

Proiect NANOMAG

Tema:

Nanocompozite anizotrope pentru magneti permanenti de foarte mare energie magnetica specifica

Contract: CEEEX Nr. 19/2005
Autoritatea contractanta: PROGRAM MATNANTECH, UNIVERSITATEA POLITEHNICA BUCURESTI
Contractor: INC DIE ICPE – CA, Bucuresti
Director de proiect: Prof. dr. Wilhelm Kappel,
tel. 346.72.31, fax: 346.82.99, e-mail: kappel@icpe-ca.ro

Programul: CEEEX – Cercetare de excelenta
Categoria de proiect: MODUL I – PROIECTE DE CERCETARE–DEZVOLTARE COMPLEXE
Tipul proiectului: P-CD
Acronimul proiectului: NANOMAG
Coordonator proiect: INC DIE ICPE – CERCETARI AVANSATE, Bucuresti
Parteneri: Universitatea Babes – Bolyai, Cluj-Napoca
INCDFM, Bucuresti
INCDFM, Iasi

Arii tematice: 4.1. Nanostiinte, Nanotehnologii
4.2. Materiale
4.3. Procese noi de productie

Platforma Tehnologica: Materiale avansate si tehnologii

Obiectiv general.

Proiectul isi propune studierea proprietatilor fizice ale materialelor nanocristaline, cu potentiale aplicatii ca magneti permanenti anizotropi, de mare performanta, finalizandu-se cu un *demonstrator de sistem* nanocompozit anizotrop, element ce prezinta noutate la nivel national.

Mod de finalizare a proiectului:

- Elaborarea de modele functionale;
- Brevetarea solutiilor tehnice originale

Planul de realizare a proiectului / Calendar de timp

Etapa I/2005: Sisteme nanocompozite de tip Pamant Rar (PR)-Metal de Tranzitie (MT): Proprietati fizice si performante tehnice

Perioada: 01.10.2005 – 10.12.2005

Etapa II/2006: Prepararea si studiul sistemelor nanocompozite izotrope, durificate magnetic prin interactiuni de schimb

Perioada: 11.12.2005 – 15.05.2006

Etapa III/2006: Identificarea sistemelor precursoare pentru magneti permanenti anizotropi

Perioada: 16.05.2006 – 30.11.2006

Etapa IV/2007: Studiul influentei elementelor de aliere asupra proprietatilor fizice ale aliajelor nanocompozite

Perioada: 01.12.2006 - 30.04.2007

Etapa V/2007: Inducerea anizotropiei magnetice prin diferite procedee si studiul proprietatilor fizice ale sistemelor anizotrope

Perioada: 01.05.2007- 30.11.2007

Etapa VI/2008: Prototip de magnet nanocompozit anizotrop durificat prin interactiuni de schimb

Perioada: 01.12.2007 - 15.05.2008

FISA PREZENTARE proiect 19.2005 NANOMAG

Diplome obtinute

Potentialii utilizatori: unitati producatoare de materiale magnetice dure de inalta performanta si de aplicatii ale acestor materiale, din industria electrotehnica, electronica, industria constructoare de masini, tehnica de calcul sau medicala

Impactul stiintific, tehnic, economic si social. Cresterea performantelor magnetice si imbunatatirea parametrilor de procesare conduc la ridicarea eficientei energetice: de exemplu, utilizarea magnetilor pe baza de PR in motoare electrice eficiente poate «salva» cateva sute de mii de Euro la nivel national. De aceea, consideram ca finalizarea proiectului va conduce la *cresterea competitivitatii produselor romanesti, la asigurarea dezvoltarii durabile in plan economic* in Uniunea Europeana. Astfel, energia consumata in procesul de fabricatie va fi redusa cu 50 % fata de cea consumata in tehnologia de fabricatie a magnetilor NdFeB sinterizati; pretul de productie va scadea cu 50 % fata de cel al magnetilor NdFeB sinterizati, datorita continutului redus de pamanturi rare. Cuantificand aceste efecte s-ar ajunge la o economie de cca. 165.000 Euro/an sau o crestere a profitului cu aceeași suma. Beneficiarul acestor produse, cu o energie magnetica specifica cu cca. 33 % mai mare decat cea a materialelor NdFeB sinterizate, poate realiza un profit imediat, prin comercializarea unor produse mai competitive, cu gabarit micșorat, cu performante tehnice superioare sau prin dezvoltarea altor produse cu totul noi.

Prin realizarea obiectivului final al proiectului – prepararea sistemelor nanocompozite anizotrope pe baza de PR-MT din care se pot obtine magneti permanenti – se vor putea pune bazele unor *noi locuri de munca*, la producatorii de magneti permanenti si de echipamente dotate cu astfel de materiale magnetice. Se creaza, *oportunitati pentru invatamant si perfectionare*, tintind-se o stabilizare a tinerilor cercetatori in institutetele de cercetare.

Impactul tehnologic. Derularea proiectului are un *impact semnificativ asupra mediului tehnologic si universitar* prin:

- asocierea colectivelor de cercetare cu preocupari comune, din institutete nationale de cercetare-dezvoltare si universitati, in cadrul unui consortiu puternic;
- stimularea formarii, la nivelul partenerilor la proiect (C-D si microproductie), a unei retele de laboratoare implicate in elaborarea noilor concepte si tehnici de procesare a materialelor avansate nanocompozite;
- stimularea formarii unui centru de servicii stiintifice si tehnologice cu caracter multidisciplinar specific domeniului;
- atragerea, alaturi de unitatile implicate in proiect, si a altor grupuri de cercetare din mediul universitar sau din institutete de C-D, cu preocupari in domeniul materialelor magnetice.

Impactul asupra mediului. Spre deosebire de tehnicile clasice (de turnare in aer sau prin metode specifice metalurgiei pulberilor), in care se elibereaza in mediu diferite noxe, pulberi fine, substante volatile, tehnica de procesare a aliajelor propusa de proiect este o *tehnica ecologica, fara impact negativ asupra si a mediului de lucru* si, in general, a *mediului inconjurator*, contribuind astfel la conservarea acestuia. *Sunt indeplinite* astfel conditiile privitoare la *protectia si calitatea mediului de lucru*, inclusiv cele ce privesc bioetica si biosecuritatea. Datorita energiei magnetice specifice sensibil mai mari, in practica industriala se vor putea realiza aceleasi efecte (aceeasi inductie intr-un intrefier dat, aceeași energie magnetica intr-un volum mai mic) cu volume mai mici (cu cca. 33%) de magneti permanenti si consum mai mic de energie, atat la producator, cat si la utilizator, ceea ce este echivalent cu economisirea resurselor naturale- o *conditie de protectie a mediului si un principiu fundamental al dezvoltarii durabile*. Prin modernizarea si calitatea materialelor dezvoltate proiectul poate contribui la *sustinerea si accelerarea integrarii, din punct de vedere stiintific si tehnologic, in spatiul Uniunii Europene*.

SISTEME NANOCOMPOZITE DE TIP PAMANT RAR (PR)-METAL DE TRANZITIE-(MT):

PROPRIETATI FIZICE SI PERFORMANTE TEHNICE

Perioada: 01.10.2005 – 10.12.2005

Obiective:

- Studii privind metodele de obtinere a sistemelor nanocompozite PR-MT;
- Analiza sistemelor realizate de fiecare colectiv pâna in prezent
- Metode de caracterizare a sistemelor nanocompozite;
- Proiectarea instalatiei de prelucrare la cald.

Rezultate obtinute

- activitati de studiu documentar;
- activitatile legate de proiectarea si executia instalatiei experimentale si dispozitivelor specifice de prelucrare la cald a pulberilor pe baza de compusi ai pamanturilor rare cu metale de tranzitie, preparate prin solidificare ultrarapida (procedeeul *melt-spinning*).

Sistemul de incalzire cu becuri de cuarț (v. figura 1), a fost finalizat, urmand sa fie montat pe instalatia ce asigura compactarea pulberilor, in atmosfera controlata pentru a preveni fenomenul de oxidare si aprindere a pulberilor pe baza de pamanturi rare.



Fig. 1 Sistemul de incalzire cu becuri de cuarț

II. PREPARAREA SI STUDIUL SISTEMELOR NANOCOMPOZITE IZOTROPE, DURIFICATE MAGNETIC PRIN
INTERACTIUNI DE SCHIMB

Perioada: 11.12.2005 – 15.05.2006

III. IDENTIFICAREA SISTEMELOR PRECURSOARE PENTRU MAGNETI
PERMANENTI ANIZOTROPI

Perioada: 16.05.2006 – 30.11.2006

Obiectivele fazelor:

- Sinteza sistemelor nanocompozite PR-MT, magnetic izotrope;
- Caracterizari preliminare (structurale si magnetice) ale esantioanelor elaborate;
- Alegerea metodelor si procedurilor de sinteza a sistemelor nanocompozite PR-TM, precursora pentru magneti permanenti anizotropi;
- Alegerea metodelor si procedurilor de caracterizare a sistemelor nanocompozite pe baza de PR-MT;
- Diseminarea rezultatelor;
- Publicarea rezultatelor stiintifice in reviste cotate international;

Rezultate:

In cadrul etapelor derulate pana in prezent s-au preparat epruvete magnetice nanocompozite izotrope, pe baza de aliaje NdFeB, durificate prin efect de interactie de schimb. Acestea noi materiale au fost caracterizate din punct de vedere structural si magnetic, in scopul stabilirii sistemelor precursora susceptibile de a fi utilizate in etapele urmatoare ale proiectului, pentru inducerea anizotropiei magnetice.

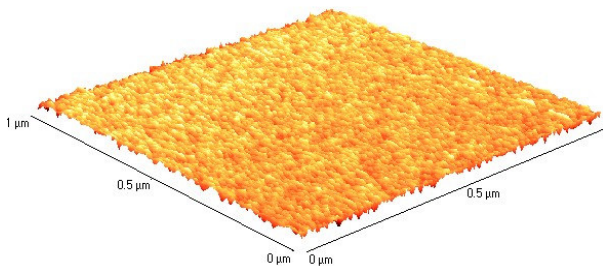


Fig. 1 Benzi solidificate ultrarapid de aliaj NdFeB (b) caracterizate AFM

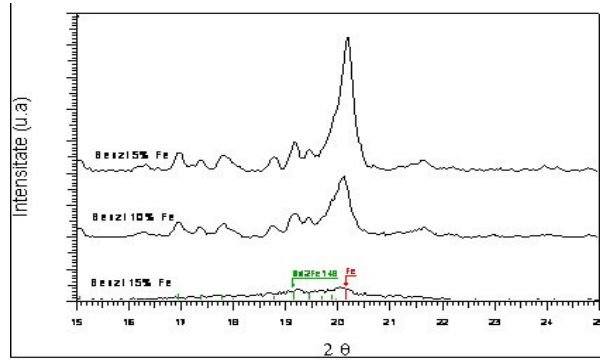


Fig. 2 Spectre de difracție raze X ale benzilor $\text{Nd}_{11}\text{Fe}_{83}\text{B}_6$, $\text{Nd}_{10.5}\text{Fe}_{84}\text{B}_{5.5}$ și $\text{Nd}_{10}\text{Fe}_{85}\text{B}_5$ preparate prin solidificare ultrarapidă prin turnare pe tambur rotitor



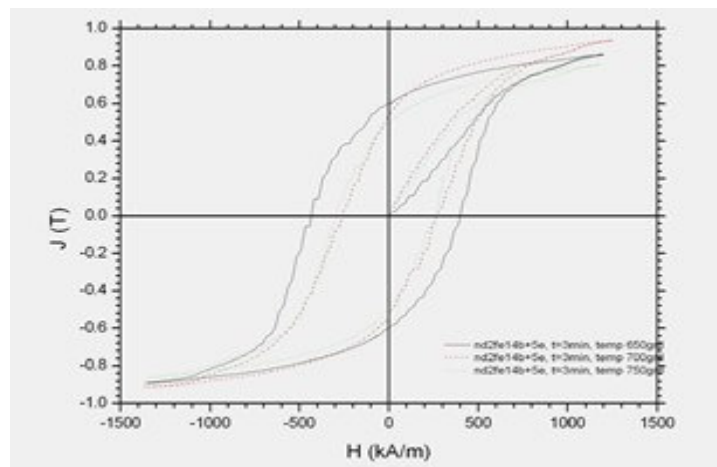
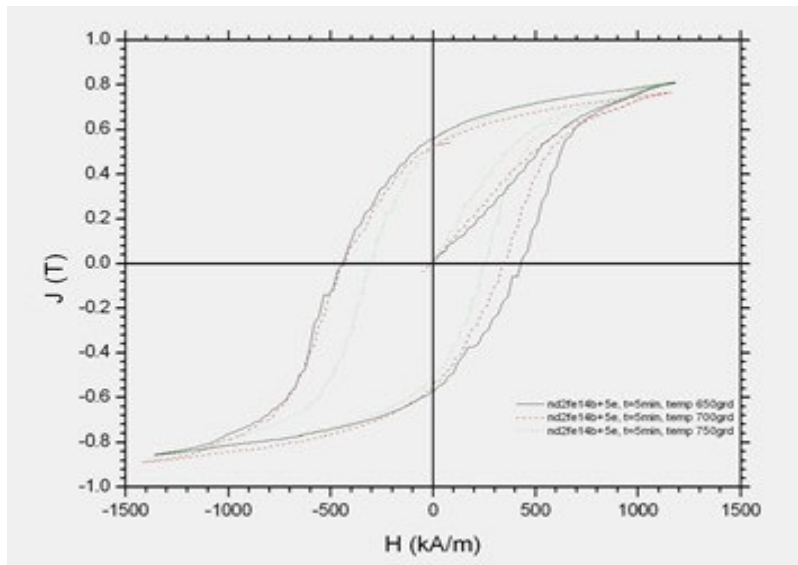


Fig. 3 Curbe de histerzis ale epruvetelor nanocompozite Nd₁₁Fe₈₃B₆, magnetic izotrope, preparate dupa recristalizare in diferite conditii

S-a studiat variatia structurii si proprietatilor magnetice cu parametrii de procesare (v. figurile 1 - 3).

S-a intocmit o Fisa de Produs (v. link) care descrie caracteristicile fizice si tehnico-functionale ale acestui nou material:

- Inductie remanenta $B_r > 0,7$ T;
- Coercivitate $H_{cJ} > 500$ kA/m;
- Raport $M_r / M_s > 0,58$ (peste valoarea de 0,5, magneti sunt nanocompoziti, durificati prin interactie de schimb)

S-a realizat proiectul unei instalatii experimentale de presare si deformare la cald, in vid / atmosfera protectoare (argon), precum si executia sistemului de incalzire al acestei instalatii experimentale.

Diseminarea rezultatelor

- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, J. Pintea, E. Patroi, D. Patroi - *High Energy Density Magnetic Materials for Electronic Packaging*, Proc. of the 1st Electronic Systemintegration Technology Conference ESTC2006, 5-7 September 2006, Dresden, Germany, p. 338 – 43, ISBN 1-4244-0553-X, awarded paper (Best Award Poster) (see link).

- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, J. Pintea - *Influence of the Recrystallization Processes on the Magnetic Properties of the Nd₂Fe₁₄B/alpha-Fe Nanocomposites*, Scientific Workshop "Materials for Electrical Engineering" MmdE 2006, June 15 – 17 2006, Bucharest

- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, E. A. Patroi, D. Patroi, M. Valeanu J. Pintea, A. Jianu, F. Lifei - *Influence of the Recrystallization Processes on the Structural and Magnetic Properties of the Nd₂Fe₁₄B/alpha-Fe Nanocomposites*, International Conference for Advanced Materials ROCAM 2006, September 11 – 14, 2006, Bucharest, in press in Journal of Optoelectronics and Advanced Materials

- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, J. Pintea, E. A. Patroi, D. Patroi, S. Hodorogea – *Applications of High Energy Magnetic Materials, the 4 International Conference for Materials and Manufacturing Technologies*, September 21 – 23, 2006, Cluj-Napoca.

- W. Kappel, D. Patroi, M. M. Codescu, E. A. Patroi, N. Stancu, J. Pintea - *Magnetic Nanocomposites based on NdFeB*, Romanian – German Workshop, October 26 – 27 2006, Bucharest

- F.Tolea, B. Popescu, M. Valeanu, A. Birsan - *Exchange Coupling Effect in R₂Fe₁₄B/a-Fe Nanocomposite Magnets (R=Nd, Pr)*, 7th International Balkan Conference on Applied Physics, Constanta, July 5-7, 2006

- H. Chiriac, M. Grigoras, M. Urse - *The Additions Effect on the Microstructure and Magnetic Properties of [NdFeB/M] 'n Thin Films*, Proceedings of the Materials For Electrical Engineering Conference - MmdE

2006 & ROMSC 2006, Bucharest, June 15-17, 2006, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, vol. 9, issue 4, 1165 – 8, 2007

- H. Chiriac, M. Grigoras, M. Urse - *The Co Content and Stratification Effect on the Magnetic Properties, Microstructure and Phase Evolution of [NdFeBNbCu/Co] x n Thin Films*, 10th Joint MMM-INTERMAG Conference, Baltimore, S.U.A, MD, January 7-11, 2007

- In cadrul **Targului International TIBCO 2006 Bucuresti**, la Salonul rezervat Cercetarii si Inventicii Romanesti, colectivul de cercetatori implicat in acest proiect a participat cu epruvete magnetice nanocompozite izotrope, pe baza de aliaje NdFeB, precum si cu o [Fisa de Produs](#) care descrie caracteristicile fizice si tehnico-functionale ale acestui nou material.

Concluzii

Se are in vedere utilizarea investigatiilor de tip DTA, corelate cu cele de difractie, in scopul restrangerii intervalului temperaturii de tratament termic si a stabilirii parametrilor optimi de procesare la cald a acestor aliaje.

Este in curs de executie instalatia experimentală de procesare la cald a aliajelor pe baza de pamanturi rare in scopul prepararii de materiale magnetice nanocompozite anizotrope.

In continuare, se are in vedere continuarea cercetarilor prin procesarea benzilor obtinute prin turnare pe tambur rotitor in sensul inducerii anizotropiei magnetice, prin compactare la cald urmata de o operatie deformare plastica la cald, ambele efectuate in atmosfera controlata, in timp foarte scurt (de ordinul minutelor) la temperaturi riguros controlate, determinate dupa efectuarea tratamentelor ioterme de recristalizare, precum si a unor analize de tip DTA.

Se va studia de asemenea, influenta si a altor elemente de aliere, favorabile dezvoltarii proprietatilor magnetice si procesului de compactare / deformare la cald: Pr, Dy, Ga, Al, Co.

“Nanocompozite anizotrope pentru magneti permanenti de foarte mare energie magnetica specifica (NANOMAG)”

ABSTRACT PROIECT. Proiectul si-a propus studierea proprietatilor fizice ale materialelor nanocristaline, cu potentiale aplicatii ca magneti permanenti anizotropi, de mare performanta. In particular, in nanomateriale magnetice, compuse dintr-o faza cu anizotropie magnetica pronuntata (numita material magnetic dur) si faza feromagnetica cu anizotropie magnetica redusa (numita material magnetic moale), adica in nanocompozite feromagnetice, are loc (prin interactie de schimb dintre cele doua faze) durificarea prin forte de schimb a fazei magnetic moale. Efectul global este o anizotropie magnetica mai mica a nanocompozitului (datorata distribuirii energiei de anizotropie a fazei dure pe intregul volum al nanocompozitului), cu o crestere concomitenta a magnetizatiei de saturatie - deci si a magnetizatiei remanente - a acestuia. Efectul cresterii magnetizatiei se reflecta imediat in densitatea teoretic maxima de energie magnetica ce se poate obtine cu astfel de nanocompozite: la nanocompozitul $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$ 50/50 izotrop magnetic s-ar putea obtine peste 200 kJ/m^3 si cu un nanocompozit anizotrop chiar 690 kJ/m^3 ! Sunt valori cu mult mai mari decit cele maxim previzibile pentru sistemele cunoscute (de ex. pentru magnetii $NdFeB$ sinterizati cu $\sim 500 \text{ kJ/m}^3$). Proiectul propus pleaca de la aceasta analiza si si-a propus sa obtina si sa studieze astfel de nanocompozite magnetic anizotrope, durificate prin interactie de schimb, utilizabile la obtinerea de magneti permanenti de foarte mare energie magnetica specifica.

REZULTATE PROIECT

S-au obtinut nanocompozite magnetice $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$, durificate prin efect de interactie de schimb (fig. 1), pornindu-se de la benzi de aliaj preparate prin procedeul

melt-spinning (fig. 2), recristalizate in diferite conditii de temperatura si durata de mentinere.



Fig. 1 Nanocompozite magnetice pe baza de $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$

S-a studiat efectul continutului de Fe, al parametrilor de procesare (temperatura, timp) asupra structurii cristaline (fig. 3), a topologiei si morfologiei nanograuntilor (fig. 4), precum si a proprietatilor magnetice ale nanocompozitelor rezultate (fig. 5).



Fig. 2 Benzi de aliaj pe baza de $NdFeB$, preparate prin procedeul *melt-spinning*

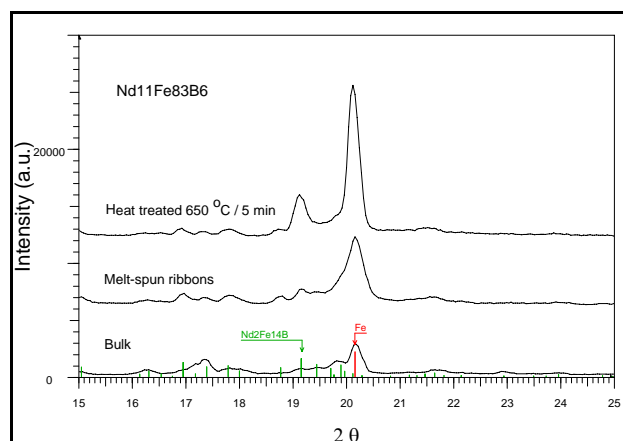


Fig. 3 Spectre de difractie raze X obtinute in cazul aliajului $Nd_{11}Fe_{83}B_6$ in stare masiva, sub forma de benzi si dupa recristalizarea acestora, timp de 5 min. la 650°C

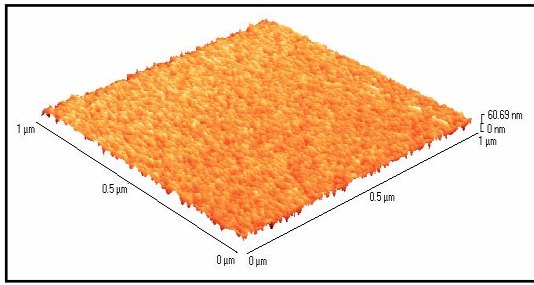


Fig. 4 Micrografie AFM a benzilor recrystalizate de aliaj $Nd_{11}Fe_{83}B_6$

Microstructura nanocompozitelor preparate este bifazica, constituita dintr-o faza magnetic dura: $Nd_2Fe_{14}B$ si o faza magnetic moale, $\alpha - Fe$, durificata prin efect de interactie de schimb.

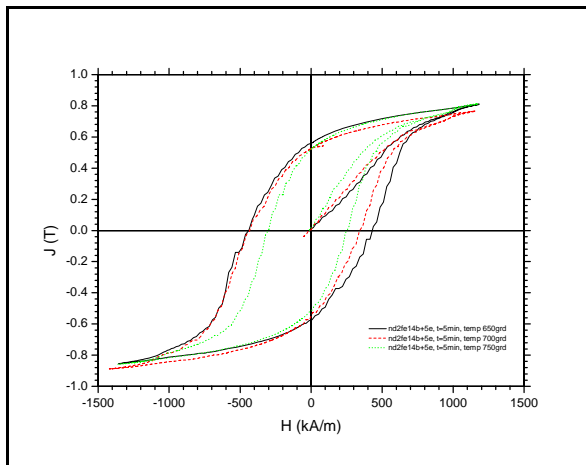
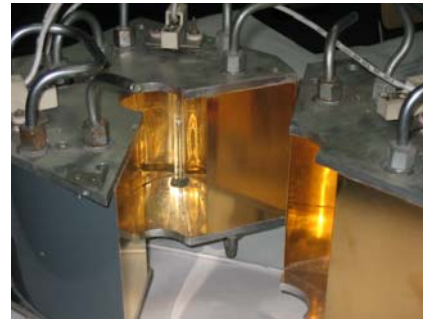


Fig. 5 Curbe de histerezis pentru nanocompozitele magnetic izotrope $Nd_{11}Fe_{83}B_6$, recrystalizate timp de 5 min. la diferite temperaturi

Principalele caracteristici magnetice obtinute au fost:

- Inductia remanenta $B_r > 0,7 T$
- Coercivitatea $H_{cJ} > 500 kA/m$;
- Raportul $M_r/M_s > 0,58$.

In scopul inducerii anizotropiei magnetice in precursorii pe baza de benzi de aliaj $NdFeB$, a fost proiectata si realizata o instalatie de deformare plastica la cald (fig. 6a), dotata cu un sistem de incalzire prevazut cu becuri de quart (fig. 6b).



a)

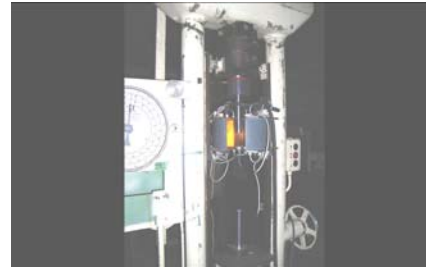


Fig. 6 Instalatia experimentală de deformare la cald a) cu sistemul de incalzire cu becuri de quart b)

Probele magnetice (fig. 7a) au fost pregatite utilizand dispozitivul Bond (fig. 7b), sub forma unor sfere. Anizotropia magnetica a fost evidentiata prin trasarea curbelor de histerezis la diferite unghiuri ale magnetizatiei cu campul aplicat, utilizand VSM.



a)



b)

Fig. 7 Probele sferice $NdFeB$ a) si dispozitivul Bond de preparare a probelor b)

S-a evidentiata o variatie a proprietatilor magnetice de cca. 30 % pentru inductia remanenta, de cca. 18 % pentru saturatie si de cca. 5 % pentru coercivitate.

Cercetarile au fost finantate de MedC – ANCS, prin proiectul CEEEX nr. 19/2005.

FISA PREZENTARE – proiect CEEX

| | |
|----------------------------------|--|
| Denumire program | Program Cercetare de Excelență - CEEX |
| Denumire modul | Modul I – Proiecte de Cercetare – Dezvoltare Complexe |
| Denumire arie tematică | Nanostiinte si Nanotehnologii, Materiale si Tehnici Noi de Procesare |
| Denumire proiect | NANOCOMPOZITE ANIZOTROPE PENTRU MAGNETI PERMANENTI DE FOARTE MARE ENERGIE MAGNETICA SPECIFICA (NANOMAG) |
| Director proiect | Prof. dr. W. Kappel |
| Date contact (tel., fax, e-mail) | 0744 548 939; kappel@icpe-ca.ro |
| Stadiul proiectului | In curs de finalizare |
| Pagina web | www.icpe-ca.ro, link Proiecte; Proiect CEEX 19/2005 NANOMAG |

Rezumat. Proiectul si-a propus studierea proprietatilor fizice ale materialelor nanocristaline, cu potentiale aplicatii ca magneti permanenti anizotropi, de mare performanta. In particular, in nanomateriale magnetice, compuse dintr-o faza cu anizotropie magnetica pronuntata (numita *material magnetic dur*) si faza feromagnetica cu anizotropie magnetica redusa (numita *material magnetic moale*), adica in nanocompozite feromagnetice, are loc (prin interactie de schimb dintre cele doua faze) durificarea prin forte de schimb a fazei magnetic moale. Efectul global este o anizotropie magnetica mai mica a nanocompozitului (datorata distribuirii energiei de anizotropie a fazei dure pe intregul volum al nanocompozitului), cu o crestere concomitenta a magnetizatiei de saturatie - deci si a magnetizatiei remanente - a acestuia. Efectul cresterii magnetizatiei se reflecta imediat in densitatea teoretic maxima de energie magnetica ce se poate obtine cu astfel de nanocompozite: la nanocompozitul $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$ 50/50 izotrop magnetic s-ar putea obtine peste 200 kJ/m^3 si cu un nanocompozit anizotrop chiar 690 kJ/m^3 ! Sunt valori cu mult mai mari decat cele maxim previzibile pentru sistemele cunoscute (de ex. pentru magnetii NdFeB sinterizati cu $\sim 500 \text{ kJ/m}^3$). Proiectul propus pleaca de la aceasta analiza si si-a propus sa obtina si sa studieze astfel de nanocompozite magnetic anizotrope, durificate prin interactie de schimb, utilizabile la obtinerea de magneti permanenti de foarte mare energie magnetica specifica. Parteneriatul format in cadrul proiectului realizeaza o sinergie a eforturilor si a competentei dobandite de grupurile de specialisti pentru promovarea cercetarii stiintifice in domeniul materialelor magnetice nanostructurate. Prin finantarea proiectului, s-a asigurat continuarea pe termen mediu si lung a unui important efort de cercetare, facilitat de folosirea eficienta a resurselor de laborator si a experientei existente. Pe langa obiectivul stiintific, proiectul NANOMAG si-a propus o afirmare si relationare internationala a acestui consortiu stiintific, pentru a oferi sanse cat mai mari de reusita in ocuparea unui loc stabil in structurile de cercetare performante din Europa. Grupurile de cercetare poseda deja o vasta experienta in cercetarea stiintifica in domeniu, precum si in formarea prin masterat si doctorat a tinerilor in domeniul stiintific al nanomaterialelor magnetice si nanotehnologiilor.

Gradul de noutate si complexitate. In practica, eforturile intreprinse pretutindeni pentru a prepara magneti nanocompoziti anizotropi, masivi, cu o densitate ridicata, au intampinat numeroase dificultati de ordin tehnologic timp de aproape 14 ani. Pana in 2003, materialele magnetice nu puteau fi realizate decat plecand de la pulberi sau benzi de aliaj NdFeB, cu valori mici ale energiei specifice: 10 – 20 MGOe. Proiectul propune *realizarea sistemelor nanocompozite anizotrope*, pe baza de PR-MT, care mai departe sa poata fi procesate in sensul obtinerii magnetilor permanenti nanocompoziti anizotropi. Prima dificultate tehnologica in a prepara magneti nanocompoziti de inalta performanta se refera la procedeul prin care ar trebui realizati magneti nanocompoziti masivi, densificati. Metoda clasica de sinterizare, la temperaturi mari, este exclusa, din cauza fenomenului de crestere excesiva a dimensiunilor grauntilor. A doua dificultate tehnologica se refera la modalitatea de a alinia nanograuntii. Metoda conventionala, de aliniere in camp magnetic, nu poate fi utilizata pentru particulele ce contin nanograunti. Pe de alta parte, un grad mare de densificare nu poate fi obtinut utilizand procedeul de presare la cald a aliajelor magnetice cu continut de pamant rar mai mic decat compozitia stoechiometrica. De asemenea, deformarea la cald fara fisuri a aliajelor magnetice nanocompozite este anevoioasa.

Prin proiectarea și executarea unei instalații experimentale de către INCDIE ICPE-CA, care să permită concomitent: (i) atmosfera inertă – vid / argon; (ii) aducerea la o temperatură relativ ridicată (700 – 900°C) (iii) într-un timp extrem de scurt (de ordinul minutelor) a aliajelor nanocompozite pe baza de PR-MT, și (iv) deformarea acestora considerăm ca *aceste dificultăți pot fi parțial surmontate*. Sistemul de încălzire proiectat și realizat în cadrul proiectului se bazează pe generarea unei cantități foarte mari de căldură cu ajutorul unor becuri plasate în focarele unor elipse, epruveta de deformat fiind plasată în focarul comun al acestora. El permite procesarea la cald a aliajelor prin deformare plastică, timpul scurt în care se generează cantitatea de căldură necesară deformării nepermițând apariția unor fenomene de nedorit, cum ar fi creșterea graunților sau fisurile. Considerăm ca prin aceste abordări, proiectul aduce o *contribuție semnificativă la rezolvarea unor probleme cheie, extrem de complexe* – cele legate de trecerea de la sistemele nanocompozite izotrope la sistemele nanocompozite anizotrope – în aria Nanostiintelor și Nanomaterialelor.

Avantajele materialelor nanocompozite utilizate pentru producerea de magneti permanenți sunt următoarele:

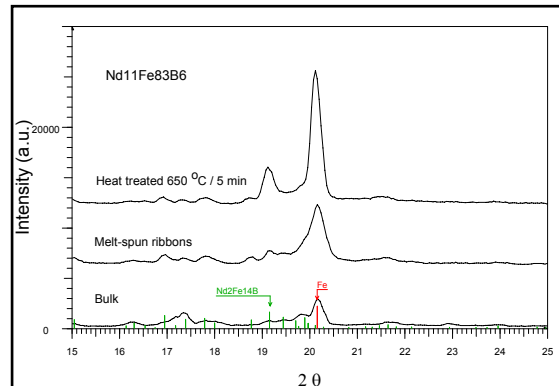
- conținutul în pamanturi rare poate fi cu 15 – 50 % mai scăzut decât cel existent în magnetii sinterizați sau aglomerați, pe baza de pamanturi rare;
- au un cost de producție mai redus, cu cca. 10 – 15 %, comparativ cu alte tipuri de magneti permanenți pe baza de pamanturi rare;
- performanțele magnetice sunt mai ridicate;
- rezistența la coroziune este mai ridicată, datorită conținutului redus de pamant rar (faza intergranulară la NdFeB, constituită în mare majoritate din pamanturi rare-cauza rezistenței mici la coroziune a acestor magneti-este înlocuită la aceste nanocompozite de α -Fe sau Fe_3B);
- au o *mai bună rezistență mecanică* (rezistență la rupere), datorită structurii cu nanograunți fini și a existenței unei faze relativ moi, α -Fe.

Gradul de protecție a rezultatelor obținute în cadrul proiectului. Rezultatele obținute până în prezent, prezentate și premiate în cadrul unor manifestări de prestigiu, permit elaborarea documentației necesare pentru o propunere de brevet de invenție. Este în lucru o astfel de propunere de brevet.

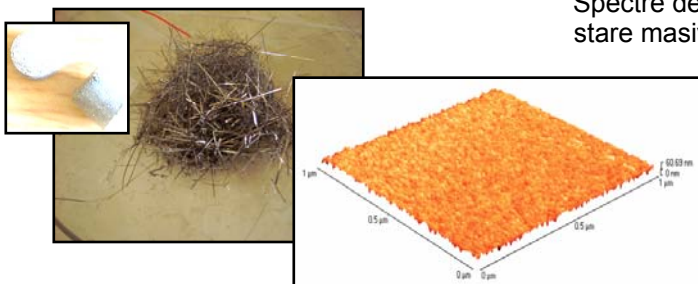
Gradul de competitivitate a rezultatelor obținute în cadrul proiectului. Până în momentul de față, după derularea primelor patru faze ale contractului NANOMAG s-au realizat materiale nanocompozite magnetice dure, izotrope (a se vedea rezultatele de mai jos), așa cum fusese prevăzut în Planul de realizare.

NANOCOMPOZITE MAGNETICE IZOTROPE DE TIP $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha$ -Fe, preparate *via melt-spinning*, tratamente termice de recrystalizare, cu raport Mr/Ms > 0.6

STRUCTURA ȘI MICROSTRUCTURA. Bifazică, compusă dintr-o fază magnetică dură: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ și o fază magnetică moale: α -Fe, durificată prin efectul interacției de schimb.



Spectre de difracție raze X pentru aliajul $\text{Nd}_{11}\text{Fe}_{83}\text{B}_6$ în stare masivă, benzi și după recrystalizare 650°C/5 min



Micrografie AFM a benzilor de aliaj $\text{Nd}_{11}\text{Fe}_{83}\text{B}_6$ tratate termic

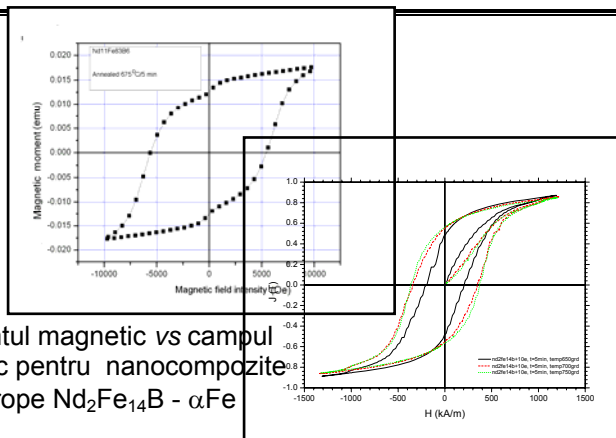
Benzi de aliaj $\text{Nd}_{11}\text{Fe}_{83}\text{B}_6$ obținute prin procedeul *melt-spinning* și magneti nanocompoziti izotropi

CARACTERISTICI MAGNETICE

- Inductie remanenta $B_r > 0,7$ T
- Coercivitate $H_{cJ} > 500$ kA/m;
- Raport $M_r/M_S > 0,60$ (daca raportul
- $M_r/M_S > 0,5$, rezulta nanocompozite
- magnetice, durificate prin efect interactie
- de schimb)



Momentul magnetic vs campul magnetic pentru nanocompozite izotrope $Nd_2Fe_{14}B - \alpha Fe$



Curbe de histerzis pentru nanocompozitele magnetice izotrope $NdFeB$ preparate in diferite conditii

Pentru fazele ulterioare s-a realizat deja sistemul de incalzire cu becuri de quart, pentru instalatia de presare / deformare la cald a aliajelor.

Gradul de viabilitate a proiectului. Crearea celui de-al doilea spin-off al INCIE ICPE-CA, in colaborare cu firma SC MICROELECTRONICA SA, si anume firma SC ROMNEOMAG SA, avand ca domeniu de activitate producerea si comercializarea magnetilor permanenti pe baza de pamanturi rare ofera cadrul ideal de *transfer direct*, dupa finalizarea activitatilor CD, a rezultatelor acestui proiect de in industrie.

Gradul de vizibilitate a rezultatelor obtinute in cadrul proiectului.

Rezultatele obtinute in cadrul proiectului au facut obiectul unor comunicari sau articole stiintifice in curs de elaborare.

- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu - *NdFeB Magnetic Nanocomposites*, Proc. of the 4th Nat. Conf. "New Research Trends in Material Science", ARM – 4, Constanta, 2005, p. 578 - 91
- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, J. Pintea, *Magnetic Nanocomposites based on NdFeB*, p. 120-128, Editors: N. M. Avram, V. Pop, R. Tetean, Ed. Universitatea de Vest Timisoara, 2005, ISBN 973-7608-41-0
- W. Kappel, M. M. Codescu, M. Valeanu, N. Stancu, J. Pintea, F. Lifei, A. Jianu, D. Patroi, E. Patroi - *Influence of the Recrystallization Processes on the Structure and Magnetic Properties of the $Nd_2Fe_{14}B/\alpha-Fe$ Nanocomposites*, Romanian Conference on Advanced Materials - ROCAM 2006, Bucharest, 2006, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, vol. 9 , nr. 5, 2007, ISSN 1454-4164
- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, E. Patroi, E. Manta, D. Patroi, S. Hodorogea, Preparation and Characterization of the Nanocomposites based on $RE_2TM_{14}B/\alpha-Fe$, Proc. of National Conference "New Research Trends in Material Science" ARM – 5, p. 871, Sibiu, 5 – 7 September 2007
- W. Kappel, M. M. Codescu, N. Stancu, E. Patroi, E. Manta, D. Patroi, S. Hodorogea, Structural and Magnetic Properties of Nanocomposites based on $RE_2TM_{14}B/\alpha-Fe$, European Congress on Advanced Materials and Processes, Nürnberg, Germany, 10 - 13 September 2007

Carti

- „*Materiale magnetice*”, autori: H. Gavrilă, W. Kappel, M. M. Codescu, Ed. Printech, 2005, ISBN 973-718-354-1
- „*Magneti permanenti pe baza de NdFeB*”, autori: M. M. Codescu, W. Kappel, N. Stancu, Ed. Printech, 2006
- „*Magneti permanenti*”, autori: W. Kappel, M. M. Codescu, S. Jipa, Ed. Printech, 2006

Lectii invitate

- W. Kappel, *Applications of High Performance Permanent Magnets*, a IV-a Conferinta Internationala de Materiale si Tehnologii de Fabricatie, 21 – 23 Septembrie 2006, Cluj-Napoca

- W. Kappel, *Applications of High Energy Density Permanent Magnets*, Scoala Europeana de Magnetism, 10 - 18 Septembrie 2007, Cluj-Napoca.

Brevet. Pe baza rezultatelor obtinute a fost depusa la OSIM (dosar OSIM nr.A/00851/05.11.2008) o propunere de proiect: „*Magneti permanenti nanocompoziti izotropi si procedeu de obtinere*”, autori: Kappel W., Codescu M. M., Patroi E., Stancu N., Manta E., Filoti G., Kuncser V., Valeanu M. C., Tolea F., Schinteie G. A.

Premii. O mentiune deosebita se cuvine lucrarii: **High energy density magnetic materials for electronic packaging**, autori: Wilhelm Kappel, Mirela Maria Codescu, Nicolae Stancu, Jana Pintea, Eros Patroi, D. Patroi a fost prezentata ca poster la 1st Electronic Systemintegration Technology Conference ESTC2006, care a avut loc in perioada 5 – 7 Septembrie 2006 la Dresda, Germania. Lucrearea a fost redactata si transmisa Comitetului de Organizare a Conferintei. Acest poster a obtinut premiul pentru cea mai buna prezentare poster, pe langa diploma (v. foto extras din site-ul conferintei ESTC 2006) fiind premiata cu 1000 Euro.

CONGRATULATIONS TO OUR AWARD WINNERS



Proiectul a fost premiat cu **Premiul II al Autoritatii Nationale pentru Cercetare Stiintifica**, in calitate de director de proiect, pentru proiectul CEEEX nr. 19 / 2005 „*Nanocompozite anizotrope pentru magneti permanenti de foarte mare energie magnetica specifica*” – NANOMAG” (v. foto)



Rezultatele obtinute in proiectul NANOMAG au stat la baza realizarii unei **lucrari de dizertatie** – “*Materiale Magnetice Nanocompozite NdFeB*” - a masterandei Patroi Delia, in sesiunea din iulie 2007, in cadrul UPB – Facultatea de Electrotehnica.

Perspective de colaborare internationala. INC DIE ICPE-CA Bucuresti are stabilite, de asemenea, trei Protocoale de Colaborare Stiintifica cu Institutul National de Electrotehnica "Galileo Ferraris" din Torino (Italia): "*Preparation and Characterization of Hard Magnetic Materials*", "*Magnetoresistance and Magnetic Interactions in Magnetic Layered Thin Films*", si "*Developed of Advanced Method of Characterization of Soft and Hard Magnetic Materials*", in cadrul carora sunt prevazute activitati comune si sprijin in prepararea si caracterizarea materialelor magnetice (dure si moi) si cu efect de magneto-rezistenta gigant.

De asemenea, in luna septembrie 2006, INC DIE ICPE – CA Bucuresti a depus impreuna cu CISRI Beijing (Republica China) un proiect de Acord Bilateral de Colaborare Stiintifica, tema fiind „*NdFeB Nanocomposites for Anisotropic Permanent Magnets*”, propunere aprobata deja.

Pe aceasta tema – a materialelor magnetice dure nanocompozite – este in curs de elaborare si semnare un Protocol de Colaborare Stiintifica cu Institutul Unificat de Cercetari Nucleare Dubna (Federatia Rusa).

Impactul tehnico-economic si social estimat la implementarea proiectului. Potentialii utilizatori pentru nanocompozitele anizotrope ce se vor realiza in urma derularii proiectului sunt, pe de o parte producatorii de materiale magnetice (SC SINTEROM SA Cluj-Napoca, de exemplu), fie producatorii de echipamente ce utilizeaza magnetii permanenti de foarte mare energie magnetica specifica in diverse circuite magnetice, cu functionare la temperaturi ridicate: motoare electrice, generatoare, sau in conditii agresive de mediu, in aplicatii din industria chimica: cuplaje pentru pompe etanse, circuite magnetice utilizate pentru deparafinarea conductelor de titei sau diverse alte aplicatii: actuatoare, traductoare, circuite de prindere, dispozitive pentru microunde, in comunicatii, transfer de putere in sistem *wireless*, etc. Viata in ziua de astazi ar fi de neimaginat fara materialele magnetice, acestea fiind utilizate pretutindeni in viata cotidiana: in automobile, telefoane, microfoane, televizoare si aparate video, in CD si DVD *drives*, in difuzoare si calculatoare. Finalizarea lucrarilor propuse va permite continuarea lucrarilor de CD pina la elaborarea unei tehnologii de fabricatie. In aceasta ipoteza se pot cuantifica unele efecte economice, atat la beneficiarul tehnologiei, cat si la beneficiarul de produs (constructorul de echipament):

-la primul, efectele benefice sînt legate de economia de energie si de materii prime: energia consumata aici este de cel mult 50% fata de cea consumata la magnetii sinterizati (provenind de la eliminarea unui lung (cca. 2 ore) tratament de sinterizare la temperaturi relativ ridicate (cca. 1080°C), de asemenea produsul este mai competitiv economic (are numai un continut scazut de pamint rar la o densitate marita de energie magnetica); la un surplus de 50% Fe, Nd ar fi redus cu cca 50%, ceea ce ar trebui sa scada pretul de productie la jumătate fata de NdFeB sinterizat, adica de la cca 60 Euro/kg la cca 30 Euro/kg. Aceasta inseamna la o productie la nivelul necesarului actual al Romaniei, de cca 5500 kg/an, o economie de 165.000 Euro/an sau o crestere a profitului cu maxim aceeasi suma!

- la beneficiarul de produs apare un efect imediat cuantificabil: magnetii dezvoltati poseda o energie magnetica specifica cu cca 33% mai mare decit cei sinterizati, ceea ce echivaleaza cu o reducere echivalenta a volumului magnetului permanent ; beneficiarul isi poate creste profitul cu maxim aceeasi cantitate sau poate sa vinda produse mai competitive, cu gabarit micorat, cu performante tehnice superioare sau sa dezvolte produse cu totul noi.

Impactul asupra mediului. Spre deosebire de tehnicile clasice (de turnare in aer sau prin metode specifice metalurgiei pulberilor), in care se elibereaza in mediu diferite noxe, pulberi fine, substante volatile, tehnica de procesare a aliajelor propusa de proiect este o *tehnica ecologica, fara impact negativ asupra si a mediului de lucru* si, in general, a *mediului inconjurator*, contribuind astfel la conservarea acestuia. *Sunt indeplinite astfel conditiile privitoare la protectia si calitatea mediului de lucru*, inclusiv cele ce privesc bioetica si biosecuritatea. Datorita energiei magnetice specifice sensibil mai mari, in practica industriala se vor putea realiza aceleasi efecte (aceeasi inductie intr-un intrefier dat, aceeasi energie magnetica intr-un volum mai mic) cu volume mai mici (cu cca. 33%) de magneti permanenti si consum mai mic de energie, atat la producator, cit si la utilizator, ceea ce este echivalent cu economisirea resurselor naturale- o *conditie de protectie a mediului si un principiu fundamental al dezvoltarii durabile*. Prin modernizarea si calitatea materialelor dezvoltate proiectul poate contribui la *sustinerea si accelerarea integrarii, din punct de vedere stiintific si tehnologic, in spatiul Uniunii Europene*. Prin modernizarea si calitatea materialelor dezvoltate proiectul poate contribui la *sustinerea si accelerarea integrarii, din punct de vedere stiintific si tehnologic, la spatiul Uniunii Europene*.



MINISTERUL EDUCAȚIEI,
CERCETĂRII ȘI TINERETULUI

EXCELENȚĂ ÎN CERCETARE



2007

ANCS

AUTORITATEA NAȚIONALĂ
PENTRU
CERCETARE ȘTIINȚIFICĂ



Se acordă

PREMIUL II

PENTRU PROIECTE DE CERCETARE DEZVOLTARE COMPLEXE

ARIA TEMATICĂ - NANOSTIINȚE ȘI NANOTEHNOLOGII, MATERIALE ȘI PROCESSE NOI DE PRODUCȚIE

pentru proiectul

**nanocompozite anizotrope pentru magneti permanenți de foarte
mare energie magnetică specifică (NANOMAG)**

PREȘEDINTE
Anton ANTON



ESTC 2006

1st Electronics Systemintegration Technology Conference
September 5th to 7th, 2006, Dresden, Germany

presents to

Wilhelm Kappel, Mirela M. Codescu, Nicolae Stancu,
Jana Pintea, Eros Patroi
(Incdie ICPE-CA, ROMANIA)

the ESTC 2006 Best Poster Award

for the poster

High Energy Density Magnetic Materials for Electronic Packaging

Klaus-Jürgen Wolter
General Chair

