

REZUMATUL ETAPEI nr.1 (03.08.2020-31.12.2020)

În această etapă a proiectului ne-am propus să preparăm nanopulberi $Ce_{14}Fe_7Co_4B_6$ prin crio-măcinarea benzilor precursorare $Ce_{14}Fe_7Co_4B_6$ cu structură nanocristalină, în azot lichid (LN_2). În acest sens mai întâi am preparat aliajul de bază prin topirea în arc electric a elementelor constituente Ce, Fe, Co și B, având puritatea de cel puțin 99,9%. Alierea elementelor s-a realizat în atmosferă de Ar, după vidarea în prealabil a incintei de topire la o presiune de 10^{-5} mbar și spălarea acesteia în flux de Ar, de 4 ori înaintea începerii topirii, cu scopul evitării formării oxidurilor. Aliajului a fost supus unui număr de 4 operații de retopire pentru o bună omogenizare. Astfel, au fost preparate lingouri omogene cu compoziția $Ce_{14}Fe_7Co_4B_6$ și masă cuprinsă între 20-25 g. Lingourile au fost împărțite în eșantioane de aproximativ 5 g din care am preparat ulterior, benzi amorfe prin răcire ultrarapidă din topitură. Prin această tehnică se pot obține atât benzi amorfe cât și benzi nanocristaline. Scopul nostru a fost acela de a obține benzi amorfe prin răcire ultrarapidă, care ulterior au fost transformate controlat în benzi nanocristaline, prin tratamente termice. Tratamentul termic optim (700 °C, 20 minute, în vacuum de 2×10^{-6} mTorr) a condus la înlăturarea unor efecte nedorite cum ar fi: existența unei distribuții neuniforme a speciilor atomice generată de particularitățile solidificării pe discul de răcire, existența unei distribuții neomogene a germinilor cristalini (existența lor cu preponderență pe suprafața liberă a benzilor, datorită gradientului termic la solidificarea pe discul de răcire) și la formarea unei structuri cristaline omogene și rafinate, în domeniul nanometric, structură asociată cu manifestarea de proprietăți magnetice superioare.

Benzile nanocristaline au fost transformate în nanopulberi prin măcinare criogenică în azot lichid, utilizând o moară planetară Retsch PM 200 cu două incinte de măcinare (mojare) care permit măcinarea în atmosferă controlată. Pentru a asigura temperatura criogenică pe tot parcursul măcinării, periodic, procesul de măcinare a fost întrerupt pentru a se realiza încărcarea parțială a mojarelor cu azot lichid. Întrucât dezideratul nostru a fost acela de a reduce dimensiunea pulberilor la dimensiunii nanometrice păstrând nealterate proprietățile magnetice, procesul de macinare a fost optimizat prin intermediul parametrilor de măcinare (timp, energie, raport masic bile-pulbere). Nanopulberile obținute au fost caracterizate morfologic, structural, compozițional și magnetic în mod sistematic. După optimizarea parametrilor de măcinare (timp de măcinare (t_m) la valoarea de 420 min, viteza de rotație a mojarelor (ω) la valoarea de 400 rot/min, viteza de rotație a platanului (Ω) la valoarea de 200 rot/min și raportul masic: bile/material la valoarea de 10:1) am reușit să reducem dimensiunea particulelor până la aproximativ 150 nm păstrând în același timp atât structura cât și proprietățile magnetice la nivelul celor obținute în benzile nanocristaline precursorare, mai exact la coercivități de 6,15 kOe, remanență de 75,9 emu/g și produs energetic de 8.11 MGOe, la temperatura camerei.

În concluzie, obiectivele acestei etape au fost realizate în totalitate, ceea ce ne permite abordarea activităților din etapa următoare.