



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2022 00413**

(22) Data de depozit: **14/07/2022**

(41) Data publicării cererii:
29/11/2022 BOPI nr. **11/2022**

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

(72) Inventatori:
• **MARINCA TRAIAN-FLORIN,
STR. ALEXANDRU ROȘCA NR.1, BL.C4,
AP.31, CLUJ- NAPOCA, CJ, RO;**

• **NEAMȚU BOGDAN VIOREL,
STR. DUNĂRII NR. 31, BL. V3, AP. 2,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **POPA FLORIN, STR. AL. VAIDA-VOEVOD
NR. 70, SC. 4, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **CHICINAȘ IONEL, STR. GODEANU NR.8,
AP.7, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(54) **PULBERI COMPOZITE COMPLEXE PE BAZĂ DE FE ȘI ALIAJ
CU BAZA FE, COMPACTE SINTERIZATE COMPOZITE
MAGNETIC MOI CU MATRICE OXIDICĂ PE BAZA
ACESTORA ȘI PROCEDU DE OBȚINERE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la pulberi compozite complexe de tipul Fe acoperit cu un strat de oxid de Fe, acoperite cu particule fine de aliaj Fe - Si - Al sau Fe - Al sau Fe - Si, acoperite la rândul lor cu un strat de oxid și la un procedeu de obținere a acestora. Pulberile compozite conform invenției cu dimensiuni ale particulelor cuprinse între zeci de micrometri până la 200 micrometri de Fe sunt acoperite cu un strat de oxid de Fe și apoi sunt acoperite cu un al doilea strat compozit din particule fine de aliaj Fe - Si - Al oxidate superficial, raportul dintre Fe și Fe - Si - Al putând varia între 0,1...99,9% și restul Fe - Si - Al, iar cantitatea de Si și Al din aliajul Fe - Si - Al variază între 0,1...30%, zone mari de Fe fiind înglobate într-o matrice complexă pe bază de oxid de Al și oxid de Si care are dispersate zone/particule de Fe - Si - Al, iar cantitatea de Si și Al din aliajul Fe - Si - Al variază între 0,1...30%. Procedeu conform invenției are următoarele etape:

1) alegerea raportului între cantitatea de pulbere de Fe și cea de aliaj Fe - Si - Al în funcție de caracteristicile magnetice și electrice dorite,

2) acoperirea celor două tipuri de pulberi cu un strat de oxid prin diverse metode:

a) imersarea în soluție de acid clorhidric, utilizând brunarea cu soluție de azotat, azotit și hidroxid de sodiu,

b) brunare chimică la rece,

c) oxidare în amestec de oxigen cu alte gaze inerte sau azot,

d) acoperirea cu nanoparticule de oxid de Fe, respectiv F_2O_3 și/sau Fe_3O_4 ,

3) acoperirea particulelor de Fe oxidate cu un strat de particule fine oxidate de aliaj Fe - Si - Al,
4) aplicarea de tratamente termice în atmosferă inertă,

5) stabilirea parametrilor de obținere a compactelor prin sinterizare: durată și temperatură de sinterizare,

6) formarea compactului prin presare în matrită,

7) sinterizarea propriu - zisă și

8) aplicarea de tratamente termice post sinterizare.

Revendicări: 4

Figuri: 12



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	a 22 0413
Data depozit	1.4.07.2022

17

**PULBERI COMPOZITE COMPLEXE PE BAZĂ DE Fe ȘI ALIAJ CU BAZA Fe,
COMPACTE SINTERIZATE COMPOZITE MAGNETIC MOI CU MATRICE
OXIDICĂ PE BAZA ACESTORA ȘI PROCEDEU DE OBTINERE**

Invenția se referă la pulberi compozite complexe de tipul Fe acoperit cu un strat de oxid de fier și care la rândul lor sunt acoperite cu particule mai fine de aliaj Fe-Si-Al sau Fe-Al sau Fe-Si acoperite, la rândul lor, cu un strat de oxid, compacte compozite pe baza pulberilor compozite complexe notate (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) și procedeu de obținere a acestora, ambele, pulberi și compacte, cu aplicabilitate în dispozitive electromagnetice la frecvențe ridicate. Pulberile compozite au un miez de fier, particulă mare de fier - granule de ordinul zecilor de micrometri până la 200 de micrometri acoperite cu un strat de oxid. Particulele de fier@oxid de fier sunt acoperite cu un strat mixt, de asemenea compozit, format din particule fine și foarte fine de aliaj cu baza Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si acoperite cu un strat complex oxizi. Particulele de Fe și particulele de Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si pot fi acoperite cu același strat de oxid/oxizi sau cu un strat diferit de oxizi, prin aceeași metodă sau prin metode diferite. Stratul de oxid de pe suprafețele ambelor tipuri de particule metalice poate fi continuu sau pseudo-continuu.

Din pulberile compozite (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) se obțin compacte sinterizate compozite în care sunt zone mari metalice generate de particulele de fier și o zonă complexă formată din matrice rezistivă din punct de vedere electric cu dispersie de particule de Fe-Si-Al sau Fe-Al sau Fe-Si (Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si) care înglobează și zonele de fier. Compactele compozite prezintă matrice oxidică, în principal oxid de siliciu – SiO₂ și oxid de aluminiu - Al₂O₃, sau oxid de siliciu sau oxid de aluminiu – în funcție de aliajul utilizat Fe-Si-Al sau Fe-Al sau Fe-Si, care conferă o rezistivitate electrică foarte mare și permite utilizarea lor în aplicații de frecvențe medii și înalte. Matricea oxidică se obține prin reacția fazelor Fe și Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si cu oxizii cu care au fost acoperite particulele. Odată cu formarea matricei de oxid pulberea se densifică. Compactele compozite au o inducție magnetică crescută ca urmare a utilizării fierului în cantități mari, a densității mari și totodată o permeabilitate magnetică sporită.

Una dintre problemele tehnice pe care le rezolvă invenția este asigurarea unei matrice de rezistivitate electrică ridicată, oxid de siliciu și oxid de aluminiu sau oxid de siliciu sau oxid de aluminiu, care înglobează o cantitate mare de materiale feromagnetice Fe și Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si. Practic în matricea de oxid avem dispersate particule fine de aliaj feromagnetic. Matricea rezistivă

Anișoara

electric duce la utilizarea compactelor la frecvențe ridicate cu caracteristici magnetice similare aliajelor ce se utilizează la frecvențe joase, dar cu pierderi prin curenți turbionari foarte mici.

Materialele magnetice moi compozite reprezintă la ora actuală una din direcțiile principale de cercetare. Materialele magnetice moi compozite, așa numitele SMC-uri (de la prescurtarea din limba engleză – soft magnetic composite), sunt acele materiale care ar trebui să aibă proprietăți magnetice cât mai apropiate de cele conferite de materiale feromagnetice clasice [1]. Din punct de vedere al rezistivității electrice aceste materiale compozite trebuie să aibă o rezistivitate electrică cât mai mare pentru a putea împiedica dezvoltarea curenților turbionari care duc la pierderi energetice în câmpuri alternative. Prin materiale magnetice clasice facem referire aici, în principal la aliaje cu baza Fe (cum ar fi Fe-Si, Fe-Si-Al, Fe-Ni, Fe-Co etc) și baza Ni (Ni-Fe, Ni-Fe-Mo, Ni-Fe-Cu-Mo etc) [1-3]. Aceste materiale oferă o inducție magnetică mare, în special cele cu baza Fe, și o permeabilitate foarte bună [4]. Particule de materiale magnetice mai sus numite clasice sunt acoperite cu un strat izolator, care poate fi organic sau anorganic, De regulă, particulele feromagnetice sunt înglobate în diverse rășini/polimeri și apoi presate în forma dorită. Rășina oferă o rezistivitate electrică mare, dar permeabilitatea magnetică poate fi foarte mică ca urmare a unei densități relative mici [1]. O altă abordare este acoperirea cu oxid și oxizi pe bază de ferite și apoi sinterizarea [5, 6]. Această opțiune este dificilă ca urmare a reacției stratului de oxid cu faza/fazele feromagnetice. Feritele magnetice moi au avantajul de a oferi și o componentă magnetică [7]. O abordare alternativă este acoperirea particulelor feromagnetice cu un strat de dielectric. Rolul dielectricului este de a izola electric particulele feromagnetice unele de altele [8-9]. O acoperire pe care autorii au propus-o, într-un alt brevet, este acoperirea particulelor cu un strat de aliaj Rhometal creat prin difuzie între particule de Fe și particule de Permalloy (Supermalloy) [10]. Cea mai mare parte a abordărilor privind acoperirea cu un strat de oxid se oprește la presarea pulberilor acoperite cu oxid în forma dorită și aplicarea unor tratamente de detensionare la temperaturi scăzute pentru a preveni reacția dintre oxid și fazele feromagnetice [12]. Un miez magnetic compozit ideal ar trebui să aibă o densitate foarte mare, cât mai apropiată de densitatea teoretică, iar acest lucru pentru materialele compozite nu se poate realiza decât prin sinterizare. Obținerea unei matrice cât mai rezistive din punct de vedere electric, spre exemplu, o matrice din oxid de siliciu și sau aluminiu, este o provocare. Dacă pulberile sunt acoperite cu un strat de oxid de siliciu și apoi un strat de aluminiu este aproape imposibilă sinterizarea lor atât din punct de vedere tehnic, cât și din punct de vedere economic ca urmare a temperaturile foarte mari necesare sinterizării.

15

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este realizarea de materiale magnetice compozite cu baza Fe care posedă o magnetizare de saturație mare, o permeabilitate bună și care au o matrice foarte rezistivă care rezultă în urma sinterizării formată din oxid/oxizi de siliciu și/sau aluminiu. Matricea foarte rezistivă din punct de vedere electric are avantajul de a fi stabilă în momentul aplicării tratamentelor de detensionare, recristalizare sau altor tratamente termice chiar la temperaturi înalte. În cazul materialelor compozite moi, la ora actuală, o mare problemă este aplicarea tratamentelor termice pentru detensionare, dar în special a tratamentelor termice specifice ce duc la creșterea permeabilității. Formarea unei matrice rezistive din punct de vedere electric și stabilă termic din punct de vedere al reacției cu zonele/particulele feromagnetice pe care le înglobează rezolvă această problemă.

O altă problemă tehnică pe care o rezolvă invenția este reducerea cantității de material care nu este feromagnetic prin introducerea de particule fine feromagnetice în matrice care ajută la o mai bună densitate a compactelor compozite și care sporesc inducția și permeabilitatea magnetică. Metoda de acoperire simplă a particulelor feromagnetice combinată cu ruta de densificare și anume sinterizarea cu reacție a fazelor feromagnetice cu stratul de oxid/oxizi pentru formarea matricei foarte rezistive elimină problema tehnică a reacțiilor nedorite, deoarece Al și Si prezente în pulberile compozite sunt mai reactive cu oxigenul.

O problemă tehnică specială care este rezolvată de către invenție este formarea pieselor înainte de sinterizare pentru sinterizarea în plasmă. În cazul sinterizării în plasmă forma este redusă la cilindri care mai apoi, după sinterizare sunt prelucrați mecanic pentru desăvârșirea formei dorite. Invenția prezintă o soluție practică pentru a evita prelucrările mecanice și totodată o mai bună densificare prin aplicarea de presiuni de ordinul sutelor de MPa asupra pulberilor pentru punere în formă și a avea un contact intim între particule ceea ce duce la o mai bună densificare înainte de sinterizare.

Pulberile compozite complexe, conform invenției, sunt pulberi care au miezul din fier (cu granulație) și care sunt dublu acoperite: un prim strat este un strat de oxizi, iar peste acest strat mai este un strat de pulberi fine de aliaj cu baza fier (Fe-Si-Al, Fe-Si sau Fe-Al). Pulberile de Fe-Si-Al, Fe-Si sau Fe-Al au fost și ele acoperite în prealabil cu un strat de oxizi. Figura 1 arată modelul pulberilor compozite (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si@oxid). Compactele compozite complexe, conform invenției, sunt compacte cu baza Fe cu matrice din oxizi/oxid ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$) cu dispersie de aliaj Fe-Si-Al/Fe-Si/Fe-Al obținute prin sinterizarea

descriere F

14

pulberilor complexe de tipul Fe@oxid de fier acoperite cu un strat de pulberi Fe-Si-Al sau Fe-Al sau Fe-Si@oxid notate și (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si@oxid). Fazele existente în pulberile (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si@oxid) reacționează pe durata sinterizării și se formează oxizi de siliciu și aluminiu sau oxid de siliciu sau oxid de aluminiu (în funcție de tipul aliajului Fe-Si-Al) care sunt/este dispuși/dispus în rețea. Aluminiul și siliciul au o mai mare afinitate față de oxigen și vor forma oxizi mai stabili comparativ cu cei ai fierului. Al și Si difuzează din particulele/zonile de aliaj Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si spre startul oxidat și reacționează cu oxizii de fier formați în startul exterior al particulelor. În compactele compozite zonele mari de fier sunt distribuite într-o matrice mixtă, oxizi de aluminiu și siliciu și aliaj Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si. În matrice și zonele din aliaj Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si sunt încadrate de oxizi/oxid (SiO_2 și Al_2O_3 sau SiO_2 sau Al_2O_3), practic există o matrice de oxizi în care sunt dispersate zone fine de aliaj Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si similar cu schița prezentată în figura 2.

Procedeul de obținere, conform invenției, constă în:

- 1) alegerea raportului între cantitatea de pulbere de fier și cea de aliaj Fe-Si-Al/Fe-Si/Fe-Al;
- 2) acoperirea celor două tipuri de pulberi cu un strat de oxid, în funcție de raportul ales, prin aceeași metodă sau metode diferite:
 - i) imersia în soluție de acid clorhidric/utilizarea brunării cu soluție de azotat, azotit și hidroxid de sodiu;
 - ii) brunare chimică la rece;
 - iii) oxidare în amestec de oxigen cu alte gaze inerte sau azot;
 - iv) acoperirea cu nanoparticule de oxid de fier (Fe_2O_3 și/sau Fe_3O_4);
- 3) omogenizarea/acoperirea particulelor de fier acoperite cu oxid cu un strat de particule fine de aliaj acoperit cu strat de oxid;
- 4) tratamente termice pentru stabilizarea acoperiri particulelor fine de Fe-Si-Al/Fe-Al/Fe-Si cu strat de oxid de particulele de fier acoperite cu oxid;
- 5) stabilirea parametrilor de sinteză prin sinterizare, temperatură de sinterizare și durată;
- 6) formarea compactului prin presare înainte de sinterizarea clasică sau sinterizarea în plasmă;
- 7) sinterizarea propriu zisă;
- 8) tratamente termice post sinterizare.

Munier F.

Avantajele rezultate în urma aplicării invenției sunt:

- itinerar tehnologic scurt;
- utilizarea de materii prime ușor de procurat și ieftine;
- creșterea caracteristicilor electrice și magnetice;
- adaptare ușoară a compoziției materialului după nevoi.

Exemplul 1

Pulberi compozite complexe de tipul (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) cu un raport între Fe și aliaj Fe-Si-Al de 20 la 80 au fost obținute din pulberi de fier acoperite cu un strat de oxid prin brunare Fe@oxid de fier și pulberi de aliaj Fe-Si-Al brunate și ele, Fe-Si-Al@oxid. Acoperirea particulelor de Fe@oxid cu particule de aliaj Fe-Si-Al se realizează prin omogenizare uscată, ce presupune agitarea permanentă, a celor două tipuri de pulbere. Omogenizarea uscată a dus la acoperirea pulberilor de Fe@oxid de fier de dimensiuni medii de 100 de micrometrii cu particule de dimensiuni medii de 5-10 micrometrii de Fe-Si-Al@oxid.

Figura 3 arată imagini obținute prin microscopie electronică de baleiaj cu ajutorul semnalului de electroni retroîmprăștiați pe pulberile compozite complexe (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid). Se vede foarte clar aderarea particulelor de Fe-Si-Al@oxid de suprafața particulelor mai mari de Fe@oxid de fier. Buna acoperire a particulelor de Fe@oxid de fier cu particule de Fe-Si-Al@oxid și formarea particulelor compozite complexe (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) a fost pusă în evidență și de analizele chimice locale cu microradiații X-EDX (X-ray energy dispersive spectroscopy) și realizarea de hărți de distribuție elementală, așa cum se poate vedea și în figura 4. Toate elementele chimice prezente în particulele compozite complexe, Fe, Si, Al și O sunt uniform distribuite pe suprafața particulelor. Hărțile de distribuție elementală realizate pentru mărimi mai mari, care prezintă o rezoluție mai bună, datorită analizei unei suprafețe mai plate din compozite, arată o distribuție relativ omogenă a elementelor chimice pe suprafața particulei analizate, cu existența unor mici zone în care Si și Al au o prezență mai scăzută și Fe este mai vizibil.

În zonele unde semnalul emis de Fe este mai intens, acoperirea particulei de bază este realizată doar de stratul de oxid de fier (figura 5). Buna acoperire a particulelor compozite Fe@oxid de fier cu particule fine de Fe-Si-Al@oxid este evidențiată pentru toate particulele. Aderența particulelor fine de Fe-Si-Al@oxid pe suprafața particulelor mai mari de Fe@oxid de

fier și formarea particulelor compozite complexe $(\text{Fe@oxid de fier})@(\text{Fe-Si-Al@oxid})$ este bună, manipularea particulelor nu duce la separarea particulelor compozite complexe în două particule compozite de tip miez coajă.

Exemplul 2

S-a preparat un amestec de pulbere de Fe-Si-Al (procente greutate: Fe 86%, Si 9% și Al 5%) și Fe. Particule de Fe sunt pulberi cu o granulație medie de 100 μm , iar pulberile de Fe-Si-Al sunt pulberi fine care au o granulație mai mică de 10 μm . Ambele pulberi au fost brunate la rece prin imersie în soluții ce conțin compuși cu clor și fosfor. Raportul de greutate între Fe și Fe-Si-Al a fost de 40 la 60.

Formare stratului de oxid a fost pusă în evidență prin analiză chimică locală cu microradiație cu raze X (EDX) și realizarea hărților de distribuție elementală, figura 6. În figură este arătată și o imagine obținută prin microscopie electronică de baleiaj a pulberilor unde -au realizat hărțile de distribuție a elementelor. Se poate observa dimensiunea fină a particulelor de Fe-Si-Al. Pe suprafața particulelor se poate observa existența oxigenului. Prezența oxigenului arată formarea oxizilor pe suprafața particulelor. Formarea particulelor acoperite cu un strat de oxid se poate ușor realiza, simplu, similar cu obținerea acoperirilor în mediul industrial pentru piese din oțel. Cantitatea de oxid este sub limita de detecție a difractometrului cu raze X, adică sub 5%, astfel că în difractograma probei se pot identifica doar maximele fazelor metalice (figura 7).

Exemplul 3

Amestec de pulberi de Fe-Al (conținut de Al de 10 % greutate) au fost brunate timp de 10 minute în soluție de azotat, azotit și hidroxid de sodiu la temperatura de 140 °C. În paralel pulberile de Fe au fost imersate în soluție cu acid clorhidric pentru a fi oxidate. Pulberile de Fe-Al au dimensiunea particulelor de maxim 30 micrometri, iar pulberile de fier au o dimensiune maximă a particulelor de 200 de micrometrii. S-a realizat omogenizarea umedă a particulelor de Fe-Al@oxid cu acetonă și apoi au fost adăugate particulele de Fe@oxid de fier . Particulele fine de Fe-Al@oxid aderă pe particulele de Fe@oxid formând particule compozite complexe $(\text{Fe@oxid de fier})@(\text{Fe-Al@oxid})$ similar cu modelul descris în figura 1.

Exemplul 4

//

Particule de Fe-Si, cu un conținut de siliciu de 15 % greutate, au fost tratate termic în amestec de aer cu argon temperatura de 450 °C timp de 4 ore. Pulberile astfel oxidate sunt pulberi de tipul Fe-Si@oxid. Acestea au fost omogenizate mecanic, prin măcinare mecanică scurtă (15 minute), la o turație de 100 rotații/minut a discului suport, într-o moară planetară cu bile, cu pulberi de Fe@oxid de fier obținute prin brunare cu azotat, azotit și hidroxid de sodiu. S-au obținut pulberi compozite complexe (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si@oxid).

Exemplul 5

Particule compozite complexe de tipul (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) obținute conform exemplului 1, dar cu un raport între Fe și aliajul Fe-Si-Al de 40 la 60, raport de greutate, au fost sinterizate prin procedeul de sinterizare în plasmă, SPS. Parametrii de sinterizare au fost, temperatura de sinterizare – 900 °C, durata de sinterizare - 10 minute, presiunea pe dura sinterizării 30 MPa. Înainte de sinterizare pulberile compozite complexe au fost presate în formă toroidală la 600 MPa. Pe durata sinterizării oxizii din particulele compozite complexe (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) reacționează cu fierul și cu aliajul Fe-Si-Al și se formează în principal oxizi de siliciu și oxizi de aluminiu. Aceștia formează o matrice în care sunt dispersate particulele de Fe-Si-Al și care înconjoară particulele/zonele de fier de ordinul zecilor de micrometri, chiar sutelor de micrometrii.

Figura 8 arată difractograma obținută cu radiație x pentru o probă sinterizată în plasmă obținută din particule compozite complexe (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid). Pe lângă maximele de difracție ale fierului și cele ale aliajului Fe-Si-Al se mai observă maxime de difracție caracteristice oxizilor. Maximele de difracție pentru Fe-Si-Al sunt suprapuse peste cele ale fierului parțial, deoarece au aceeași structură cristalografică. Pentru o mai bună vizualizare în aceeași figură este arătată și difractograma de raze X a pulberii (Fe@oxid de fier)@(FeSiAl@oxid) cu un raport masic între Fe și Fe-Si-Al de 40 la 60.

Figura 9 arată imagini obținute prin microscopie electronică de baleiaj pentru compactul sinterizat SPS la 900 C timp de 10 minute. Sunt indicate fazele prezente după sinterizare, se vad zonele de culoare deschisă și de ordinul micrometrilor care sunt particulele de aliaj Fe-Si-Al dispersate în matricea de oxizi. Particula mai mare este de fier, și se remarcă înconjurarea acesteia de către matricea de oxizi cu dispersie de particule de aliaj Fe-Si-Al. Distribuția chimică locală, pe baza căreia s-au realizat hărțile de distribuție elementală pentru compactul sinterizat este

cuiza F

prezentată în figura 10. Zona unde este distribuit oxigenul este una continuă și formează o rețea care înconjoară zonele bogate în fier care sunt fostele particule de Fe. Elementele Al și Si sunt distribuite în rețeaua unde este distribuit și oxigenul, dar sunt și zone în acea matrice unde sunt concentrații mari de Si și Al care sunt aferente fostelor particule de Fe-Si-Al. Figura 11 prezintă hărțile de distribuție elementale realizate la o mărire de x3000 unde se pot vedea foarte bine particulele disperse de Fe-Si-Al în matricea oxidică ce înconjoară zonele de Fe.

Exemplul 6

Particule compozite complexe de tipul (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) obținute conform exemplului 1, dar cu un raport între Fe și aliajul Fe-Si-Al de 50 la 50, raport de greutate, au fost sinterizate în plasmă, SPS. Înainte de sinterizare pulberile compozite complexe au fost presate în formă toroidală la 600 MPa. Temperatura de sinterizare a fost 900 °C, iar durata de 10 minute la o presiune constantă 30 MPa. Figura 12 arată imaginea obținută prin microscopie electronică de baleiaj pentru acest compact sinterizat hărțile de distribuție elementală realizate prin microanaliză cu radiație X. Creșterea cantității de Fe în materialul de start face ca și în sinterizat să avem mai multe zone de Fe, dar matricea este aceeași, oxizi cu dispersie de particule de Fe-Si-Al.

Exemplul 7

Particule compozite complexe de tipul (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si@oxid) obținute conform exemplului 4 și au fost sinterizate prin sinterizare reactivă pentru obținerea unui compact cu matrice de SiO₂ și dispersie de particule de Fe-Si fine cu clusteri de zeci de micrometrii din fier.

Materialul compozit sinterizat de tipul Fe în matrice oxidică cu dispersie de particule de Fe-Si-Al are permeabilitate magnetică ridicată, inducție magnetică mare și o rezistivitate electrică foarte mare.

BIBLIOGRAFIE

- [1] H. Shokrollahi, K. Janghorban, Soft magnetic composite materials (SMCs), Journal of Materials Processing Technology, 189 (2007) 1-121.

- [2] B.D. Cullity, C.D. Graham, Introduction to Magnetic Materials, New Jersey, 2nd ed., IEEE Press & Wiley, 2009.
- [3] G. Couderchon, Alliages fer-nickel et fer-cobalt – Propriétés magnétiques, Publisher Techniques de l'ingénieur, Traité Génie électrique, Paris (1994), 1994;1–24.
- [4] <https://www.hoganas.com/en/powder-technologies/soft-magnetic-composites/>
- [5] V.F. Tarța, T.F. Marinca, I. Chicinaș, F. Popa, B.V. Neamțu, P. Pascuta, A.F. Takacs, Stability of Phases in Ball-Milled Zinc Ferrite/Iron Composite Produced by Spark Plasma Sintering, Materials and Manufacturing Processes, 28 (2013) 933-938.
- [6] I. Chicinaș, T.F. Marinca, F. Popa, B.V. Neamțu, Rhometal interface in pseudo-core shell powders like Permalloy/Rhometal type, Applied Surface Science 358 (2015) 627–633.
- [7] A. Goldman, Modern Ferrite Technology, 2nd edition, Springer, Pittsburgh, (2006).
- [8] Robert W. Ward, David E. Gay, Composite iron material, US Patent No. 5,211,896/May 18, 1993.
- [9] Arthur J. Moorhead, Hyoun-Ee Kim, Composite of coated magnetic alloy particle, US Patent No 6,110,420/Aug. 29, 2000.
- [10] I. Chicinaș, T.F. Marinca, F. Popa, B.V. Neamțu, Procedeu de obținere a unei pulberi nanostructurate de tipul Permalloy (Supermalloy)/Rhometal, Brevet nr. RO 130354 B/2016, WoS-Derwent Innovation Index, Accession Number: 2015-38529G.
- [11] Z. Bircakova, F. Onderko, S. Dobak, P. Kollar, J. Füzér, R. Bures, M. Faberova, B. Weidenfeller, J. Bednarcík, M. Jakubcin, J. Szabo, M. Dilyova, Eco-friendly soft magnetic composites of iron coated by sintered ferrite via mechanofusion, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 543 (2022) 168627
- [12] F. Onderko, Z. Bircakova, S. Dobak, P. Kollar, M. Tkac, M. Faberova, J. Füzér, R. Bures, J. Szabo, A. Zelenakova, Magnetic properties of soft magnetic Fe@SiO₂/ferrite composites prepared by wet/dry method Journal of Magnetism and Magnetic Materials 543 (2022) 168640.

REVENDICĂRI

1. Material compozit complex (Fe@oxid de fier)@(Fe-Si-Al@oxid) sub formă de pulberi **caracterizat prin aceea că** particule de zeci de micrometri până la 200 de micrometri de Fe sunt acoperite cu un strat de oxid de fier și apoi acoperite cu un al doilea strat compozit alcătuit din particule fine de aliaj Fe-Si-Al oxidate superficial.
2. Material compozit, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** raportul dintre Fe și Fe-Si-Al variază de la 0,1% la 99,9 % Fe și restul Fe-Si-Al, iar cantitatea de Si și Al din aliajul Fe-Si-Al variază între 0,1 la 30 %.
3. Material compozit de tipul Fe în matrice oxidică cu dispersie de particule de Fe-Si-Al obținut prin sinterizarea pulberilor conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** zone mari de fier sunt înglobate într-o matrice complexă pe bază de oxid de aluminiu și oxid de siliciu ce are dispersate zone/particule de Fe-Si-Al, iar cantitatea de Si și Al din aliajul Fe-Si-Al variază între 0,1 la 30 %.
4. Procedeu de obținere a pulberilor compozite și a compactelor sinterizate din pulberi compozite, conform revendicărilor 1-3, **caracterizat prin aceea că** presupune parcurgerea următoarelor etape:
 - 1) alegerea raportului între cantitatea de pulbere de fier și cea de aliaj Fe-Si-Al în funcție de caracteristicile magnetice și electrice dorite;
 - 2) acoperirea celor două tipuri de pulberi cu un strat de oxid prin aceeași metodă sau metode diferite cum ar fi:
 - i) imersia în soluție de acid clorhidric/utilizarea brunării cu soluție de azotat, azotit și hidroxid de sodiu;
 - ii) brunare chimică la rece;
 - iii) oxidare în amestec de oxigen cu alte gaze inerte sau azot;
 - iv) acoperirea cu nanoparticule de oxid de fier (Fe_2O_3 și/sau Fe_3O_4);
 - 3) acoperirea particulelor de fier oxidate cu un strat de particule fine oxidate de aliaj Fe-Si-Al, cu sau fără surfactanți și lianți;
 - 4) aplicarea de tratamente termice în atmosferă inertă pentru stabilizarea aderării particulelor fine de Fe-Si-Al oxidate superficial de particulele de fier acoperite cu oxid;
 - 5) stabilirea parametrilor de obținere a compactelor prin sinterizare: temperatură de sinterizare și durată;
 - 6) formarea compactului prin presare în matrită înainte de sinterizarea clasică sau sinterizarea în plasmă;
 - 7) sinterizarea propriu zisă;
 - 8) aplicarea de tratamente termice post sinterizare.

7

FIGURI

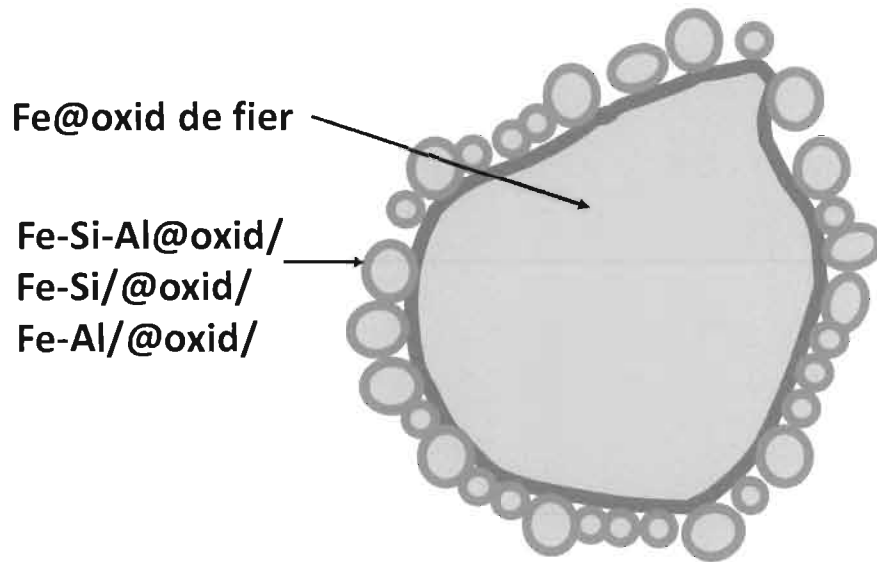


Figura 1.

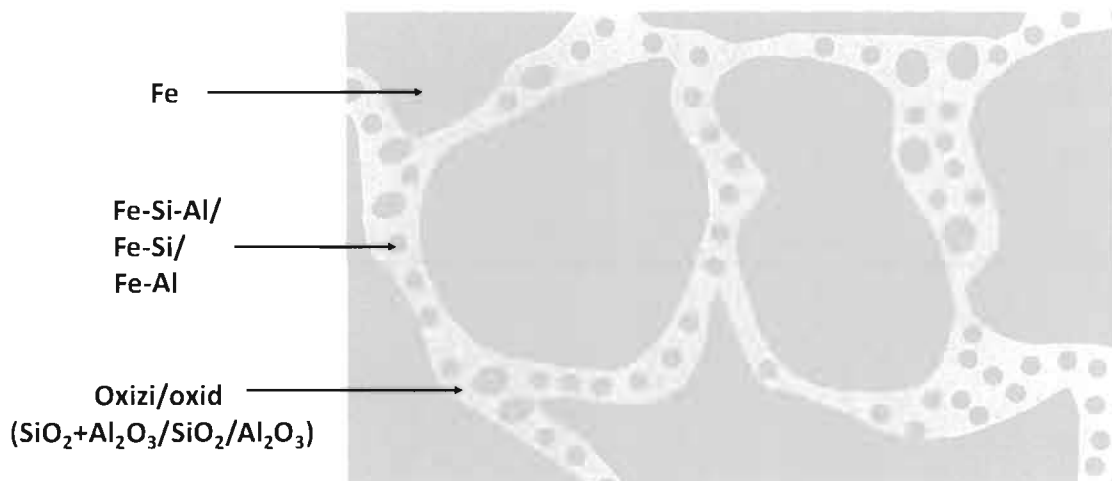


Figura 2.

1 denifer F

6

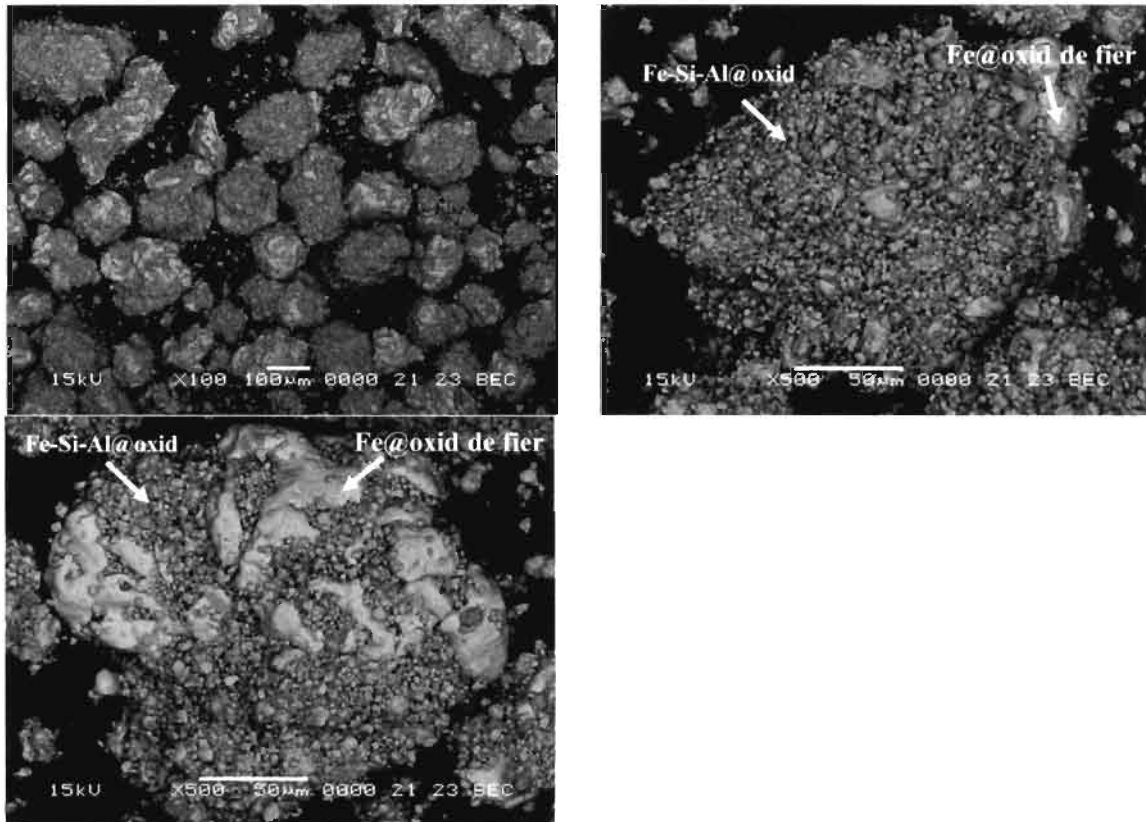


Figura 3.

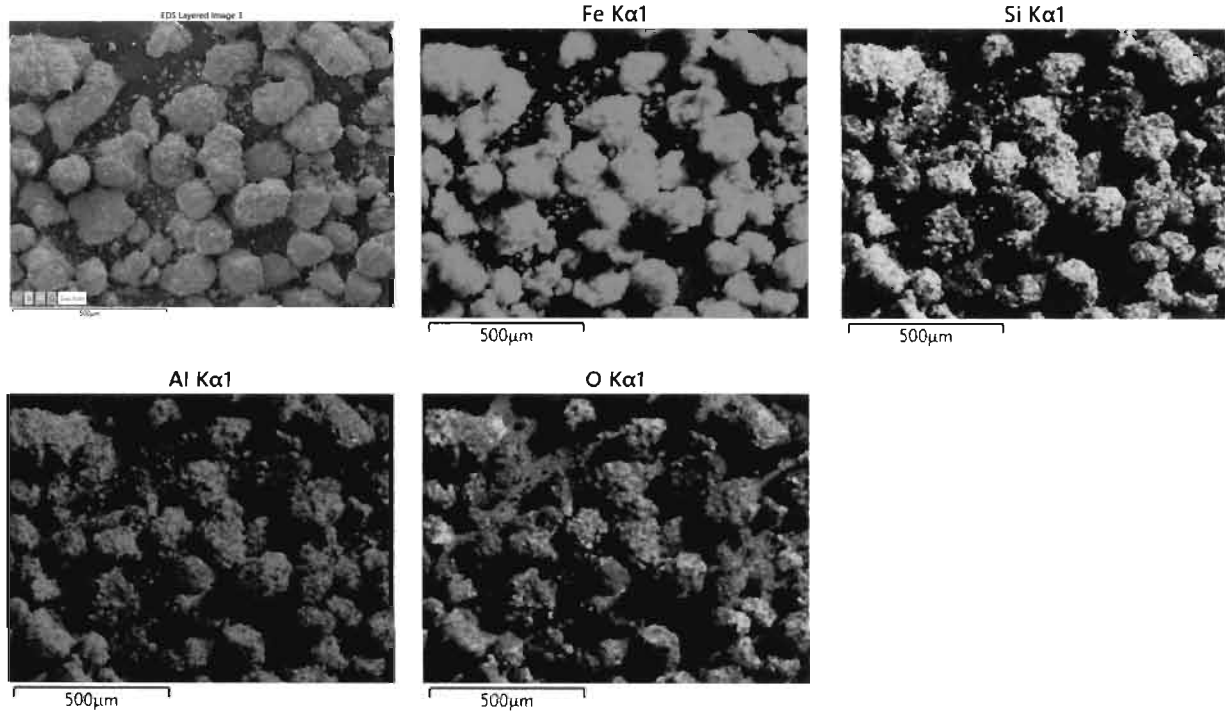


Figura 4.

Amigo F.

5

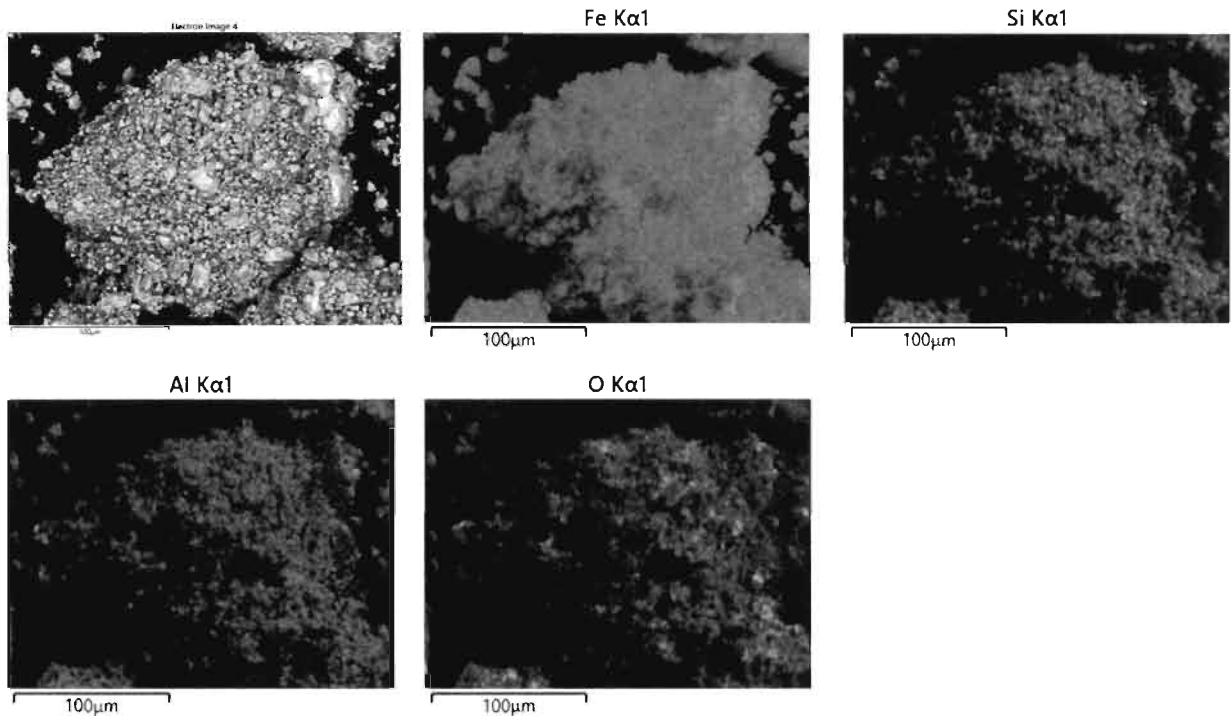


Figura 5.

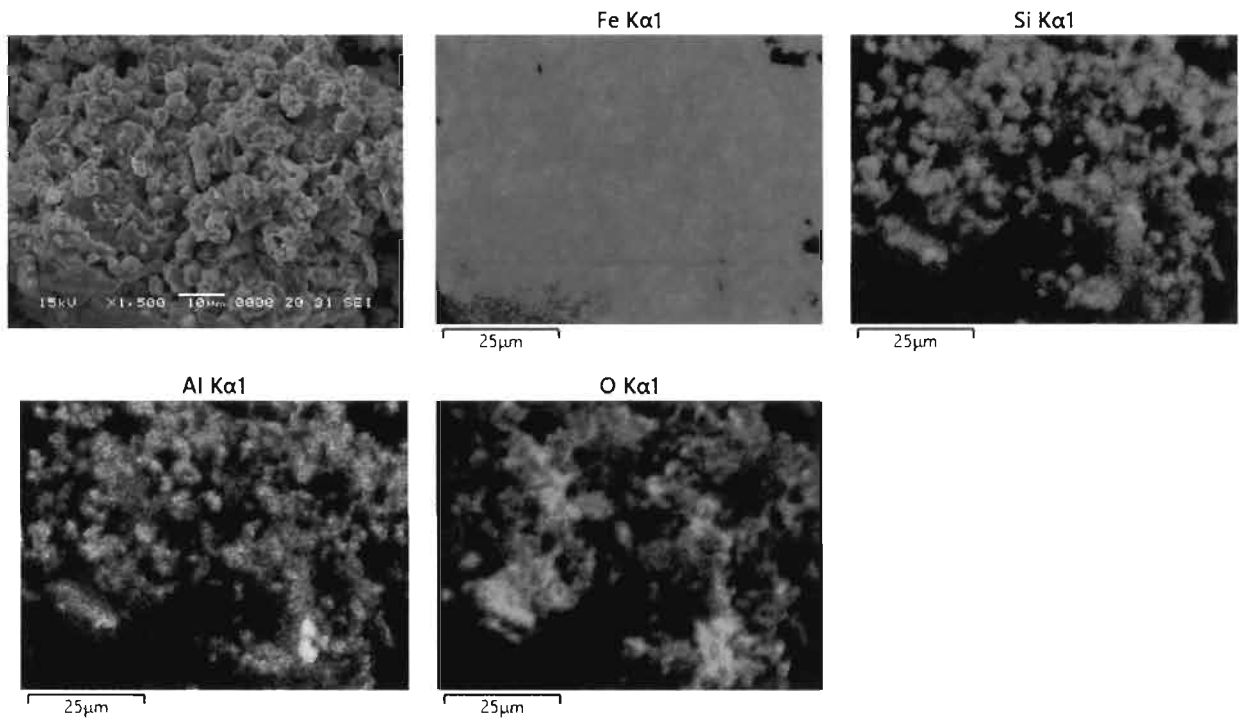


Figura 6.

originał

l

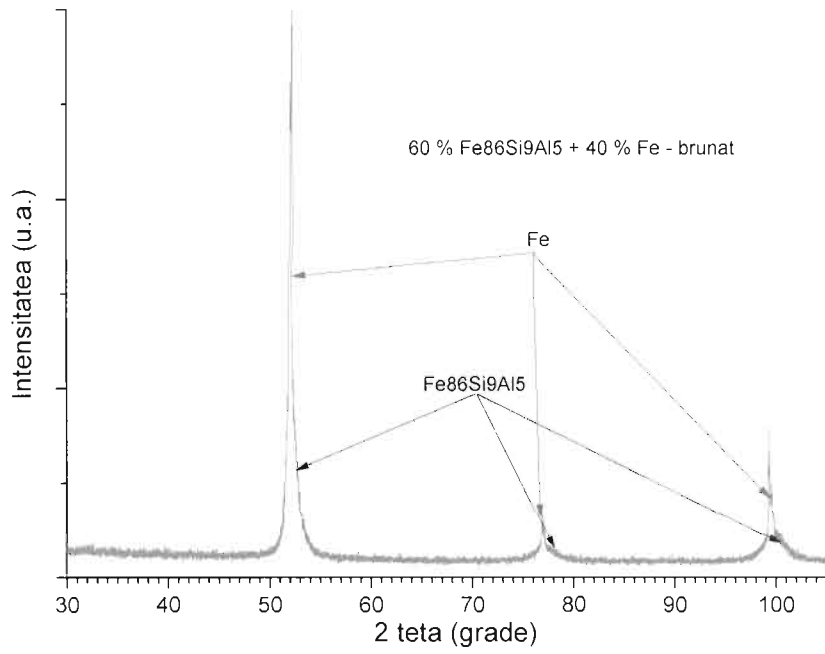


Figura 7.

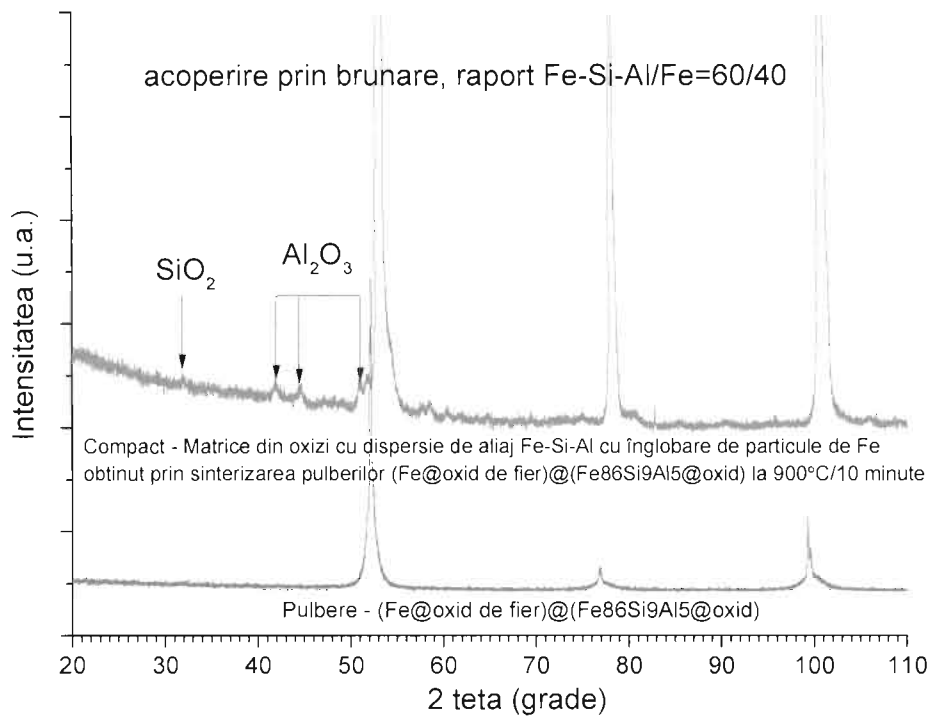


Figura 8.

1. Ruije

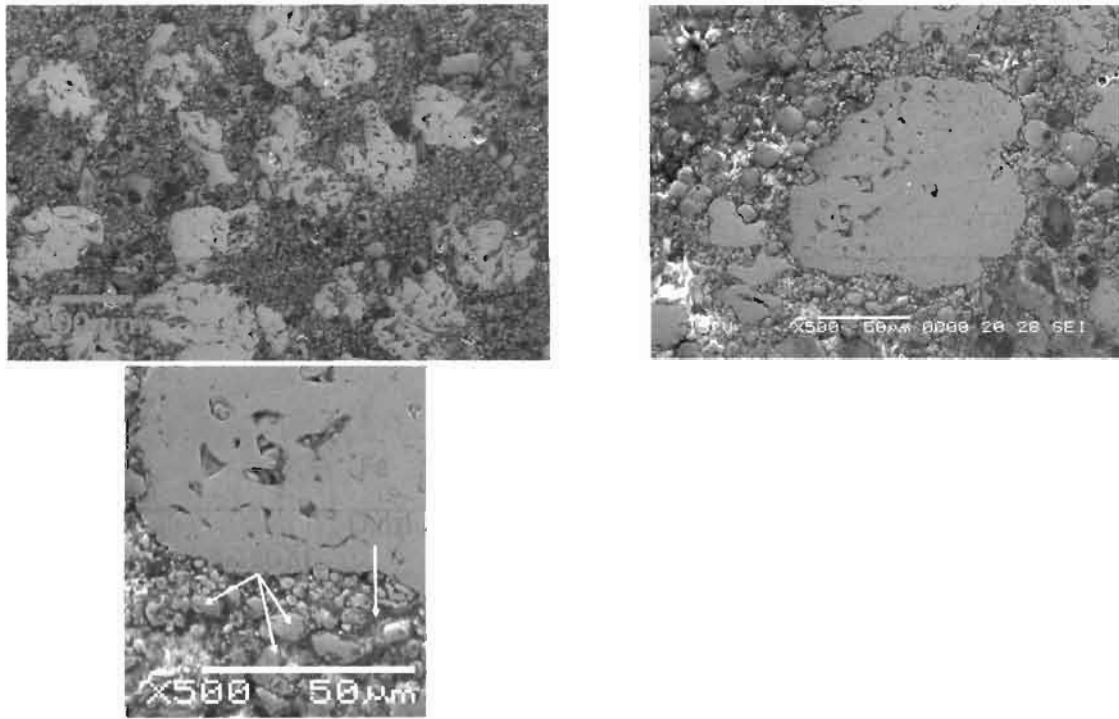


Figura 9.

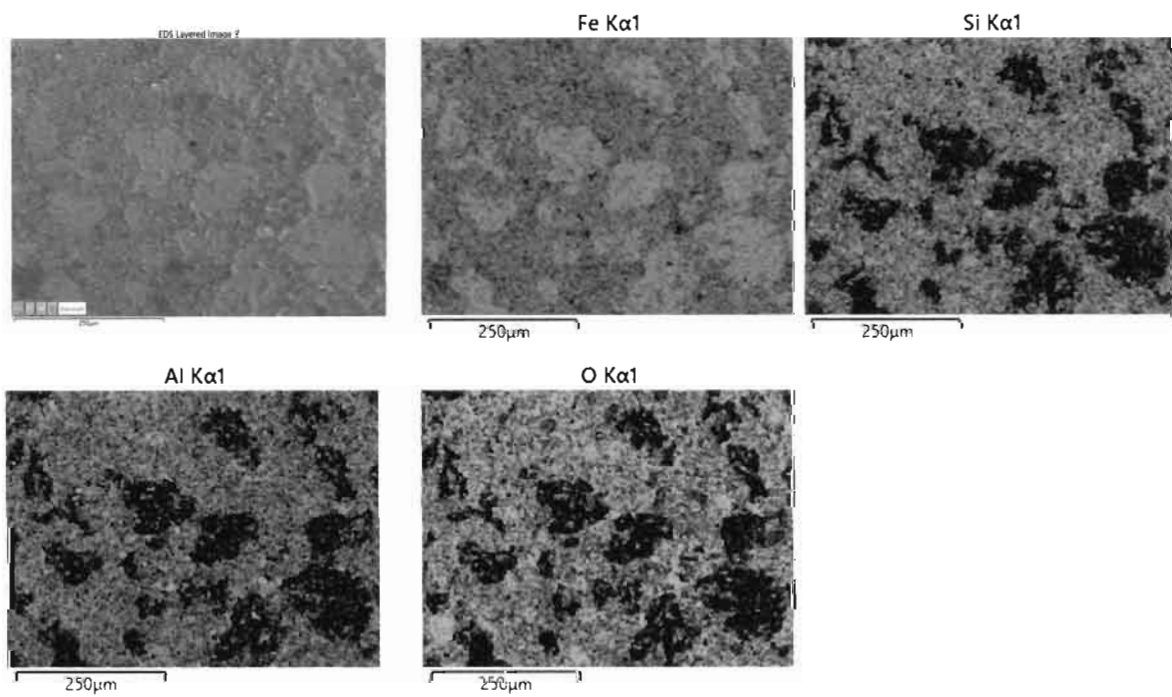


Figura 10.

2

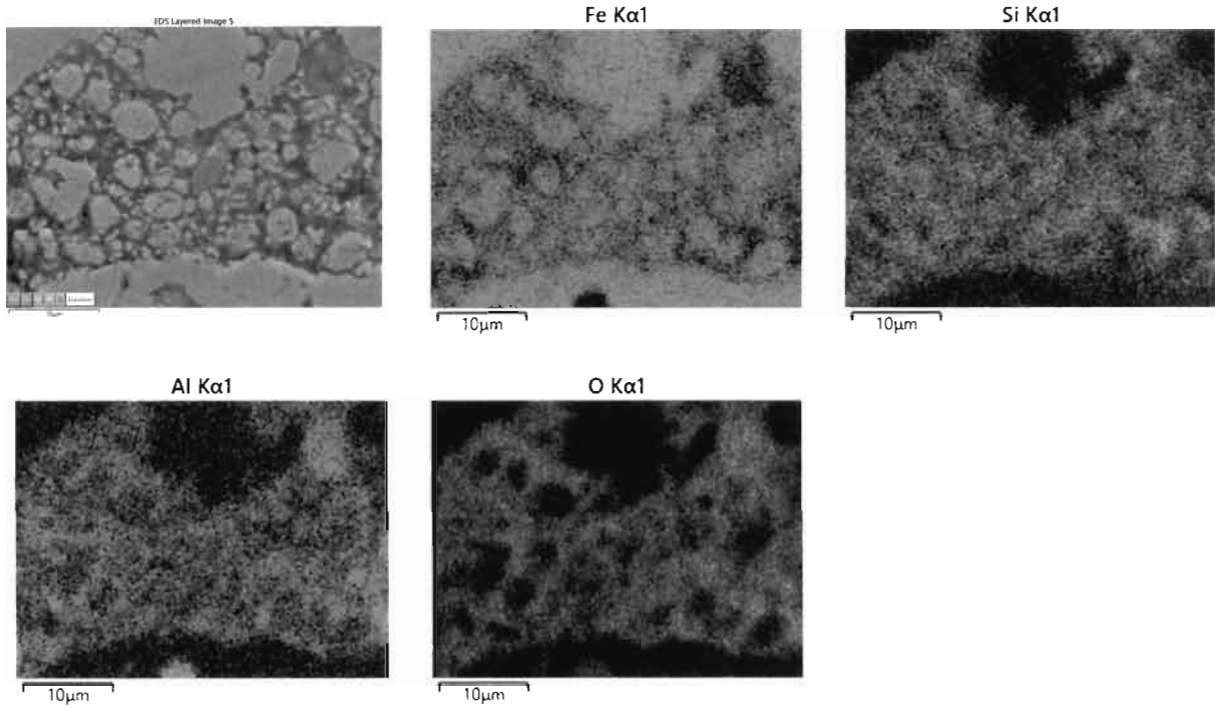


Figura 11.

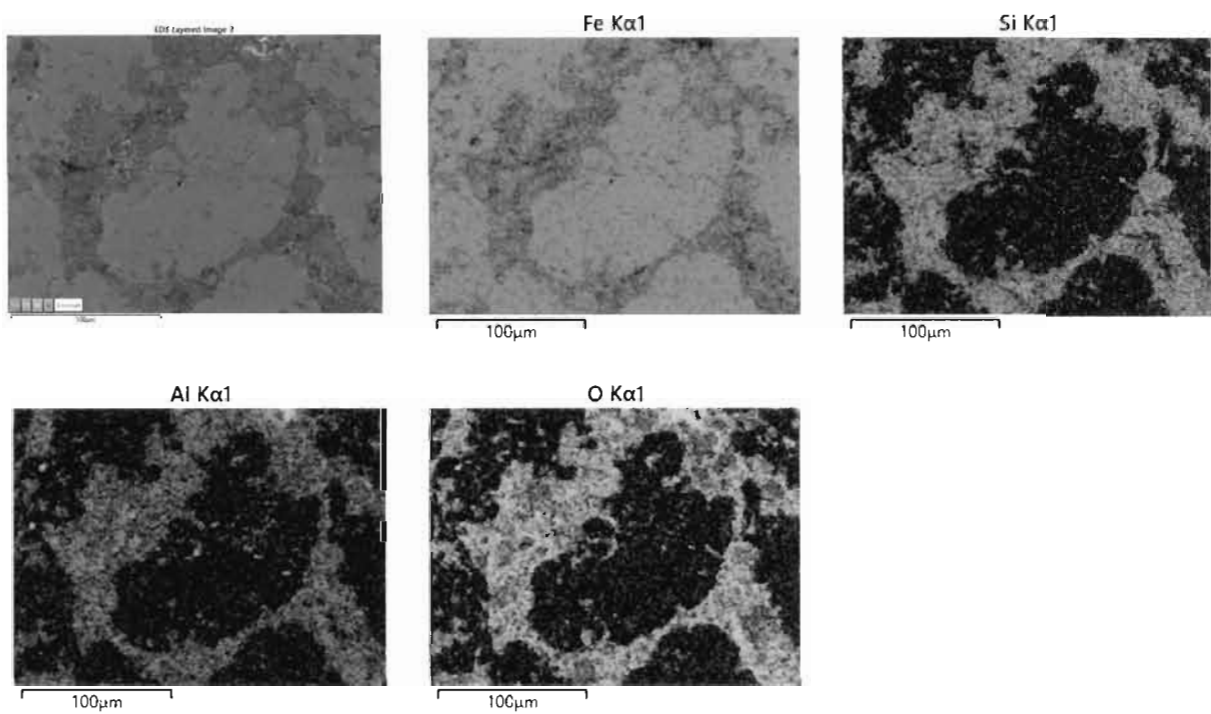


Figura 12.

ausgef