

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2023 00052**

(22) Data de depozit: **07/02/2023**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2023 BOPI nr. **6/2023**

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

(72) Inventatori:
• NEAMȚU BOGDAN VIOREL,
STR. DUNĂRII NR. 31, BL. V3, AP. 2,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MARINCA TRAIAN-FLORIN,
STR.ALEXANDRU ROȘCA NR.1, BL.C4,
AP.31, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• CHICINAȘ IONEL, ALEEA GODEANU,
NR.8, BL.16, SC.1, AP.7, CLUJ-NAPOCA,
CJ, RO

(54) **MIEZURI MAGNETICE COMPOZITE PE BAZĂ DE FIBRE
FEROMAGNETICE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la miezuri compozite magnetice moi din fibre feromagnetice acoperite cu unul sau mai multe straturi dielectrice organice, anorganice sau o combinație a acestora și la un procedeu de obținere a acestora. Miezul compozit magnetic conform invenției este constituit dintr-un suport polimeric sau ceramic pe care sunt înfășurate fibre feromagnetice acoperite cu un dielectric polimeric, hibrid (care conține nanoparticule de ferită magnetică moale), sau ceramic, fibrele fiind consolidate prin polimerizare respectiv prin sinterizare la rece în autoclavă. Procedeu conform invenției are următoarele etape:

a) atașarea fibrelor acoperite cu dielectric ceramic de suportul polimeric/ceramic cu un adeziv,
b) tensionarea fibrei, prin atașarea unei greutate, cu o tensiune cuprinsă între 10...100 MPa care depinde de diametrul fibrei și de materialul acesteia,
c) reglarea vitezei de rotație a dispozitivului care asigură înfășurarea fibrei între 0,1...100 m/minut și înfășurarea propriu-zisă până la umplerea întregului spațiu al suportului,

d) pe durata înfășurării, pe straturile înfășurate se pulverizează o suspensie care conține apă deionizată cu acid acetic 1M și 10...80% nanoparticule cu aceeași compoziție chimică cu stratul dielectric care acoperă fibra,

e) fixarea capătului liber al fibrei de suportul polimeric/ceramic cu un adeziv, și

f) consolidarea termică a miezului magnetic prin sinterizare la rece în autoclavă prin montarea unei garnituri din cauciuc siliconic peste fibrele înfășurate, având un diametru < 1...2 mm decât diametrul înfășurării, montarea suportului cu fibre într-un suport din Al, introducerea miezului magnetic într-un sac de vid și vidat până la atingerea unei presiuni < 10⁻² Torr, după

care sacul de vid cu miezul magnetic este introdus în autoclavă în care se introduce aer sub presiune între 4...10 bari, se încălzește autoclava cu o viteză cuprinsă între 50...100°C/oră până la o temperatură de 100...200°C cu menținere timp de 1...5 h.

Revendicări: 6
Figuri: 7

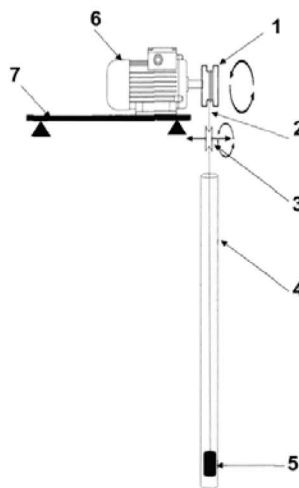
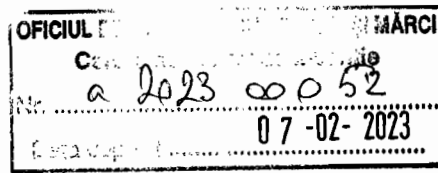


Fig. 1





19

MIEZURI MAGNETICE COMPOZITE PE BAZĂ DE FIBRE FEROMAGNETICE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE

Invenția se referă la miezuri compozite magnetice moi din fibre feromagnetice acoperite cu unul sau mai multe straturi dielectrice (organice, anorganice sau o combinație a acestora) și procedeul de obținere a acestora prin înfășurarea fibrelor pe un suport specific polimeric sau ceramic și aplicarea unui tratament de consolidare a miezului magnetic prin polimerizare sau sinterizare la rece. Materialele compozite magnetice moi (SMC – Soft Magnetic Composites) sunt realizate prin presarea în matriță a unor pulberi feromagnetice care au fost acoperite în prealabil cu un strat dielectric. Definim miezurile compozite magnetice moi ca fiind alcătuite dintr-o matrice dielectrică care înglobează particulele feromagnetice, particulele feromagnetice fiind izolate electric între ele [1, 2]. Pentru obținerea compozitelor magnetice moi pe baza de fibre (FSMC – Fibres based Soft Magnetic Composites), se utilizează fibre feromagnetice în locul pulberilor feromagnetice [3-6]. Până în acest moment, pentru obținerea FSMC-urilor s-au folosit fibre de Fe de diferite diametre, fibre amorfe cu baza Fe sau cu baza Co și diferite tipuri de dielectrici polimerici și ceramici. Metodele cunoscute de obținere a FSMC-urilor sunt prezentate mai jos:

- (i) presarea în matriță a fibrelor acoperite cu un dielectric ceramic [3, 6-9].
- (ii) presarea în matriță a fibrelor acoperite cu un dielectric polimeric, urmată de consolidarea termică a miezului magnetic prin polimerizare [3, 6].
- (iii) presarea în matriță a fibrelor acoperite cu un dielectric ceramic, urmată de consolidarea termică a miezului magnetic prin sinterizare la rece [10].
- (iv) imprimarea 3D folosind fibre feromagnetice acoperite cu un strat dielectric polimeric [4-5].

Presiunile de compactizare folosite pentru obținerea FSMC-urilor variază între 500 MPa și 800 MPa [6-11]. Dezavantajele metodelor cunoscute de obținere a FSMC-urilor sunt:

- presarea în matriță conduce la deteriorarea stratului izolator de pe suprafața fibrelor, cu efecte privind scăderea rezistivității electrice a miezului magnetic și implicit creșterea pierderilor magnetice prin curenți turbionari;
- presarea în matriță conduce la inducerea de tensiuni mecanice și defecte cristalografice în fibrele feromagnetice și implicit la deteriorarea proprietăților magnetice ale miezurilor magnetice, în special scăderea permeabilității magnetice, creșterea câmpului coercitiv și creșterea pierderilor prin histerezis magnetic [6, 12-14];
- presarea în matriță nu permite obținerea unui grad ridicat de aliniere/orientare a fibrelor în miezul magnetic [8];
- productivitate scăzută în cazul în care consolidarea compactului se realizează prin sinterizare la rece;



- metoda imprimării 3D conduce la obținerea de miezuri compozite magnetice cu densitate scăzută [5].

Față de metodele cunoscute de obținere a FSMC-urilor, care constau în presarea fibrelor în matriță [3, 6-11] sau imprimarea 3D [4, 5], procedeul propus se diferențiază prin aceea că obținerea FSMC-urilor nu implică operația de presare în matriță, ci obținerea miezului magnetic prin înfășurarea fibrelor feromagnetice pe un suport polimeric sau ceramic și aplicarea unui procedeu de consolidare termică a miezului magnetic prin polimerizare sau sinterizare la rece.

Una din problemele tehnice pe care o rezolvă invenția este obținerea miezurilor compozite magnetice moi pe bază de fibre feromagnetice fără presarea în matriță a fibrelor, ceea ce conduce la obținerea unor miezuri magnetice cu rezistivitate electrică ridicată, ca urmare a evitării deteriorării stratului dielectric ce acoperă fibrele feromagnetice.

O altă problemă rezolvată de invenția propusă este posibilitatea evitării deteriorării caracteristicilor magnetice intrinseci ale fibrelor (nu se induc tensiuni mecanice și defecte cristalografice în fibre) ca urmare a faptului că procedeul de obținere a miezurilor magnetice nu implică presarea fibrelor în matriță.

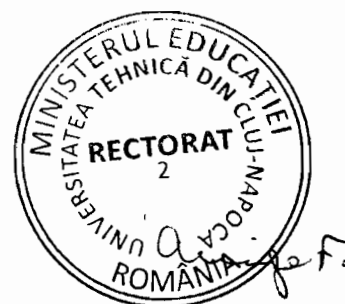
În cazul miezurilor compozite pe bază de fibre, pentru obținerea caracteristicilor magnetice optime, este necesar ca fibrele să fie orientate într-o direcție paralelă cu direcția de aplicarea a câmpului magnetic care magnetizează miezul magnetic. Procedeul propus conduce și la rezolvarea tehnică a orientării fibrelor în miezul magnetic.

Varianta clasică a sinterizării la rece presupune: imersarea fibrelor acoperite cu dielectric într-o soluție de acid acetic, presarea în matriță a fibrelor acoperite cu dielectric, menținerea constantă a presiunii și încălzirea simultană a ansamblului matriță-poansoane-miez magnetic. Așadar, metoda de sinterizare la rece consacrată permite obținerea unui singur miez magnetic în cadrul unui ciclu de sinterizare la rece, ceea ce conduce la o productivitate scăzută.

Metoda de sinterizare la rece în autoclavă, descrisă mai jos (exemplele 3, 4 și 5) permite realizarea simultană a unui număr foarte mare de miezuri magnetice, numărul acestora fiind limitat doar de dimensiunea/numărul sacilor de vid disponibili și de dimensiunile autoclavei folosite.

Soluția tehnică propusă înlătură efectele negative induse de presarea fibrelor în matriță și permite obținerea miezurilor compozite magnetice moi din fibre feromagnetice acoperite cu unu sau mai multe straturi dielectrice prin înfășurarea acestor fibre pe un suport specific polimeric sau ceramic, urmată de consolidarea termică a miezului magnetic printr-un tratament de polimerizare sau sinterizare la rece.

Figura 1 prezintă schematic procedeul de obținere a miezului magnetic prin înfășurarea fibrei feromagnetice pe suportul rotitor. Pe suportul rotitor (1) se înfășoară fibra feromagnetică acoperită cu dielectric (2), aceasta este ghidată de dispozitivul de ghidare (3) fiind împiedicată să se balanseze necontrolat de către tubul de ghidare (4) și este tensionată cu ajutorul unei greutăți (5). Rotirea suportului polimeric sau ceramic se face cu ajutorul unui motor cu turație variabilă (6) așezat pe un suport (7).



În figura 2 este prezentată o secțiune printr-un miez compozit magnetic moale realizat prin înfășurarea pe un suport polimeric (1) a unor fibre feromagnetice acoperite cu dielectric (2).

În figura 3 este prezentat suportul rotitor realizat din material polimeric (teflon).

În figura 4 este prezentat modul de obținere a miezului magnetic înfășurat prin trecerea în prealabil a fibrei printr-o soluție care conține dielectric dizolvat și/sau în suspensie. Pe suportul rotitor (1) se înfășoară fibra feromagnetică acoperită cu dielectric (2), aceasta este ghidată de dispozitivul de ghidare (3) fiind trecută prin soluția care conține dielectricul suplimentar (4) cu ajutorul rotelor de ghidare (5, 6, 7, 8). Fibra este tensionată cu ajutorul unei greutăți (9) iar rotirea suportului polimeric sau ceramic se face cu ajutorul unui motor cu turație variabilă (10) așezat pe un suport (11).

Figura 5 prezintă schematic procedeul de obținere a miezului magnetic prin înfășurarea fibrei feromagnetice pe suportul rotitor cu adăugarea prin pulverizare a unei cantități suplimentare de dielectric. Pe suportul rotitor (1) se înfășoară fibra feromagnetică acoperită cu dielectric (2), aceasta este ghidată de dispozitivul de ghidare (3) fiind împiedicată să se balanseze necontrolat de către tubul de ghidare (4) și este tensionată cu ajutorul unei greutăți (5). Rotirea suportului polimeric sau ceramic se face cu ajutorul unui motor cu turație variabilă (6) așezat pe un suport (7). Adaosul de dielectric suplimentar se realizează cu dispozitivul de pulverizare (8).

În figura 6 sunt prezentate etapele consolidării miezurilor magnetice obținute prin înfășurarea fibrelor pe suportul rotitor prin metoda de sinterizare la rece în autoclavă.

În figura 7 este prezentat suportul rotitor realizat din material ceramic (alumina).

Procedeul de obținere a miezurilor compozite magnetice moi pe bază de fibre, conform invenției, constă în parcurgerea următoarelor faze:

- a) Atașarea unui capăt al fibrei/fibrelor acoperite cu dielectric de suportul polimeric/ceramic prin mijloace mecanice sau chimice;
- b) Tensionarea fibrelor prin atașarea de capătul liber al fibrei a unei greutăți. Greutatea folosită pentru tensionarea fibrelor se alege în funcție de diametrul fibrelor și caracteristicile mecanice ale materialului, astfel încât tensiunea indusă să fie cuprinsă în intervalul 10 -100 MPa;
- c) Se reglează viteza de rotație a dispozitivului care asigură înfășurarea fibrei pe suportul ceramic sau polimeric. Viteza de înfășurare poate fi controlată și variază de la 0,1 m/min. la 100 m/min., în funcție de caracteristicile fibrei de înfășurat și a suportului pe care aceasta este înfășurată;
- d) Înfășurarea propriu zisă a fibrei acoperite cu stratul dielectric pe suportul rotitor. Pentru a asigura o umplere cât mai uniformă a suportului rotitor, fibra feromagnetică acoperită cu dielectric este ghidată cu ajutorul unui dispozitiv mecanic care execută mișcări oscilante a căror amplitudine depinde de dimensiunile suportului rotitor. Rola care ghidează fibra se rotește liber (cu frecare redusă) pentru a nu deteriora stratul de dielectric depus pe fibre;
- e) Procedeul de înfășurare este oprit manual/automat atunci când întreg spațiul suportului destinat înfășurării fibrei este umplut cu fibre așezate una lângă cealaltă;



- f) La finalul procesului de înfășurare, celălalt capăt al fibrei se atașează mecanic sau chimic de suportul polimeric/ceramic pe care s-a făcut înfășurarea sau de fibrele deja înfășurate;
- g) După finalizarea operației de înfășurare, în funcție de tipul dielectricului folosit (polimeric, ceramic sau hibrid), miezul magnetic pe bază de fibre va fi supus unei operații de consolidare prin:
- i. Polimerizare – se aplică miezurilor magnetice realizate din fibre acoperite cu polimeri sau fibrelor acoperite cu strat hibrid (polimer și nanoparticule de ferită);
 - ii. Sinterizare la rece (cold sintering) – se aplică miezurilor magnetice realizate din fibre acoperite cu straturi dielectrice ceramice a căror compoziție chimică permite sinterizarea la rece (ZnO, α -Al₂O₃, BaTiO₃, ZnMoO₄, WO₃, V₂O₅, V₂O₃, TiO₂, SrTiO₃, SnO, Pb(Zr,Ti)O₃, Na₂ZrO₃, Na₂WO₄, Na₂Mo₂O₇, MoS₂, MoO₃, MnO, Mg₂P₂O₇, MgO, Li₂MoO₄, Ca₃Co₄O₉, etc).

Sinterizare la rece propusă diferă față de metoda clasică prin aceea că sinterizarea nu are loc în matriță ci într-o autoclavă, presiunea nu se aplică cu ajutorul poansoanelor, ci prin vidarea sacului de vid ce conține piesele și prin presurizarea autoclavei.

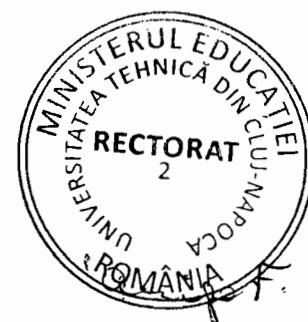
Procedeul propus poate fi aplicat pentru obținerea miezurilor compozite magnetice moi utilizând fibre cu lungimi diferite (de la câțiva centimetri la zeci/sute de metri). Diametrul fibrelor poate să varieze în limite foarte largi, de la 10 μ m la 1000 μ m. Procedeul se poate aplica pentru obținerea miezurilor compozite magnetice moi din fibre cu o singură compoziție chimică, amestec de fibre cu diferite compoziții chimice, fibre cu un singur tip de acoperire sau mai multe tipuri de acoperiri, fibre cu același diametru sau fibre cu diametre diferite, etc.

Procedeul propus se poate aplica pentru obținerea de miezuri magnetice compozite dintr-o gamă variată de fibre feromagnetice (fibre policristaline de Fe, Ni, Co, aliaje pe baza acestora, fibre amorfe/nanocristaline din aliaje cu baza Fe, Co, Ni sau combinații ale acestora). De asemenea, procedeul propus se pretează pentru realizarea miezurilor magnetice compozite din fibre acoperite cu diferite tipuri de straturi izolatoare:

- ceramice (diferite tipuri de oxizi precum SiO₂, Fe₃O₄, Al₂O₃, ZnO, BaTiO₃, fosfați, etc.);
- polimerice (diferite tipuri de rășini epoxidice (mono și bicomponente), rășini acrilice, diverse tipuri de elastomeri și polimeri termoreactivi și termoplastici);
- straturi hibride/mixte (strat polimeric care conține dispersie de particule/nanoparticule ceramice, strat ceramic-strat polimeric, strat ceramic-strat ceramic).

Grosimea stratului/straturilor dielectrice poate varia de la 100 nm la 10 μ m.

Realizarea straturilor dielectrice se poate face prin diverse metode fizice sau chimice cunoscute. Astfel, pentru acoperirea fibrelor se poate utiliza depunerea din stare de vapori, metoda hidrotermală, metoda coprecipitării, sol-gel, oxidare superficială, fosfatere, brunare, galvanizare, imersie în soluții care conțin diferiți polimeri, imersie în soluții care conțin nanoparticule, implantare de nanoparticule pe suprafață (sonocoating) etc.



După obținerea miezurilor magnetice compozite pe bază de fibre înfășurate, acestora li se poate aplica unu sau mai multe tratamente termice (polimerizare, sinterizare la rece, detensionare, cristalizare, recristalizare, etc) pentru creșterea rezistenței mecanice și/sau a caracteristicilor magnetice.

Avantajele rezultate în urma aplicării invenției sunt:

- Procedul propus permite obținerea de miezuri magnetice compozite cu caracteristici magnetice superioare, prin aceea că permite o mult mai bună conservare a integrității stratului dielectric și nu induce tensiuni mecanice și defecte cristalografice în fibrele feromagnetice.
- Procedul propus (înfășurarea fibrei feromagnetice pe suport ceramic sau polimeric) este un procedeu cu productivitate crescută în comparație cu procedul clasic de presare în matriță.
- Sinterizare la rece în autoclava aduce o îmbunătățire semnificativă în ceea ce privește productivitatea operației de sinterizare la rece convențională permițând sinterizarea simultană a unui număr mare (zeci sau sute) de piese, numărul acestora fiind limitat doar de dimensiunea autoclavei folosite.

Exemplu 1

Într-un exemplu de aplicare a invenției, se utilizează fibre de Fe cu diametrul de 100 μm și lungime de 5 m. Fibrele sunt acoperite cu un strat de rășină epoxidică de tipul Araldite (grosimea stratului de Araldit este de 0.5 μm) prin imersia acestora într-o soluție care conține rășina dizolvată în acetonă. Pentru înfășurare se utilizează un suport de teflon (politetrafluoroetilenă) cu următoarele dimensiuni (figura 3): diametrul exterior de 15 mm, diametrul interior (pe care se realizează înfășurarea) 12 mm, diametrul alezaj de 10 mm, lățime de 4 mm, lățimea pe care se realizează înfășurarea de 2 mm. Un capăt al fibrei a fost lipit de suportul din teflon (politetrafluoroetilenă) cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Fibra este introdusă într-un tub metalic de cupru (diametrul interior al tubului este de 30 mm) cu rol de ghidare și apoi tensionată cu o tensiune de 60 MPa (figura 1). S-a utilizat o viteză de înfășurare de 2 m/min. iar pentru umplerea uniformă și completă a spațiului suportului s-a folosit dispozitivul de ghidare. La finalul operației de înfășurare, capătul liber al fibrei a fost atașat de suportul din teflon prin lipire cu același tip de adeziv utilizat pentru atașarea primului capăt. După scoaterea suportului de teflon ce conține fibrele înfășurate din dispozitivul de înfășurare, miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă la temperatura de 180 $^{\circ}\text{C}$ și menținut timp de 60 de minute în aer pentru polimerizare.

Exemplul 2

Într-un alt exemplu de aplicare a invenției, se utilizează fibre de Fe cu diametrul de 90 μm și lungime de 6 m. Fibrele sunt acoperite cu un strat de rășină epoxidică de tipul Araldite (grosimea stratului de Araldit este de 0.5 μm) prin imersia acestora într-o soluție care conține rășina dizolvată în acetonă. Pentru înfășurare se utilizează un suport de teflon (politetrafluoroetilenă) cu următoarele dimensiuni (figura 3): diametrul exterior de 15 mm, diametrul interior (pe care se realizează înfășurarea) 12 mm,



diametrul alezaj de 10 mm, lățime de 4 mm, lățimea pe care se realizează înfășurarea de 2 mm. Un capăt al fibrei a fost lipit de suportul din teflon (politetrafluoroetilenă) cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Fibra a fost tensionată cu o tensiune de 50 MPa. S-a utilizat o viteză de înfășurare de 1,5 m/min. iar pentru umplerea uniformă și completă a spațiului suportului s-a folosit dispozitivul de ghidare. Diferit față de Exemplul 1 este faptul că, înainte de a fi înfășurată, fibra trece printr-o soluție care conține rășina dizolvată în acetonă și nanoparticule de ferită de MnZn ($Mn_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$) în suspensie (figura 4). Concentrația de nanoparticule de ferită în soluție este de 25 % (raportat la masa soluției). La finalul operației de înfășurare, capătul liber al fibrei a fost atașat de suportul din teflon prin lipire cu același tip de adeziv utilizat pentru atașarea primului capăt. După scoaterea suportului de teflon ce conține fibrele înfășurate din dispozitivul de înfășurare, miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă la temperatura de 180 °C și menținut timp de 60 de minute în aer pentru polimerizare.

Exemplul 3

În al treilea exemplu de aplicare a invenției, se utilizează fibre amorfe cu baza Co ($Co_{68,25}Fe_{4,5}Si_{12,25}B_{15}$ % atomice) cu diametrul de 120 μm și lungime de 5,5 m. Fibra este acoperită cu un strat ceramic de $BaTiO_3$ prin metoda hidrotermală, iar stratul are o grosime de 1-2 μm . Se utilizează același tip de suport ca în exemplul 1. Un capăt al fibrei a fost lipit de suportul din teflon (politetrafluoroetilenă) cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Se tensionează fibra cu o tensiune de 45 MPa. Viteza de înfășurare este de 1 m/min. Pe durata înfășurării, pe straturile înfășurate este pulverizată o suspensie care conține apă deionizată cu acid acetic (concentrație 1 M) și 10 % nanoparticule de $BaTiO_3$ (raportat la masa soluției) (figura 5). La finalizarea operației de înfășurare, capătul liber al fibrei este atașat de suportul polimeric cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Miezul magnetic astfel obținut este supus unei operații de consolidare prin sinterizare la rece astfel (figura 6): (i) pe diametrul exterior al suportului, peste fibrele înfășurate se montează o garnitură din cauciuc siliconic (14 x 2,5 mm). (ii) suportul ce conține fibrele se montează într-un suport din aluminiu. (iii) miezul magnetic este introdus într-un sac de vid și vidat până la atingerea unei presiuni de 10^{-2} Torr. (iv) ansamblul compus din sacul de vid și miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă. (v) se introduce aer sub presiune în autoclavă până la atingerea presiunii de 4 bari. (vi) se încălzește autoclava cu o viteză de 50 °C/ oră până la temperatura de 180 °C și se menține temperatură timp de 2 ore. Pe durata menținerii în autoclavă vidul din sacul de vid este menținut prin pompaj continuu.

Exemplul 4

Într-un alt exemplu de aplicare a invenției, se utilizează fibre amorfe cu baza Fe ($Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ at.%) având diametrul de 110 μm și lungime de 6 metri care au fost acoperite în prealabil cu ZnO prin metoda depunerii din stare de vapori. Grosimea stratului de ZnO este de 500 nm – 2 μm . Pentru înfășurare se utilizează un suport ceramic cu următoarele dimensiuni (figura 7): diametrul exterior de 25 mm,



diametrul interior (pe care se realizează înfășurarea) 18 mm, diametrul alezaj de 16 mm, lățime de 8 mm, lățimea pe care se realizează înfășurarea de 6 mm. Un capăt al fibrei a fost lipit de suportul ceramic cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Se tensionează fibra cu o tensiune de 45 MPa. Viteza de înfășurare este de 3 m/min. Înainte de a fi înfășurată fibra trece printr-o soluție care conține apă deionizată cu acid acetic (concentrație 1 M), 15 % nanoparticule de ZnO (raportat la masa soluției) și 10 % nanoparticule de ferita de Ni-Zn ($\text{Ni}_{10,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$) (raportat la masa soluției). La finalizarea operației de înfășurare, capătul liber al fibrei este atașat de suportul ceramic cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Miezul magnetic astfel obținut este supus unei operații de consolidare prin sinterizare la rece astfel (figura 6): (i) pe diametrul exterior al suportului, peste fibrele înfășurate, se montează o garnitură din cauciuc siliconic (24 x 2,5 mm). (ii) suportul ce conține fibrele se montează într-un suport din aluminiu. (iii) miezul magnetic este introdus într-un sac de vid și vidat până la atingerea unei presiuni de 10^{-2} Torr. (iv) ansamblul compus din sacul de vid și miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă. (v) se introduce aer sub presiune în autoclavă până la atingerea presiunii de 6 bari. (vi) se încălzește autoclava cu o viteză de 100 °C/oră până la temperatura de 160 °C și se menține temperatura timp de 2 ore. Pe durata menținerii în autoclavă vidul din sacul de vid este menținut prin pompaj continuu.

Exemplul 5

În ultimul exemplu de aplicare a invenției, se utilizează fibre amorfe cu baza Fe având compoziția $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ (% atomice) având diametrul de 120 μm și lungime de 6.5 metri care au fost acoperite în prealabil cu ZnO prin metoda depunerii din stare de vapori. Grosimea stratului izolator este de 200 nm – 1 μm . Pentru înfășurare se utilizează un suport ceramic cu următoarele dimensiuni (figura 7): diametrul exterior de 25 mm, diametrul interior (pe care se realizează înfășurarea) 18 mm, diametrul alezaj de 16 mm, lățime de 8 mm, lățimea pe care se realizează înfășurarea de 6 mm. Un capăt al fibrei a fost lipit de suportul ceramic cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Se tensionează fibra cu o tensiune de 55 MPa. Viteza de înfășurare este de 3 m/min. Pe durata înfășurării, pe straturile înfășurate este pulverizată o suspensie care conține apă deionizată cu acid acetic (concentrație 1 M) și 20 % nanoparticule de ZnO (raportat la masa soluției). La finalizarea operației de înfășurare, capătul liber al fibrei este atașat de suportul polimeric cu ajutorul unui adeziv comercial pe bază de cianoacrilat. Miezul magnetic astfel obținut este supus unei operații de consolidare prin sinterizare la rece astfel (figura 6): (i) pe diametrul exterior al suportului, peste fibrele înfășurate se montează o garnitură din cauciuc siliconic (24 x 2,5 mm). (ii) suportul ce conține fibrele se montează într-un suport din aluminiu. (iii) miezul magnetic este introdus într-un sac de vid și vidat până la atingerea unei presiuni de 10^{-2} Torr. (iv) ansamblul compus din sacul de vid și miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă. (v) se introduce aer sub presiune în autoclavă până la atingerea presiunii de 5 bari. (vi) se încălzește autoclava cu o viteză de 100 °C/oră până la temperatura de 180 °C și se menține temperatura timp de 2 ore. Pe durata menținerii în autoclavă vidul din sacul de vid este menținut prin pompaj continuu. La finalizarea



operației de sinterizare la rece, miezul magnetic sinterizat este scos din sacul de vid, se înlătură suportul de aluminiu și garnitura din cauciuc siliconic și este supus unui tratament termic de cristalizare la temperatura de 550 °C/30 min. în atmosferă protectoare de argon obținându-se o structură nanocristalină de α -Fe(Si) înglobată într-o matrice amorfă care conferă proprietăți magnetice superioare miezului magnetic.

Miezul magnetic compozit obținut prin procedeul prezentat în exemplul 1 are avantajul că procedeul de obținere este relativ simplu, iar caracteristicile magnetice ale acestuia (câmp coercitiv, permeabilitate magnetică, pierderi magnetice, etc) sunt net superioare compozitelor magnetice moi pe bază de fibre obținute prin procedeele clasice ca urmare a conservării integrității stratului dielectric.

Miezul magnetic compozit obținut prin procedeul prezentat în exemplul 2, pe lângă avantajele prezentate mai sus (în cazul exemplului 1), are și avantajul că adăugarea de nanoparticule de ferită magnetică moale conduce la creșterea rezistivității electrice a miezului magnetic și la obținerea unui strat dielectric care nu mai este un simplu strat polimeric, fără proprietăți magnetice, ci este un strat care conține nanoparticule magnetice deci un strat dielectric cu proprietăți magnetice.

Miezul magnetic compozit obținut prin procedeul prezentat în exemplul 3, are avantajul că rezistența lui mecanică este mare fiind format dintr-o matrice ceramică sinterizată care înglobează fibrele feromagnetice.

Miezul magnetic compozit obținut prin procedeul prezentat în exemplul 4 are avantajul că combină rezistența mecanică a miezurilor magnetice obținute prin sinterizare la rece cu plusul de proprietăți magnetice dat de utilizarea unor straturi dielectrice cu proprietăți magnetice.

Miezul magnetic compozit obținut prin procedeul prezentat în exemplul 5 are avantajul că prin aplicarea tratamentului de cristalizare se obține, în fibrele feromagnetice, o structură nanocristalină de α -Fe(Si) înglobată într-o matrice amorfă care conduce la diminuarea anizotropiei magnetocristaline a fibrelor și deci la caracteristici de material magnetic moale excepționale.

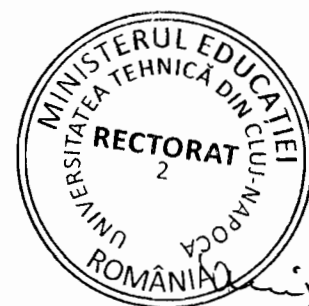
Subliniem faptul că brevetul propune un sigur procedeu de obținere a miezurilor compozite magnetice pe baza de fibre, diferențele prezentate în exemplele 1 – 5 constând doar în modul de adăugare a dielectricului suplimentar (prin imersie sau pulverizare) și metoda de consolidare a miezului magnetic (prin polimerizare sau sinterizare la rece în autoclavă).

BIBLIOGRAFIE

1. W. R. Ward, D. E. Gay, Composite iron material, US Patent No. 5,211,896/May 18, 1993
2. A. J. Moorhead, H.-E. Kim, Composite of coated magnetic alloy particle, US Patent No 6,110,420/Aug. 29, 2000
3. P. Pszola, M. Pszola, Stack system of an electric machine, electric machine, and method for producing the stack system, Patent No WO2017153257A1, 2017-09-14.



4. W. Burlikowski, Z. Kowalik, P. Kowol, R. Michalik, T. Trawiński, Ferromagnetic-polymer material, Application number P.440090, 2022-01-05
5. W. Burlikowski, Z. Kowalik, P. Kowol, R. Michalik, 3D Printing of Composite Material for Electromechanical Energy Harvesters, Electronics, 11 (2022) 1458
6. B.V. Neamțu, A. Opreș, P. Pszola, F. Popa, T.F. Marinca, N. Vlad, I. Chicinas, Preparation and characterisation of soft magnetic composites based on Fe fibres, Journal of Materials Science, 55 (2020) 1414-1424
7. B.V. Neamțu, M. Pszola, H. Vermeșan, G. Stoian, M. Grigoraș, A. Opreș, L. Cotojman, T.F. Marinca, N. Lupu, I. Chicinaș, Preparation and characterisation of Fe/Fe₃O₄ fibres based soft magnetic composites, Ceramics International, 47 (2021) 581-589
8. B.V. Neamțu, A. Irimie, F. Popa, M.S. Gabor, T.F. Marinca, I. Chicinaș, Soft magnetic composites based on oriented short Fe fibres coated with polymer, Journal of Alloys and Compounds, 840 (2020) 155731
9. B.V. Neamțu, A. Belea, F. Popa, E. Ware, T.F. Marinca, I. Vintiloiu, C. Badea, M. Pszola, M. Nasui, Properties of soft magnetic composites based on Fe fibres coated with SiO₂ by hydrothermal method, Journal of Alloys and Compounds, 826 (2020) 154222
10. B.V. Neamțu, F. Popa, T.F. Marinca, I. Chicinas, Soft magnetic composites based on Fe fibres and powders prepared by cold sintering process, Journal of Alloys and Compounds, 933 (2023) 167799.
11. B.V. Neamțu, F. Popa, E. Ware, T.F. Marinca, M.S. Gabor, F.P. Piglesan, M. Năsu, Hydrothermal Deposition of ZnO Layer on Fe-Based Amorphous Fibres Used for the Preparation of Cold Sintered Fibre-Based Soft Magnetic Composites, Coatings, 12 (2022) 1527.
12. E.A. Périgo, B. Weidenfeller, P. Kollár, J. Füzér, Past, present, and future of soft magnetic composites, Applied Physics Reviews 5 (2018) 031301-37.
13. K.J. Sunday, M. Taheri, Soft magnetic composites: recent advancements in the technology, Metal Powder Report 72 (2017) 425-429.
14. H. Shokrollahi, K. Janghorban, Soft magnetic composite materials (SMCs), Journal of Materials Processing Technology 189 (2007)1-12.



MIEZURI MAGNETICE COMPOZITE PE BAZĂ DE FIBRE FEROMAGNETICE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE

Revendicări

1. Miez magnetic compozit pe bază de fibre feromagnetice acoperite cu un dielectric polimeric, hibrid (strat polimeric care conține nanoparticule de ferită magnetică moale) sau ceramic **caracterizat prin aceea că** fibrele sunt înfășurate pe un suport polimeric sau ceramic și consolidate prin polimerizare respectiv sinterizare la rece în autoclavă.

2. Procedeu de obținere a miezurilor compozite magnetic moi pe bază de fibre feromagnetice acoperite cu un dielectric ceramic, **caracterizat prin aceea că** presupune parcurgerea următoarelor etape:

- a) Atașarea fibrei/fibrelor acoperite cu dielectric ceramic de suportul polimeric/ceramic cu un adeziv;
- b) Tensionarea fibrei (prin atașarea de aceasta a unei greutate) cu o tensiune cuprinsă în intervalul 10 MPa – 100 MPa. Tensiunea aplicată depinde de diametrul fibrei și de caracteristicile mecanice ale materialului din care este făcută fibra.
- c) Reglarea vitezei de rotație a dispozitivului care asigură înfășurarea fibrei pe suportul ceramic sau polimeric. Viteza de înfășurare a fibrei se încadrează în domeniul 0,1 m/min. la 100 m/min.
- d) Înfășurarea propriu zisă a fibrei acoperite cu stratul dielectric pe suportul rotitor până la umplerea întregului spațiu al suportului destinat înfășurării fibrei.
- e) Pe durata înfășurării, pe straturile înfășurate este pulverizată o suspensie care conține apă deionizată cu acid acetic (concentrație 1 M) și 10 - 80 % nanoparticule având aceeași compoziție chimică cu stratul dielectric ce acoperă fibra.
- f) Atașarea cu un adeziv de suportul polimeric/ceramic a capătului liber al fibrei.
- g) Consolidarea termică a miezului magnetic prin aplicarea metodei de sinterizare la rece în autoclavă prin parcurgerea următorilor pași:
 - p1. Pe diametrul exterior al suportului, peste fibrele înfășurate, se montează o garnitură din cauciuc siliconic al cărei diametru interior este mai mic decât diametrul exterior al suportului pe care s-au înfășurat fibrele cu 1-2 mm.
 - p2. Suportul polimeric sau ceramic ce conține fibrele se montează într-un suport din aluminiu.
 - p3. Miezul magnetic este introdus într-un sac de vid și vidat până la atingerea unei presiuni de 10^{-2} Torr sau mai mică.
 - p4. Ansamblul compus din sacul de vid și miezul magnetic compozit este introdus în autoclavă.
 - p5. Se introduce aer sub presiune în autoclavă până la atingerea unei presiuni ce se încadrează în domeniul 4 bari – 10 bari.
 - p6. Se încălzește autoclava cu o viteză de încălzire cuprinsă între 50 °C/oră și 100 °C/ oră până la o temperatură ce se încadrează în domeniul 100 °C - 200 °C și se menține 1-5 ore la această temperatură.



Anișet

p7. Răcirea până la temperatura ambiantă a autoclavei și scoaterea miezurilor magnetice din autoclavă și din sacul de vid.

3. Procedeu conform revendicării 2 **caracterizat prin aceea că** înainte de a fi înfășurată fibra (etapa „d”), fibra este trecută printr-o soluție care conține apă deionizată cu acid acetic (concentrație 1 M), 10 - 40 % nanoparticule, având aceeași compoziție chimică cu stratul dielectric ce acoperă fibra și 10-60 % nanoparticule de ferită magnetică moale (MeFe_2O_4 , unde Me poate fi unul sau mai mulți ioni bivalenți în orice raport atomic) în suspensie și se elimină pulverizarea cu suspensia care conține apă deionizată cu acid acetic și dielectricul suplimentar (etapa „e”).

4. Procedeu conform revendicării 2 **caracterizat prin aceea că** se utilizează exclusiv suport ceramic pentru înfășurarea fibrelor, iar după etapa de consolidare prin sinterizare la rece în autoclavă (etapa „g”) se mai adaugă o etapă în care se înlătură suportul de aluminiu și garnitura din cauciuc siliconic, iar miezul magnetic este supus unui tratament termic de cristalizare în atmosferă protectoare de argon la temperaturi cuprinse între 500 °C și 650 °C, durata de menținere la această temperatură fiind cuprinsă între 10 min. și 120 min.

5. Procedeu de obținere a miezurilor compozite magnetic moi pe bază de fibre feromagnetice acoperite cu un dielectric polimeric, **caracterizat prin aceea că** presupune parcurgerea următoarelor etape:

- a) Atașarea fibrei/fibrelor acoperite cu dielectric polimeric sau hibrid de suportul polimeric/ceramic cu un adeziv;
- b) Tensionarea fibrei, prin atașarea de aceasta a unei greutate, cu o tensiune cuprinsă în intervalul 10 MPa – 100 MPa (tensiunea aplicată depinde de diametrul fibrei și de caracteristicile mecanice ale materialului din care este făcută fibra);
- c) Reglarea vitezei de rotație (în domeniul 0,1 m/min. la 100 m/min) a dispozitivului care asigură înfășurarea fibrei pe suportul ceramic sau polimeric;
- d) Înfășurarea propriu zisă a fibrei acoperite cu stratul dielectric polimeric sau hibrid pe suportul rotitor până la umplerea întregului spațiu al suportului destinat înfășurării fibrei;
- e) Atașarea capătului liber al fibrei de suportul polimeric/ceramic prin lipire cu un adeziv;
- f) Aplicarea unui procedeu de polimerizare pentru consolidarea miezului magnetic la temperaturi cuprinse între 100 -200 °C și durată de menținere de 30 – 120 min.

6. Procedeu conform revendicării 5 **caracterizat prin aceea că** înainte de a fi înfășurată, fibra este trecută printr-o soluție care conține dielectricul polimeric dizolvat în acetonă și 5 – 75 % nanoparticule de ferită magnetică moale (MeFe_2O_4 , unde Me poate fi unul sau mai mulți ioni bivalenți în orice raport atomic) în suspensie.



FIGURI

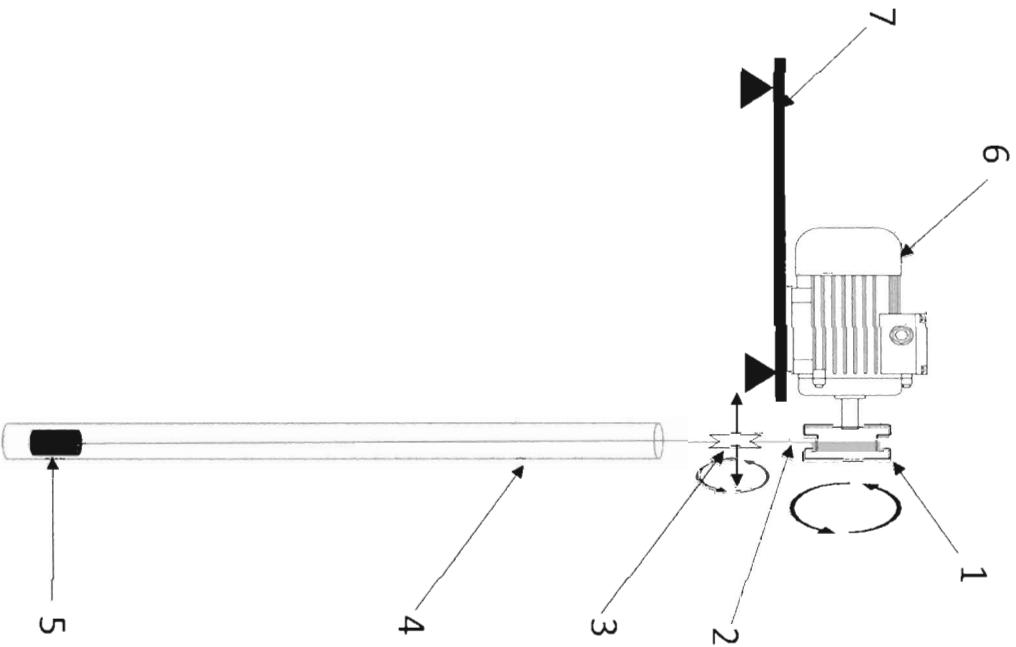
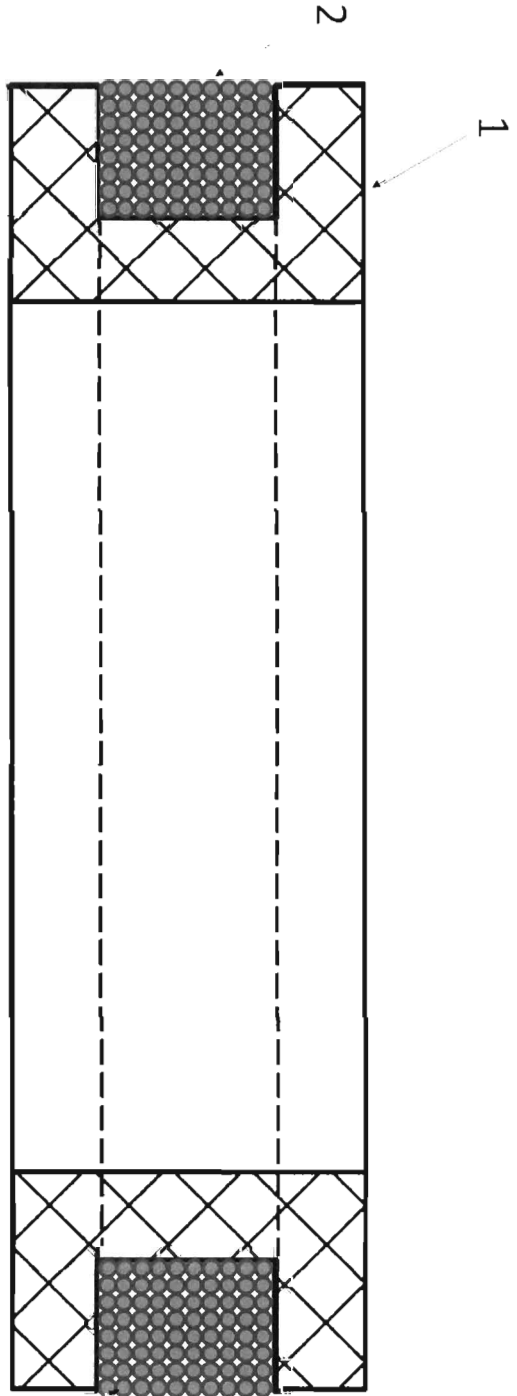


Figura 1

Legenda

- 1 – suport ceramic sau polimeric
- 2 – fibra feromagnetică
- 3 – dispozitiv ghidare fibră
- 4 – tub de ghidare
- 5 – greutate tensionare fibră
- 6 – motor cu turajie variabilă
- 7 – suport





Legenda

- 1 – Suport polimeric
- 2 - Fibre feromagnetice acoperite cu un strat de dielectric

Figura 2



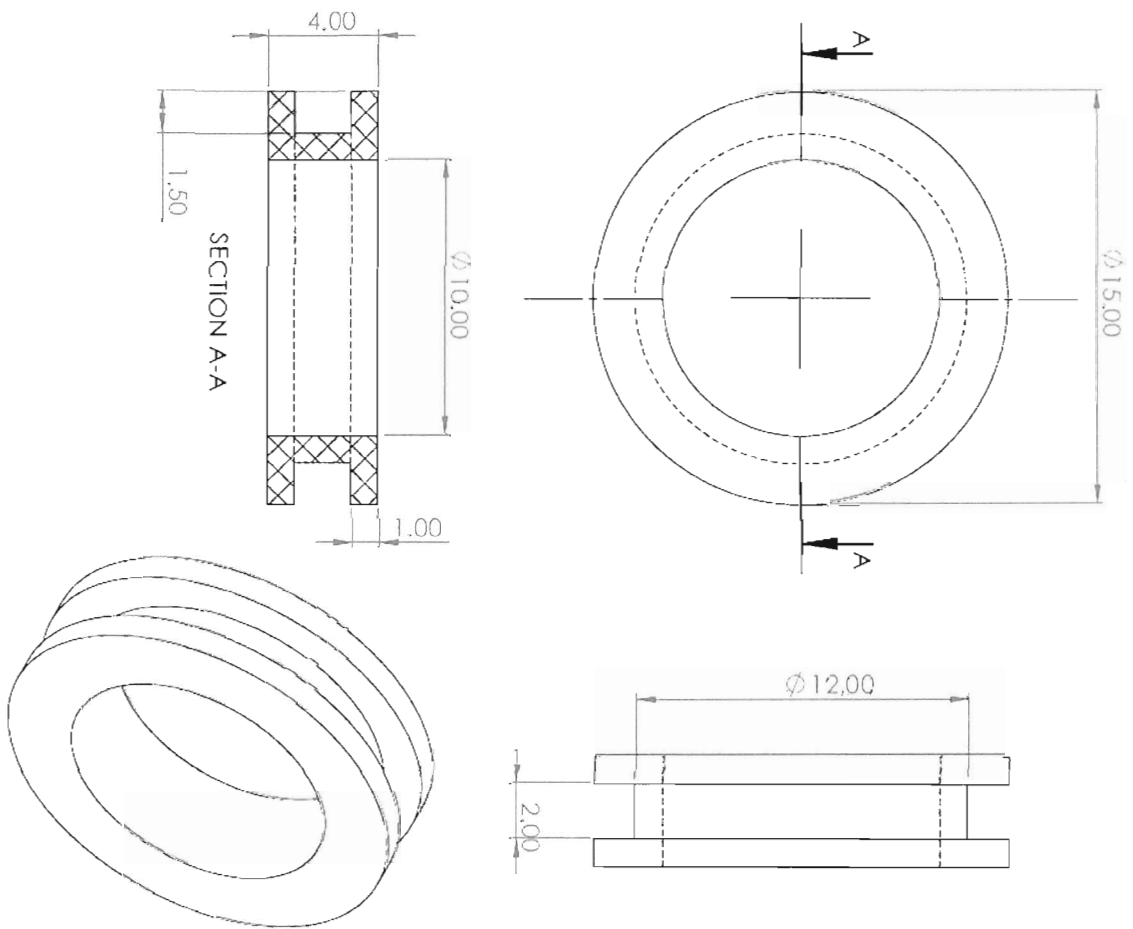
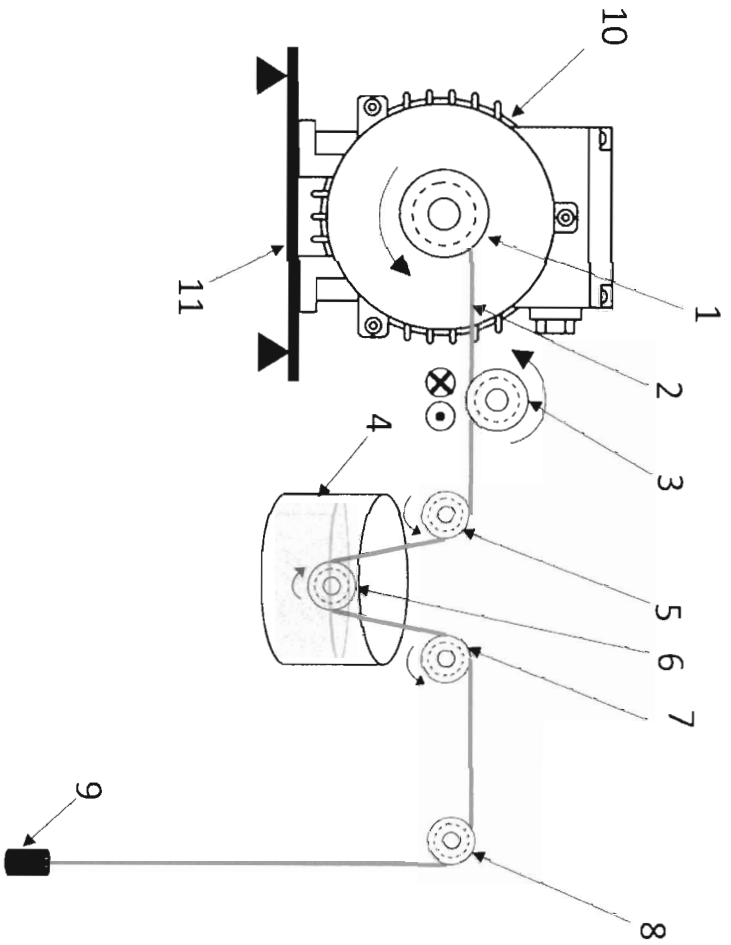


Figura 3

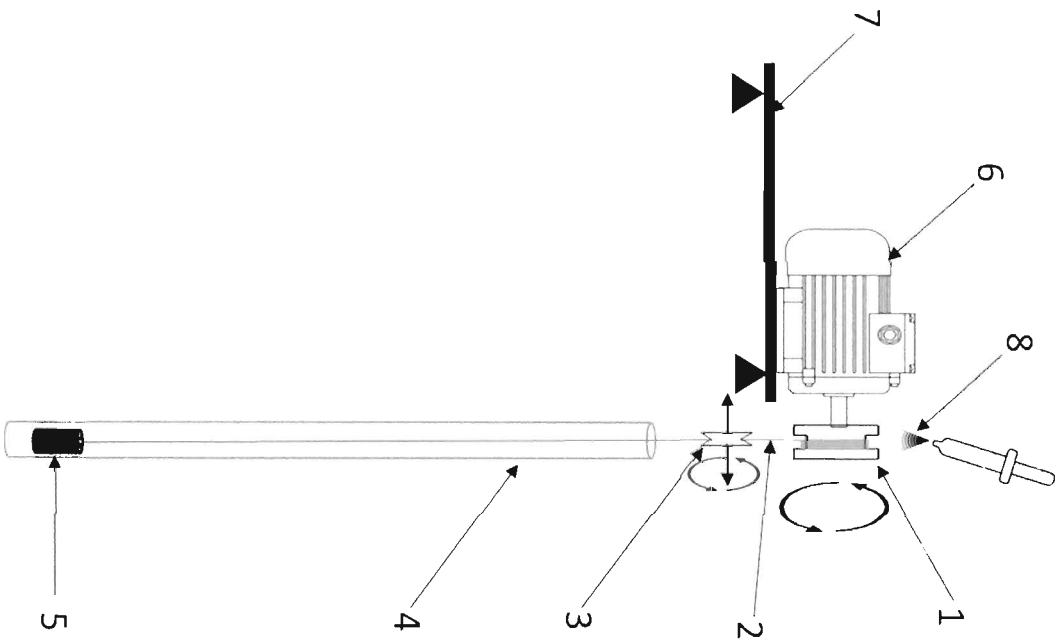




- Legenda**
- 1 – suport ceramic sau polimeric
 - 2 – fibra feromagnetică
 - 3 – dispozitiv ghidare fibră
 - 4 - recipient cu dielectric suplimentar
 - 5, 6, 7, 8 – role de ghidare
 - 9 – greutate tensionare fibră
 - 10 – motor cu turajie variabilă
 - 11 – suport

Figura 4





Legenda

- 1 – suport ceramic sau polimeric
- 2 – fibra feromagnetică
- 3 – dispozitiv ghidare fibră
- 4 – tub de ghidare
- 5 – greutate tensionare fibră
- 6 – suport
- 7 – motor cu turație variabilă
- 8 – pulverizare dielectric suplimentar

Figura 5



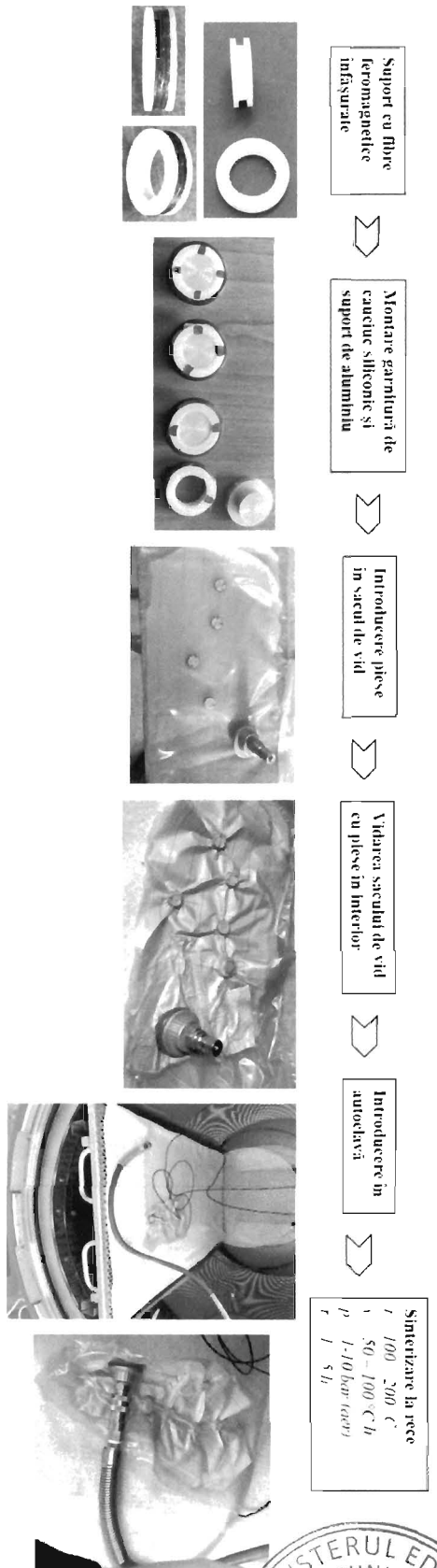


Figura 6



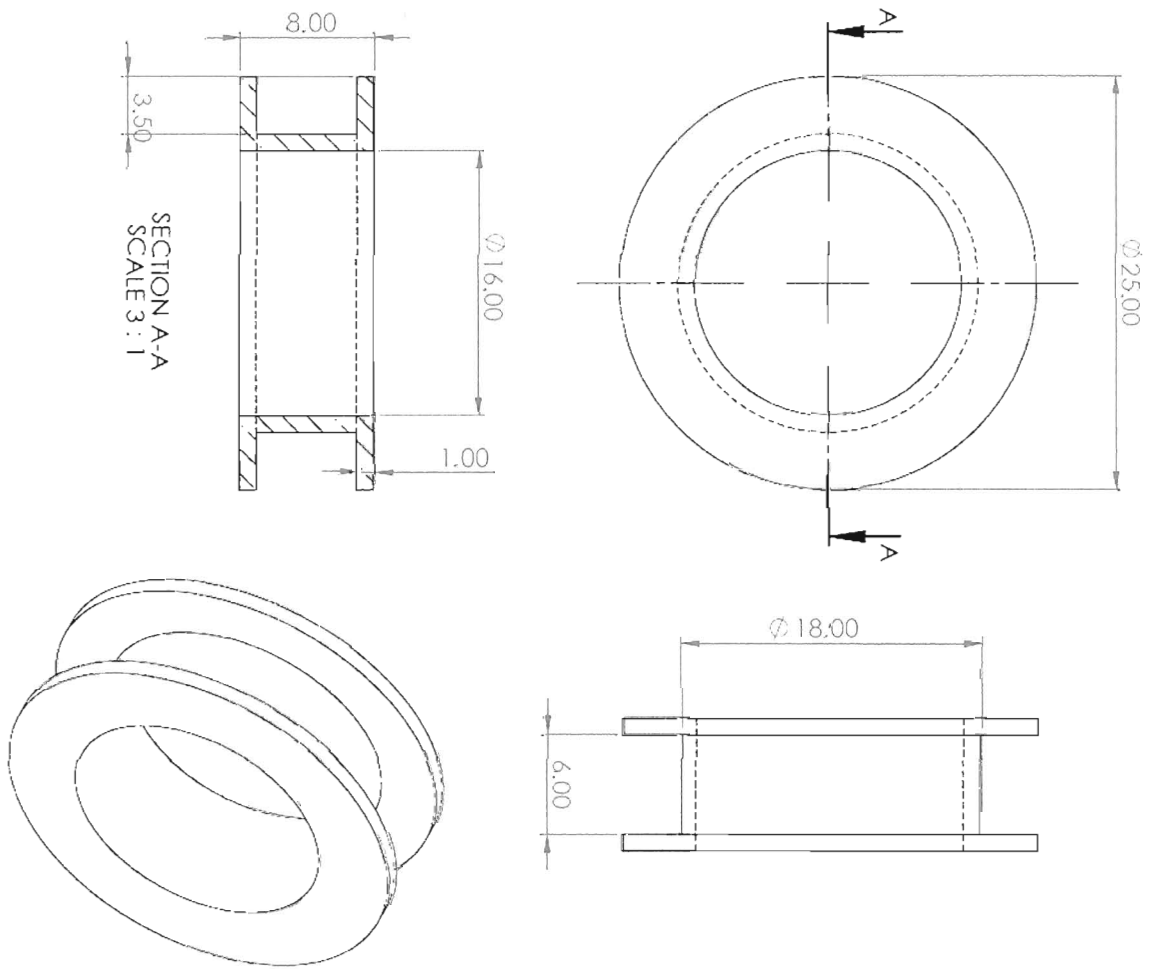


Figura 7

