat (**fig. 2B**) prezența fazei  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> majoritare dar și a unei cantități importante de  $\alpha$ -Fe care arată conversia incompletă la această temperatură a fierului metalic în  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>. Măsurătorile magnetice la temperatura ambianta pentru acest material (**fig. 3B**) au arătat: magnetizare la saturație de 200 emu/g măsurată la 40000 Oe, remanență de 23% și coercitivitate de 950 Oe, care arată o comportare magnetică mai puțin "dură" dar o magnetizare la saturație mai ridicată decât cea pentru materialul obținut conform exemplului 1 și revendicării 2 a invenției.

Toate aceste rezultate au arătat proprietăți magnetice mai bune pentru nanoparticulele de  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> obținute conform revendicării 1 a invenției utilizând procedeul descris în revendicarea 2 a invenției decât pentru nanoparticulele similare descrise în literatură, în principal datorită formei alungite elipsoidale care se menține și după reducere și niturare și care crește semnificativ anizotropia de formă magnetică. Aceste nanoparticule au coercitivitatea și remanența de 3 ori mai mare decât cea a nanoparticulelor de fier, iar magnetizarea la saturație este comparabilă cu cea a nanoparticulelor de fier. Magnetizarea la saturație este de 3 ori mai mare decât cea a nanoparticulelor de magnetită și ferită. Toate aceste calități dovedesc potențialul de utilizare al nanoparticulelor realizate conform invenției în domeniul magneților permanenți care nu conțin pamânturi rare sau metale tranzitionale scumpe (de exemplu platina).



**REVEDICĂRI:**

1. Material magnetic, **caracterizat prin aceea că** este alcătuit din nanoparticule cu formă elipsoidală (lungime de 200 nm și diametru de 80 nm) care conține peste 95% nitrură de fier ordonată cu structură martensitică -  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> - (restul fiind oxid datorită manipulării în aer) cu magnetizare la saturație de 185 emu/g măsurată la 40000 Oe, remanență de 31% și coercitivitate de 1380 Oe măsurate la temperatura ambiantă.
2. Procedeu de obținere de material magnetic, definit în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** va consta în dizolvarea de 4g surfactant Pluronic în 30 mL apă bidistilată, peste care se adaugă o cantitate de acid clorhidric urmată de agitare magnetică timp de 12h la temperatura ambiantă urmată de adăugarea de 1g azotat de fier nonahidrat și titrarea cu hidroxid de sodiu și de tratament hidrotermal la 100 °C, nanoparticulele obținute prin acest procedeu fiind ulterior uscate, calcinate la 500 °C, reduse în flux de 5% hidrogen în argon la 480 °C și în final nitrurate la 170 °C în flux de amoniac gazos.

Director General INCDFM,  
Ioniț Enculescu



## Figuri

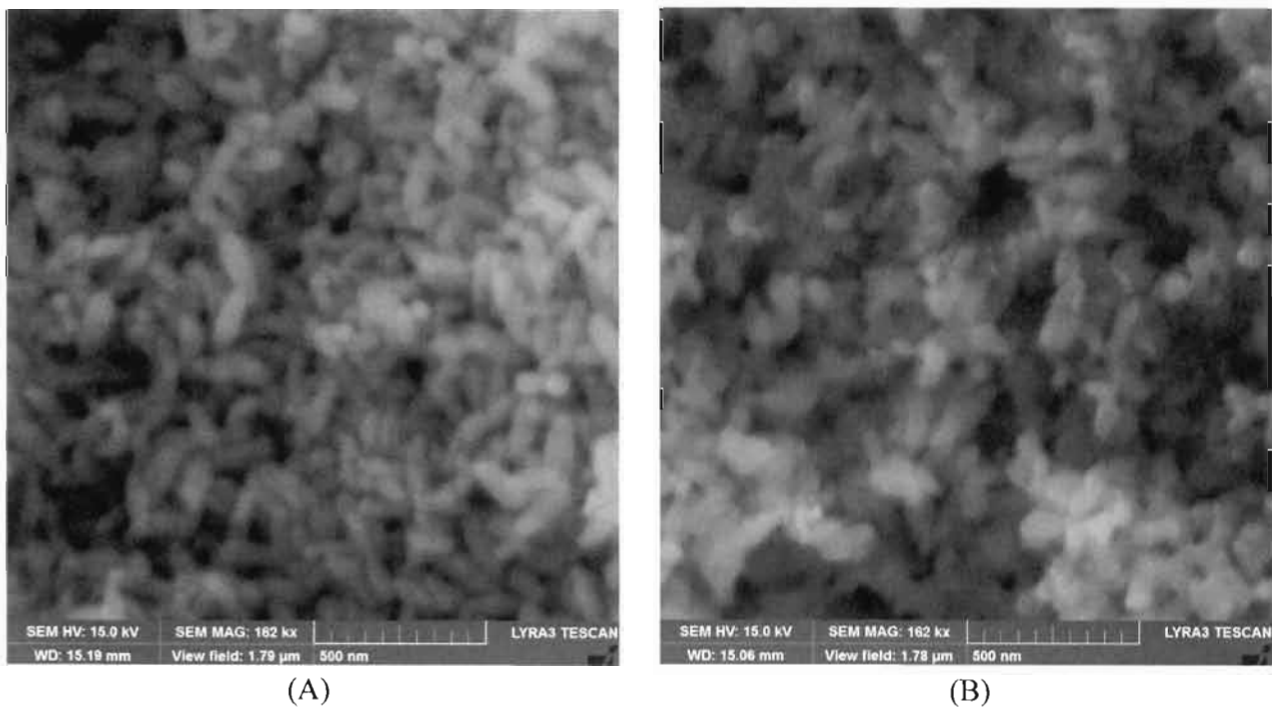


Fig. 1

Imagini SEM pentru: (A) – nanoparticule precursoră produse pe cale chimică utilizate pentru producerea  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției, (B) - nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoră conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> descrise în revendicarea 1 a invenției

Director General INCDPFI,  
Ionuț Enculescu





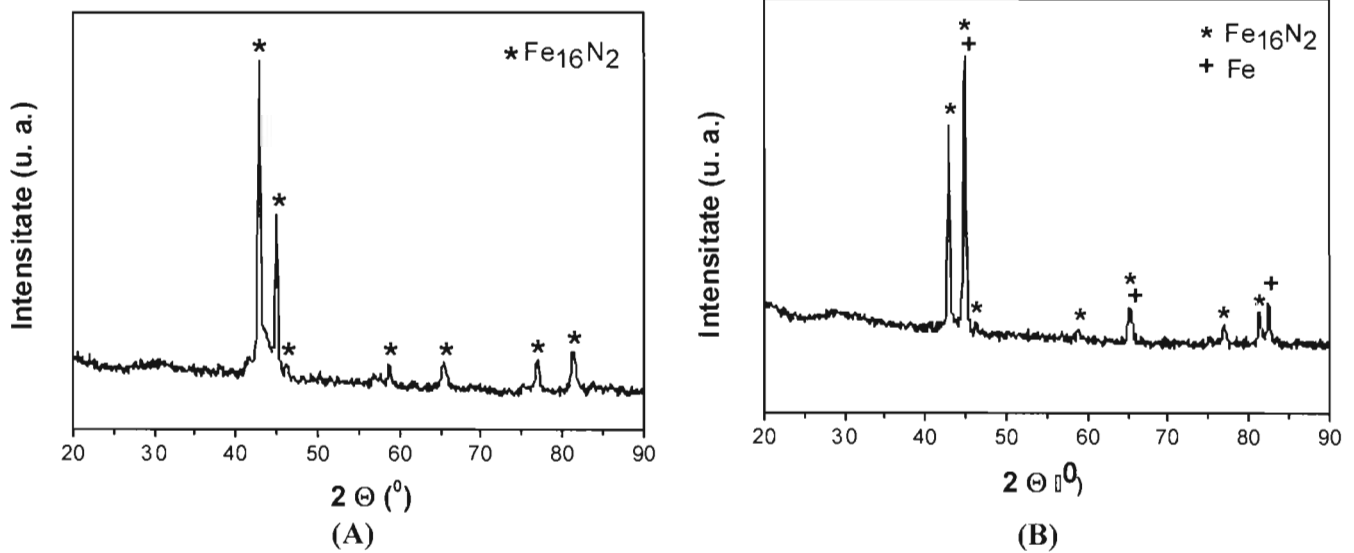


Fig. 2

Spectre de difracție de raze X pentru: (A) – nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$  descrise în revendicarea 1 a invenției (B) - nanoparticule produse prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 2

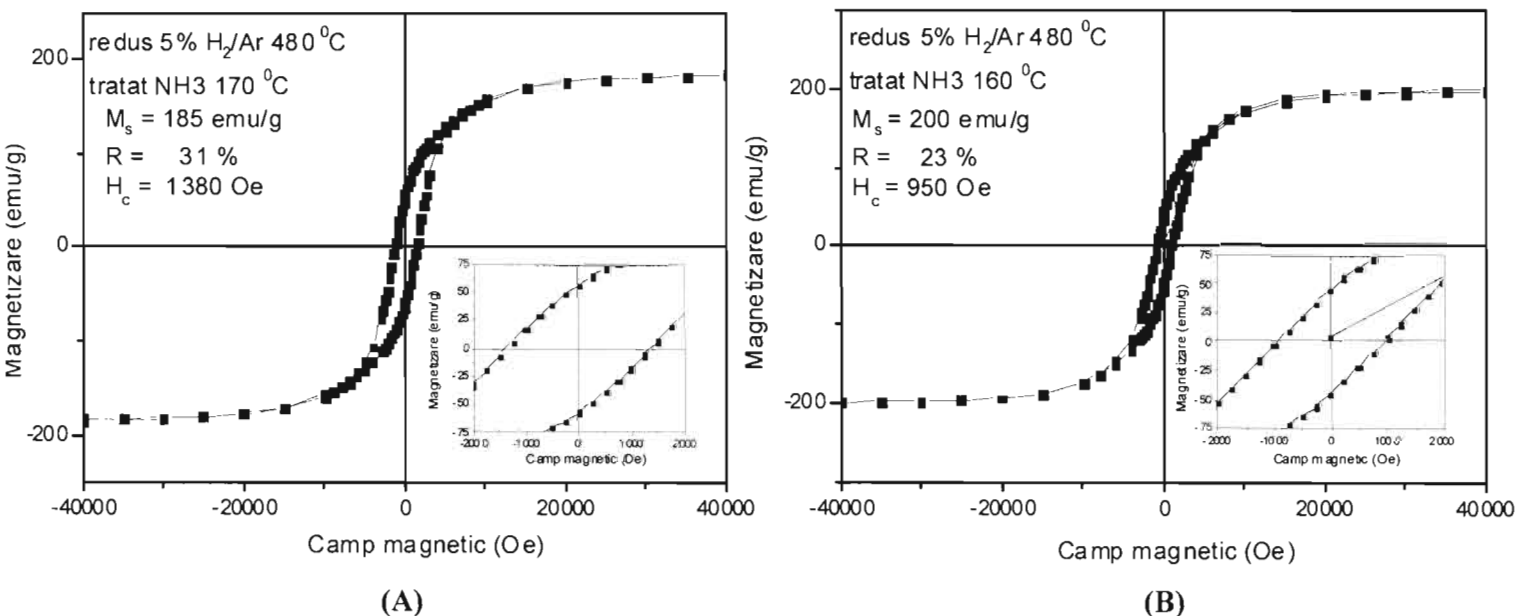


Fig. 3

Curbe de histerzis măsurate la temperatura ambianta pentru: (A) – nanoparticule rezultate prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 1 și revendicării 2 a invenției și care reprezintă nanoparticulele de  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> descrise în revendicarea 1 a invenției (B) - nanoparticule produse prin reducerea și nitrurarea nanoparticulelor precursoare conform procedurii descris în exemplul 2

