

## REZUMATUL ETAPEI nr.2 (01.01.2021-31.12.2021)

**Prima țintă cheie** a etapei, a fost, acoperirea prin metoda co-precipitării chimice a nanopulberilor  $Ce_{14}(Fe_{78}Co_2)B_6$  obținute în prima etapă a proiectului, cu un „înveliș” de  $Fe_{65}Co_{35}$  cu grosime controlată. În acest sens, mai întâi, nanopulberile  $Ce_{14}(Fe_{78}Co_2)B_6$  au fost investigate în vederea identificării posibilei oxidări în timp, știut fiind faptul că elementele pământ rar (în speță Ce) sunt foarte reactive în aer chiar și la temperatura camerei. Înlăturarea stratului superficial de oxid s-a realizat prin tratamente de suprafață cu soluții de acid clorhidric în etanol, cu diferite concentrații. Paralel, cu aceste activități s-a stabilit metodologia obținerii învelișului de  $Fe_{65}Co_{35}$  prin co-precipitare utilizând cantități cunoscute de reactanți, în speță: clorură feroasă ( $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ ) și acetat de cobalt ( $Co(CH_3CO_2)_2 \cdot 4 H_2O$ ) care au fost mojarati împreună. Pulberea rezultată a fost adăugată sub agitare mecanică peste etilenglicol încălzit în prealabil, după care s-a adăugat NaOH solid, ca agent de precipitare, și s-a mixat continuu. Pulberile obținute au fost separate magnetic, spălate cu alcool etilic și uscate în etuvă. În funcție de raportul reactanților, pulberile FeCo sintetizate, au prezentat o variație compozițională care a fost optimizată pentru Fe 65% at. și Co 35% at. Dimensiunea pulberilor a fost controlată prin intermediul timpului de reacție. Astfel am obținut pulberi  $Fe_{65}Co_{35}$  (care reprezintă viitorul înveliș pentru pulberile  $Ce_{14}(Fe_{78}Co_2)B_6$ ) cu următoarele valori ale parametrilor de histerezis  $H_c=155$  Oe,  $M_s=224$  emu/g și  $M_r=12.8$  emu/g.

Odată stabilită tehnica de preparare și control a viitorului strat de acoperire, s-a trecut la activitatea focalizată pe acoperirea pulberilor, care reprezintă a **doua țintă cheie a etapei**. Acoperirea particulelor hard-magnetice ( $Ce_{14}(Fe_{78}Co_2)B_6$ ) cu înveliș soft-magnetic ( $Fe_{65}Co_{35}$ ) și obținerea structurii „core-shell” s-a realizat urmând protocolul de sintetizare a particulelor FeCo, descrisă mai sus, cu mențiunea ca pulberile au fost ultrasonate pe toată perioada de reacție, în vederea fi acoperirii în mod independent și nu sub forma de aglomerate. Au fost obținute și studiate nanopulberi „core-shell”  $Ce_{14}Fe_{76}Co_4B_6 / Fe_{65}Co_{35}$ , cu diferite grosimi ale stratului soft magnetic. Caracterizarea morfologică, structurală, compozițională și magnetică în mod sistematic, a constituit „feedback-ul” necesar optimizării grosimi startului de înveliș, care a fost stabilit pentru valoare de 8 nm.

**A treia țintă cheie** a etapei a reprezentat-o prepararea de magneți permanenți din pulberile „core-shell”-  $Ce_{14}Fe_{76}Co_4B_6 / Fe_{65}Co_{35}$ . Pentru compactizare s-a ales metoda „Spark Plasma Sintering”, în matriță de grafit cu diametrul de 10 cm situată în incintă vidată (presiunea de lucru  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar). Temperatura la care are loc compactizarea s-a măsurat cu un termocuplu situat în zona activă a matriței. Pe durata compactizării se aplică pulsuri de curent (800 A) la intervale de 2 ms. Presiunea aplicată pulberilor conduce la închiderea spațiilor dintre particule producând și o frecare între particule. Căldura generată prin închiderea acestor spații coroborată cu căldura datorată efectului Joule, dat de trecerea curentului prin probă precum și descărcările locale între particule topește superficial suprafața particulelor, conducând la conectarea eficientă a particulelor și la obținerea de magneți permanenți de mare densitate. Am obținut astfel magneți

sub formă de discuri cu diametru de 10 mm și grosimi între 3-5 mm. **Proprietățile magnetice ale magneților permanenți** sunt puternic influențate de parametrii de sinterizare: presiune, temperatură și timp de sinterizare. În urma analizei datelor, pentru valorile Hc, Ms și Mr pentru magneții  $Ce_{14}Fe_{76}Co_4B_6$  /  $Fe_{65}Co_{35}$ , parametrii procesului spark plasma sintering, au fost optimizați pentru: temperatura de sinterizare  $650^{\circ}C$ , timp de sinterizare de 5 min și presiune de sinterizare 80 MPa. Astfel, datorită realizării unui cuplajul de schimb puternic între fazele magnetice, am reușit să obținem magneți permanenți cu proprietăți magnetice superioare pulberilor precursorare ( $Ce_{14}Fe_{76}Co_4B_6$ ).

Rezultatele obținute în cadrul acestei faze permit aprecierea faptului că obiectivele propuse au fost realizate în totalitate.