Proiect nr. 70PED din 03/01/2017 (PN-III-P2-2.1-PED-2016-0451)

PREDETERMINAREA PIERDERILOR DE ENERGIE PENTRU PROIECTAREA ÎMBUNATĂȚITĂ A MIEZURILOR NANOCOMPOZITE MAGNETICE MOI ÎN APLICAȚII AVÂND GAME EXTINSE DE FRECVENȚE

Acronim: ELIDEF

Raport științific și tehnic

Etapa I: Elaborarea modelului conceptual, proiectarea si realizarea demonstratorului experimental

Termen: 15 decembrie 2017

Director de proiect: Prof. univ. dr. ing. **Valentin IONIȚĂ** (Universitatea Politehnica din București)

<u>Cuprins</u>

Livrabil	Pag.
D.I.1 - Specificatii pentru modelul conceptual al demonstratorului	1
experimental (Raport stiintific)	4
D.I.1.1. Identificarea restrictiilor dimensionale si functionale, selectarea	1
solutiilor alternative conceptuale.	4
D.I.1.2. Analiza tehnico-economica a solutiilor identificate si definitivarea	16
modelului conceptual.	10
D.I.2. Specificatii pentru experimentele de implementare a conceptului de	26
predeterminare a pierderilor (Raport stiintific)	20
D.I.3. Proiectarea, simularea, optimizarea si realizarea modulelor de	28
producere si masurare a campului magnetic (Raport tehnic)	20
D.I.3.1. Proiectarea bobinei de excitatie si a circuitului de alimentare,	
proiectarea bobinei de masura si a circuitului de achizitie a datelor	28
experimentale, simularea si optimizarea numerica a circuitului	20
magnetic.	
D.I.3.2. Realizarea proiectului de executie a subansamblelor.	50
D.I.3.3. Realizarea structurii mecanice, a bobinei de excitatie, a bobinei de	
masura si a circuitelor de alimentare, masura si achizitie a datelor	56
experimentale.	
D.I.3.4. Elaborare si implementare suport software pentru achizitia,	65
vizualizarea si prelucrarea datelor experimentale.	05
D.I.4. Selectia materialelor, fabricarea miezurilor SMnC si caracterizarea	69
lor experimentala (Raport tehnic)	07
D.I.4.1. Selectarea tipurilor de miezuri magnetice si de materiale	69
componente specifice diverselor aplicatii si game de frecventa.	07
D.I.4.2. Identificarea cerintelor tehnologice si de materiale pentru fabricatia	86
nanopulberilor si a miezurilor SMnC dorite.	00
D.I.4.3. Producerea nanoparticulelor, a pulberilor mixate si realizarea	96
miezurilor SMnC.	70
D.I.4.4. Masurarea parametrilor si curbelor de magnetizare cuasi-statice	109
pentru nanopulberi si esantioane din compozitele realizate.	107
D.I.5. Diseminarea rezultatelor privind conceptia si realizarea	112
demonstratorului experimental (Raport de diseminare)	112

<u>Planul de realizare</u> inițial a fost integral îndeplinit, la activități participând cei doi parteneri:

CO. Universitatea Politehnica din București

P1. Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE - CA București

Activitățile și contribuțiile fiecărui partener sunt sintetic prezentate în continuare.

A.I.1. Stabilire cerinte/performante impuse demonstratorului experimental

- **CO** Identificarea restrictiilor dimensionale si functionale, selectarea solutiilor alternative conceptuale.
- P1 Analiza tehnico-economica a solutiilor identificate si definitivarea modelului conceptual.

A.I.2. Proiectare experimente

CO - Proiectarea experimentelor necesare identificarii parametrilor de material si validarii conceptului predeterminarii pierderilor.

A.I.3. Proiectare module de producere si masurare a campului magnetic

- **CO** Proiectarea bobinei de excitatie si a circuitului de alimentare, proiectarea bobinei de masura si a circuitului de achizitie a datelor experimentale, simularea si optimizarea numerica a circuitului magnetic.
- **P1** Realizarea proiectului de executie a subansamblelor.

A.I.4. Realizare module de producere si masurare a campului magnetic

- **P1** Realizarea structurii mecanice, a bobinei de excitatie, a bobinei de masura si a circuitelor de alimentare, masura si achizitie a datelor experimentale.
- **CO** Elaborare si implementare suport software pentru achizitia, vizualizarea si prelucrarea datelor experimentale.

A.I.5. Proiectare miezuri magnetice moi nanocompozite (SMnC)

- **CO** Selectarea tipurilor de miezuri magnetice si de materiale componente specifice diverselor aplicatii si game de frecventa.
- **P1 -** Identificarea cerintelor tehnologice si de materiale pentru fabricatia nanopulberilor si a miezurilor SMnC dorite.

A.I.6. Realizare miezuri SMnC dedicate demonstratorului experimental

- P1 Producerea nanoparticulelor, a pulberilor mixate si realizarea miezurilor SMnC.
- **CO** Masurarea parametrilor si curbelor de magnetizare cuasi-statice pentru nanopulberi si esantioane din compozitele realizate.

A.I.7. Diseminarea rezultatelor

- **CO** Elaborarea unor lucrari stiintifice propuse pentru prezentarea la conferinte internationale si/sau spre publicare in reviste de specialitate, actualizarea paginii WEB a proiectului.
- $\ensuremath{P1}$ Elaborarea unor lucrari stiintifice propuse spre publicare in reviste de specialitate.

<u>**Rezultatele obținute**</u> sunt prezentate în cele 5 rapoarte de cercetare (livrabile) prevăzute în Planul de realizare. Conținutul lor este sintetizat în cele ce urmează.

D.I.1 - SPECIFICAȚII PENTRU MODELUL CONCEPTUAL AL <u>DEMONSTRATORULUI EXPERIMENTAL</u> (Raport științific, CO+P1)

Raportul conține rezultatele activității A.I.1 din Planul de realizare:

A.I.1. Stabilire cerinte/performante impuse demonstratorului experimental

- **CO** Identificarea restrictiilor dimensionale si functionale, selectarea solutiilor alternative conceptuale.
- **P1** Analiza tehnico-economica a solutiilor identificate si definitivarea modelului conceptual.

La activități au participat cei doi parteneri:

- CO. Universitatea Politehnica din București
- P1. Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE CA București

D.I.1.1. Identificarea restricțiilor dimensionale și funcționale, selectarea soluțiilor alternative conceptuale

Studiul tehnic pornește de la identificarea unor soluții constructive ce vor fi oferite partenerului P1-ICPE-CA pentru analiza economică și implementarea practică, în vedere realizării demonstratorului experimental.

Echipa CO-UPB a analizat pe de o parte construcția cu un singur jug (fig. 1a), respectiv cu două juguri simetrice (fig. 1b). De asemenea, s-au analizat și diverse soluții de plasarea a bobinelor de excitație pentru a obține un câmp magnetic uniform în materialul investigat și suficient de puternic pentru a-l putea satura.





Fig. 1a. Soluția constructivă cu un singur jug.

Fig. 1b. Soluția constructivă cu două juguri simetrice.

În raport cu soluțiile constructive oferite de partenerul P1-ICPE-CA s-au realizat o serie de simulări care să ne ofere o imagine asupra posibilităților tehnice de realizare a demonstratorului experimental. În toate cazurile se consideră un întrefier tehnologic de circa 0.1 mm datorat prelucrărilor mecanice ale materialelor investigate. Astfel s-au folosit trei construcții ale jugului: jug din material denumit generic Fe_moale cu lungimile coloanelor de 8 cm, respectiv 6 cm (fig. 1), jug de construcție specială realizat din ferită (fig. 2). Acesta are o geometrie specială, iar pentru a avea o secțiune echivalentă în studiul 2D, dar și pentru a păstra secțiunea constantă de 11,4 mm am ales o adâncime a problemei de 8 mm.



Fig. 2. Echivalarea secțiunilor pentru miezul de ferită

În conformitate cu tematica proiectului de cercetare, toate simulările au fost realizate pentru trei frecvențe de lucru: 0 Hz, 50 Hz, respective 400 Hz.

Iată în continuare situațiile investigate și rezultatele obținute:

<u>Soluția 1</u>: jugul realizat din *Fe_moale* (a cărui curbă de magnetizare a fost determinată experimental – fig. 3), laminat în plan cu o grosime de laminare de 10 mm și un factor de laminare de 1; materialul de investigat este realizat din același tip de material. S-au realizat două variante constructive cu coloana jugului de 8 cm, respectiv de 5 cm. Înfășurările de excitație sunt plasate pe materialul de investigat (fig. 4), iar această soluție constructivă permite realizarea unei bobine de 900 Asp.



Fig. 3. Curba de magnetizare a materialului "Fe_moale".



Fig. 4. Geometria dispozitivului cu jug de Fe_moale și bobine plasate pe materialul investigat.

Simulările numerice pentru cele 3 frecvențe alese sunt prezentate în figurile 4-7, pentru cele două soluții constructive.



Fig. 5. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru Soluția 1, coloana de 8 cm (stânga), respectiv 5 cm (dreapta) la o frecvență de alimentare de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig. 6. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru Soluția 1, coloana de 8 cm (stânga), respectiv 5 cm (dreapta) la o frecvență de alimentare de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig. 7. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru Soluția 1, coloana de 8 cm (stânga), respectiv 5 cm (dreapta) la o frecvență de alimentare de 400 Hz a bobinelor de excitație.

Pentru fiecare caz studiat s-au indicat spectrul valorilor intensității câmpului magnetic, precum și valorile principalelor mărimi de interes în mijlocul materialului de investigat.

2. <u>Soluția 2</u>: jugul realizat din *Fe_moale*, laminat în plan cu o grosime de laminare de 10 mm şi un factor de laminare de 1. Materialul investigat însă este studiat în trei variante: *Fe_moale*, un material magnetic liniar cu permeabilitatea relativă de 5, respectiv un material neliniar din librăria FEMM denumit *M15-Steel* (a cărui curbă de magnetizare este indicată în figura 8). Aceasta este de tip laminat cu grosimea de laminare de 0,635 mm şi cu factor de laminare de 0,98. Înfășurările de excitație sunt plasate pe coloanele jugului a căror lungime este constantă de această fată (8 cm)(fig. 9), iar această soluție constructivă permite realizarea unei bobine de 1080 Asp.



Fig. 8. Curba de magnetizare a materialului "M15-Steel".



Fig. 9. Geometria dispozitivului cu bobinele plasate pe coloanele jugului.

În figura 10 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din Fe_moale .

În figura 11 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din material liniar cu $\mu_r = 5$.



(a)











Fig. 10. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind Fe_moale ca material investigat.



Fig. 11. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind materialul investigat liniar cu μ_{t} =5.

În figura 12 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din *M-15 Steel*.





Fig. 12. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind materialul investigat *M-15 Steel.*

Tot pe această soluție constructivă s-au testat și alte două aspecte tehnologice: influența faptului că materialul de tip Fe_moale sau M-15 Steel este laminat sau nelaminat, respectiv influența simetriei constructive (considerarea a două coloane).

În figura 13 sunt prezentate simulările numerice pentru frecvențele de 0 Hz, respectiv 400 Hz folosind materialul de investigat din *M-15 Steel* nelaminat.



Fig. 13. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), respectiv 400 Hz (b) folosind *M-15 Steel* ca material investigat.

În figura 14 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din Fe_moale nelaminat.





Fig. 14. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind *Fe_moale* nelaminat ca material investigat.

În figura 15 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din *Fe_moale*, dar constructiv folosind doar 2 coloane.







Fig. 15. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind *Fe_moale* ca material investigat și două juguri.

Ultimele cazuri investigate pornesc de la miezul de ferită descris la începutul raportului. Geometria problemei utilizată în simulări ulterioare poate fi urmărită în figura 16. Se poate observa că înălțimea destul de redusă a jugurilor miezului determină o reducere a lungimii bobinelor de excitație. De aceea simulările au fost realizate fie cu o solenație de 360 Asp, fie de 450 Asp. În acest caz s-a pornit din start cu soluția constructivă a bobinelor de excitație plasate pe coloane.

Și în aceste cazuri s-au investigat cele 3 frecvențe de lucru considerând pe rând două tipuri de material investigat:

3. <u>Soluția 3</u>: materialul de investigat realizat din *Fe_moale* laminat cu grosimea de laminare de 8 și factorul de laminare 1.

În figura 17 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din *Fe_moale*, pentru miezul de ferită pentru solenația de 360Asp.



Fig. 16. Geometria dispozitivului cu jug de ferită





Fig. 17. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind Fe_{moale} laminat ca material investigat și jugul din ferită, solenația de 360 Asp.

În figura 18 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat din *Fe_moale*, pentru miezul de ferită pentru solenația de 450Asp.





Fig. 18. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind Fe_moale laminat ca material investigat și jugul din ferită, solenația de 450 Amsp.

4. <u>Soluția 4</u>: materialul de investigat realizat din material liniar cu μ_r =5, laminat cu grosimea de laminare de 8 și factorul de laminare 1.

În figura 19 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat cu μ_r =5, pentru miezul de ferită pentru solenația de 360Asp.

În figura 20 sunt prezentate simulările numerice pentru cele 3 frecvențe studiate folosind materialul de investigat cu μ_r =5, pentru miezul de ferită pentru solenația de 450Asp.

Pentru o vizualizare mai bună a rezultatelor obținute în toate aceste cazuri investigate, în Tabelul 1 sunt trecute valorile intensității câmpului magnetic în centul materialului investigat pentru cele 3 frecvențe studiate.

Valori H [A/m] in centrul eșantionului (parte reala si imaginara)				
Caz studiat	f = 0	f = 50 Hz	f = 400 Hz	
Soluția 1 (8 cm coloană)	15178	8254+I*679	9058+I*675	
Soluția 1 (5 cm coloană)	15310	9661+I*573	10285+I*512	
Soluția 2 (Fe_moale)	17968	9056+I*160	8455+I*583	
Soluția 2 (μ_r =5)	19577	18518+I*997	15901+I*2413	
Soluția 2 (M-15 Steel)	17967	18275+I*1546	19268+I*611	
Soluția 3 (solenație 360 Asp)	78	94-I*3	87-I*24	
Soluția 3 (solenație 450 Asp)	84	101-I*3	96-I*21	
Soluția 4 (solenație 360 Asp)	12224	12219+I*19	12307+I*215	
Soluția 4 (solenație 450 Asp)	15103	15095+I*12	15178+I*172	

Tabelul 1. Valorile intensității câmpului magnetic și ale inducției magnetice în mijlocul eșantionului pentru cazurile studiate.

Valori B [mT] in centrul eșantionului (parte reala si imaginara)				
Caz studiat	f = 0	f = 50 Hz	f = 400 Hz	
Soluția 1 (8 cm coloană)	1913	528-I*616	194-I*230	
Soluția 1 (5 cm coloană)	1914	395-I*482	143-I*177	
Soluția 2 (Fe_moale)	1937	512-I*681	154-I*247	
Soluția 2 (μ_r =5)	123	118-I*24	36-I*46	
Soluția 2 (M-15 Steel)	1937	814-I*936	277-I*359	
Soluția 3 (solenație 360 Asp)	843	1036-I*35	979-I*270	
Soluția 3 (solenație 450 Asp)	871	1074-I*29	1036-I*230	
Soluția 4 (solenație 360 Asp)	77	76-I*8	46-I*31	
Soluția 4 (solenație 450 Asp)	95	94-I*10	56-I*39	

Un alt aspect deosebit de important al acestui studiu preliminar a fost verificarea omogenității câmpului magnetic obținut în materialul investigat. Astfel, pentru soluțiile constructive cu miez din Fe_moale s-a realizat această verificare atât pentru plasarea bobinelor pe materialul investigat, cât și pentru plasarea lor pe coloane. În figura 21 sunt prezentate spectrul liniilor de câmp magnetic pentru două soluții constructive la frecvența de 400 Hz.







Fig. 19. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind μ_{t} =5 laminat ca material investigat și jugul din ferită, solenația de 360 Asp.







Fig. 20. Spectrul liniilor de câmp magnetic pentru 0 Hz (a), 50 Hz (b), respectiv 400 Hz (c) folosind μ_t =5 laminat ca material investigat și jugul din ferită, solenația de 450 Asp.



Fig. 21. Spectrul liniilor de câmp magnetic în interiorul materialul investigat pentru 400 Hz:a) Soluția 1 (5cm); b) Soluția 2 (material laminat).

Analiza rezultatelor obținute conduce la următoarele concluzii:

1. Jugul dispozitivului este de preferat a fi facut din tole, pentru ca esantionul sa poata fi saturat chiar si la frecvente mai mari, indiferent de proprietatile sale.

2. Bobinele de excitatie trebuie sa asigure o solenatie suficient de mare pentru saturarea esantionului, dar si un control fin al acestei solenatii, pentru parcurgerea cotului de saturare a esantionului.

3. Uniformitatea campului magnetic in zona centrala a esantionului si in vecinatatea sa este suficient de buna pentru a permite plasarea bobinelor de masura, dar o corectie (mediere) software ar fi binevenita la frecvente mai mari.

4. Dispozitivul va prezenta o dispersie foarte mare a campului magnetic daca jugul se satureaza, deci esantionul de masurat ar trebui corelat cu materialul jugului.

D.I.1.2. Analiza tehnico-economica a solutiilor identificate si definitivarea modelului conceptual.

Partenerul P1-ICPE-CA a analizat soluțiile identificate, din punct de vedere tehnicoeconomic, în vederea estimării costurilor implicate, mai ales în producerea nanopulberilor din care se fabrică eșantionul de investigat. Calculația aferentă fiecărei etape tehnologice pentru fiecare tip de material este prezentată în continuare.

A. Calculatie pret de cost nanoparticule de fier

Etapa I. Sinteza nanoparticulelor de fier:

- 1. Dozarea reactivilor;
- 2. Prepararea solutiilor de: clorura de fier hexahidrat FeCl₃.6H₂O si borohidrura de sodiu NaBH₄;
- 3. Reducerea sarii de fier FeCl₃.6H₂O la Fe^o;
- 4. Separarea nanoparticulelor de fier din solutie;
- 5. Purificare.

Materii prime Etapa I

Pentru sinteza a 100 g nanoparticule de fier s-au realizat 18 sinteze si s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Clorura de fier hexahidrat Fe Cl ₃ .6H ₂ O	482 g	217 lei
Borohidrura de sodiu NaBH ₄	252 g	1167 lei
PEG	4,3 g	1 lei
Alcool etilic	6 L	198 lei
	TOTAL	1584 lei

Manopera Etapa I

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Dozarea reactivilor	15 minute	7,8 lei
Prepararea solutiilor	15 minute	7,8 lei
Reducerea sarii de fier	45 minute	23,4 lei
FeCl ₃ .6H ₂ O la Fe ^o		
Separarea nanoparticulelor	15 minute	7,8 lei
de fier din solutie		
Purificare	150 minute	78,0 lei
TOTAL	240 minute	124,8 lei

Etapa II. Incapsularea nanoparticulelor de fier in copolimer acrilic

- 1. Dozarea reactivilor (nanoparticule de fier purificate si copolimer acrilic)
- 2. Prepararea solutiei de copolimer acrilic
- 3. Incapsularea nanoparticulelor de fier in copolimer acrilic
- 4. Uscare

Materii prime Etapa II

Pentru incapsularea in copolimer acrilic a 100 g nanoparticule de fier s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Copolimer acrilic	1 g	0,10 lei
Dicloretan	76 ml	3,99 lei
	TOTAL	4,00 lei

Manopera Etapa II

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Dozarea reactivilor	15 minute	7,8 lei
Prepararea solutiei de	15 minute	7,8 lei
copolimer		
Incapsularea nanoparticulelor	50 minute	26,0 lei
de fier in copolimer acrilic		
Uscare	60 minute	31,2 lei
TOTAL	140 minute	72,8 lei

Etapa III. Compactarea nanoparticulelor de fier incapsulate in copolimer acrilic

Manopera Etapa III

Operatia de compactare se realizeaza intr-o matrita in forma de I si este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Compactare	60 minute	31,17 lei
TOTAL	60 minute	31,17 lei

Etapa IV. Tratamentul termic al pieselor realizate prin compactarea nanoparticulelor de fier incapsulate in copolimer

Operatia de reticulare este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie	
Reticulare	90 minute	46,8 lei	
TOTAL	90 minute	46,8 lei	

Devizul centralizator pentru cele 4 etape tehnologice este prezentat în continuare.

		Etapa I	Etapa II	Etapa III	Etapa IV
Elemente deviz	%	[lei]	[lei]	[lei]	[lei]
1. Materiale		1.584	4	0	0
2. Salarii directe		125	73	31	47
3. C.A.S 15,8%	0,1580	20	12	5	7
4. Ajutor somaj 0,5%	0,0050	1	0	0	0
5. Fond risc 0,251%	0,00251	0	0	0	0
6. Fond sanatate 5,2%	0,052	7	4	2	2
Fond garantare salarii	0,00250	0	0	0	0
Fond concedii medicale	0,0085	1	1	0	0
Deplasari		0	0	0	0
8. Total salarii		154	90	38	58
9. Regie sectie %	0,37	46	27	11	17
10. Cost sectie		1.784	121	50	75
11. Regie institut %		0	0	0	0
12. Total costuri		1.784	121	50	75
13. Profit 12%		0	0	0	0
Cofinantare					
Colaborari					
14. Total deviz		1.784	121	50	75

B. Calculatie pret de cost nanoparticule de aliaj fier-cobalt

Etapa I. Sinteza nanoparticulelor de aliaj fier-cobalt:

- 1. Dozarea reactivilor;
- **2.** Prepararea solutiilor de: clorura de fier hexahidrat FeCl₃.6H₂O, azotat de cobalt hexahidrat Co(NO₃)₂.6H₂O si borohidrura de sodiu NaBH₄;

- 3. Reducerea sarurilor de fier (FeCl₃.6H₂O) si de cobalt (Co(NO₃)₂.6H₂O) la Fe^o si respectiv Co⁰;
- 4. Separarea nanoparticulelor de fier-cobalt din solutie;
- 5. Purificare.

Materii prime Etapa I

Pentru sinteza a 100 g nanoparticule de aliaj fier-cobalt s-au realizat 18 sinteze si s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Clorura de fier hexahidrat Fe Cl ₃ .6H ₂ O	241 g	108 lei
Azotat de cobalt hexahidrat Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	247 g	27 lei
Borohidrura de sodiu NaBH4	252 g	1167 lei
PEG	4,3 g	1 lei
Alcool etilic	6 L	198 lei
	TOTAL	1501 lei

Manopera Etapa I

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Dozarea reactivilor	20 minute	10,4 lei
Prepararea solutiilor	20 minute	10,4 lei
Reducerea sarii de fier FeCl ₃ .6H ₂ O	45 minute	23,4 lei
la Fe ^o si respectiv a celei de cobalt		
$Co(NO_3)_2.6H_2O$ la Co^0		
Separarea nanoparticulelor de aliaj	15 minute	7,8 lei
fier-cobalt din solutie		
Purificare	150 minute	78,0 lei
TOTAL	250 minute	130,0 lei

Etapa II. Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier-cobalt in copolimer acrilic

- 1. Dozarea reactivilor (nanoparticule de aliaj fier-cobalt purificate si copolimer acrilic)
- 2. Prepararea solutiei de copolimer acrilic
- 3. Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier-cobalt, purificate, in copolimer acrilic
- 4. Uscare

Materii prime Etapa II

Pentru incapsularea in copolimer acrilic a 100 g nanoparticule de aliaj fier-cobalt s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Copolimer acrilic	1 g	0,10 lei
Dicloretan	76 ml	3,99 lei
	TOTAL	4,00 lei

Manopera Etapa II

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata	Valoare
	operatie	manopera/operatie
Dozarea reactivilor (nanoparticule de aliaj	15 minute	7,8 lei
fier-cobalt purificate si copolimer acrilic)		
Prepararea solutiei de copolimer	15 minute	7,8 lei
Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier-	50 minute	26,0 lei
cobalt in copolimer acrilic		
Uscare	60 minute	31,2 lei
TOTAL	140 minute	72,8 lei

Etapa III. Compactarea nanoparticulelor de aliaj fier-cobalt incapsulate in copolimer acrilic

Manopera Etapa III

Operatia de compactare se realizeaza intr-o matrita in forma de I si este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie Durata operatie		Valoare manopera/operatie
Compactare	60 minute	31,17 lei
TOTAL	60 minute	31,17 lei

Etapa IV. Tratamentul termic al pieselor realizate prin compactarea nanoparticulelor de aliaj fier-cobalt incapsulate in copolimer acrilic

Manopera Etapa IV

Operatia de reticulare este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie Durata operatie		Valoare manopera/operatie
Reticulare	90 minute	46,8 lei
TOTAL	90 minute	46,8 lei

Devizul centralizator pentru cele 4 etape tehnologice este prezentat în continuare.

		Etapa I	Etapa II	Etapa III	Etapa IV
Elemente deviz	%	[lei]	[lei]	[lei]	[lei]
1. Materiale		1.501	4	0	0
2. Salarii directe		130	73	31	47
3. C.A.S 15,8%	0,1580	21	12	5	7
4. Ajutor somaj 0,5%	0,0050	1	0	0	0
5. Fond risc 0,251%	0,00251	0	0	0	0
6. Fond sanatate 5,2%	0,052	7	4	2	2
Fond garantare salarii	0,00250	0	0	0	0
Fond concedii medicale	0,0085	1	1	0	0
Deplasari		0	0	0	0
8. Total salarii		160	90	38	58
9. Regie sectie %	0,37	48	27	11	17
10. Cost sectie		1.709	121	50	75
11. Regie institut %		0	0	0	0
12. Total costuri		1.709	121	50	75
13. Profit 12%		0	0	0	0
Cofinantare					
Colaborari					
14. Total deviz		1.709	121	50	75

C. Calculatie pret de cost nanoparticule de aliaj fier-nichel

Etapa I. Sinteza nanoparticulelor de aliaj fier- nichel:

- 1. Dozarea reactivilor;
- **2.** Prepararea solutiilor de: sulfat de fier heptahidrat Fe SO₄ .7H₂O, sulfat de nichel hexahidrat NiSO₄.6H₂O si borohidrura de sodiu NaBH₄;
- 3. Reducerea sarurilor de fier (Fe SO₄ .7H₂O) si de nichel (NiSO₄.6H₂O) la Fe^o si respectiv Ni⁰;
- 4. Separarea nanoparticulelor de fier- nichel din solutie;
- 5. Purificare.

Materii prime Etapa I

Pentru sinteza a 100 g nanoparticule de aliaj fier- nichel s-au realizat 18 sinteze si s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Sulfat de fier heptahidrat Fe SO ₄ .7H ₂ O	248 g	190 lei
Sulfat de nichel hexahidrat NiSO ₄ .6H ₂ O	224 g	60 lei
Borohidrura de sodiu NaBH ₄	252 g	1167 lei
PEG	4,3 g	1 lei
Alcool etilic	6 L	198 lei
	TOTAL	1616 lei

Manopera Etapa I

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Dozarea reactivilor	20 minute	10,4 lei
Prepararea solutiilor	20 minute	10,4 lei
Reducerea sarii de fier Fe SO ₄ .7H ₂ O	45 minute	23,4 lei
la Fe ^o si respectiv a celei de nichel		
NiSO ₄ .6H ₂ O la Ni ⁰		
Separarea nanoparticulelor de aliaj	15 minute	7,8 lei
fier-nichel din solutie		
Purificare	150 minute	78,0 lei
TOTAL	250 minute	130,0 lei

Etapa II. Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier-nichel in copolimer acrilic

- 1. Dozarea reactivilor (nanoparticule de aliaj fier- nichel purificate si copolimer acrilic)
- 2. Prepararea solutiei de copolimer acrilic
- 3. Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier- nichel, purificate, in copolimer acrilic
- 4. Uscare

Materii prime Etapa II

Pentru incapsularea in copolimer acrilic a 100 g nanoparticule de aliaj fier- nichel s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Copolimer acrilic	1 g	0,10 lei
Dicloretan	76 ml	3,99 lei
	TOTAL	4,00 lei

Manopera Etapa II

Operatie	Durata operatie	Valoare	
		manopera/operatie	
Dozarea reactivilor (nanoparticule de aliaj	15 minute	7,8 lei	
fier- nichel purificate si copolimer acrilic)			
Prepararea solutiei de copolimer	15 minute	7,8 lei	
Incapsularea nanoparticulelor de aliaj fier-	50 minute	26,0 lei	
nichel in copolimer acrilic			
Uscare	60 minute	31,2 lei	
TOTAL	140 minute	72,8 lei	

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Etapa III. Compactarea nanoparticulelor de aliaj fier- nichel incapsulate in copolimer acrilic

Manopera Etapa III

Operatia de compactare se realizeaza intr-o matrita in forma de I si este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie	
Compactare	60 minute	31,17 lei	
TOTAL	60 minute	31,17 lei	

Etapa IV. Tratamentul termic al pieselor realizate prin compactarea nanoparticulelor de aliaj fier- nichel incapsulate in copolimer acrilic

Operatia de reticulare este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie Durata operatie		Valoare manopera/operatie	
Reticulare	90 minute	46,8 lei	
TOTAL	90 minute	46,8 lei	

Devizul centralizator pentru cele 4 etape tehnologice este prezentat în continuare.

		Etapa I	Etapa II	Etapa III	Etapa IV
Elemente deviz	%	[lei]	[lei]	[lei]	[lei]
1. Materiale		1.616	4	0	0
2. Salarii directe		130	73	31	47
3. C.A.S 15,8%	0,1580	21	12	5	7
4. Ajutor somaj 0,5%	0,0050	1	0	0	0
5. Fond risc 0,251%	0,00251	0	0	0	0
6. Fond sanatate 5,2%	0,052	7	4	2	2
Fond garantare salarii	0,00250	0	0	0	0
Fond concedii medicale	0,0085	1	1	0	0
Deplasari		0	0	0	0
8. Total salarii		160	90	38	58
9. Regie sectie %	0,37	48	27	11	17
10. Cost sectie		1.824	121	50	75
11. Regie institut %		0	0	0	0
12. Total costuri		1.824	121	50	75
13. Profit 12%		0	0	0	0
Cofinantare					
Colaborari					
14. Total deviz		1.824	121	50	75

D. Calculatie pret de cost particule de a Fe

Etapa I. Pregatirea microparticulelor de α fier in vederea incapsularii in copolimer acrilic:

- 1. Sortarea granulometrica a pulberii de α Fe pentru obtinerea unor dimensiuni cuprinse in intervalul 1- 40 μ m;
- 2. Degresarea microparticulelor de α Fe in solvent (alcool etilic) in cuva cu ultrasunete;
- 3. Uscarea in etuva cu circulatie fortata

Materii prime Etapa I

Pentru pregatirea unui esantion de 100 g particule de α fier (1- 40 μ m), in vederea incapsularii in copolimer acrilic, s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Pulbere α Fe (granulatia: $(1 - 300 \ \mu m)$	1000 g	25 lei
Alcool etilic	400 ml	13 lei
	TOTAL	38 lei

Manopera Etapa I

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare
		manopera/operatie
Sortarea granulometrica a pulberii de α Fe	30 minute	15,6 lei
$(1 - 300 \mu\text{m})$ pentru obtinerea unor		
dimensiuni cuprinse in intervalul 1-40 µm		
Degresarea	40 minute	20,8 lei
Uscarea	45 minute	23,4 lei
TOTAL	115 minute	59,8 lei

Etapa II. Incapsularea microparticulelor de α fier in copolimer acrilic

- 1. Dozarea reactivilor (microparticule de α fier si copolimer acrilic)
- 2. Prepararea solutiei de copolimer acrilic
- 3. Incapsularea nanoparticulelor de α fier in copolimer acrilic
- 4. Uscare

Materii prime Etapa II

Pentru incapsularea in copolimer acrilic a 100 g microparticule de fier s-au folosit urmatoarele materii prime:

Materia prima	Cantitatea	Valoarea
Copolimer acrilic	1 g	0,10 lei
Dicloretan	76 ml	3,99 lei
	TOTAL	4,00 lei

Manopera Etapa II

Operatiile au fost efectuate de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie
Dozarea reactivilor (pulbere α Fe si	15 minute	7,8 lei
copolimer acrilic		
Prepararea solutiei de copolimer	15 minute	7,8 lei
acrilic		
Incapsularea microparticulelor de α	50 minute	26,0 lei
fier in copolimer acrilic		
Uscare	60 minute	31,2 lei
TOTAL	140 minute	72,8 lei

Etapa III. Compactarea microparticulelor de α fier incapsulate in copolimer acrilic

Manopera Etapa III

Operatia de compactare se realizeaza intr-o matrita in forma de I si este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie	
Compactare	60 minute	31,17 lei	
TOTAL	60 minute	31,17 lei	

Etapa IV. Tratamentul termic al pieselor realizate prin compactarea microparticulelor de α fier incapsulate in copolimer

Manopera Etapa IV

Operatia de reticulare este efectuata de un salariat cu un salariu de 31,17 lei/h.

Operatie	Durata operatie	Valoare manopera/operatie	
Reticulare	90 minute	46,8 lei	
TOTAL	90 minute	46,8 lei	

Devizul centralizator pentru cele 4 etape tehnologice este prezentat în continuare.

		Etapa I	Etapa II	Etapa III	Etapa IV
Elemente deviz	%	[lei]	[lei]	[lei]	[lei]
1. Materiale		38	4	0	0
2. Salarii directe		60	73	31	47
3. C.A.S 15,8%	0,1580	9	12	5	7
4. Ajutor somaj 0,5%	0,0050	0	0	0	0
5. Fond risc 0,251%	0,00251	0	0	0	0
6. Fond sanatate 5,2%	0,052	3	4	2	2
Fond garantare salarii	0,00250	0	0	0	0
Fond concedii medicale	0,0085	1	1	0	0
Deplasari		0	0	0	0
8. Total salarii		74	90	38	58
9. Regie sectie %	0,37	22	27	11	17
10. Cost sectie		134	121	50	75
11. Regie institut %		0	0	0	0
12. Total costuri		134	121	50	75
13. Profit 12%		0	0	0	0
Cofinantare					
Colaborari					
14. Total deviz		134	121	50	75

Pentru sistemul de producere a câmpului magnetic și pentru măsurarea valorilor (H, B) corespunzătoare eșantionului investigat se folosește sârmă de Cu emailat. Costul pentru realizarea a patru bobine de excitație și a 5 bobine senzor (4 pentru măsurarea H și una pentru măsurarea B) este de 134 de lei din care 38 de lei materii prime.

Miezul magnetic pentru cele două variante constructive are un pret estimativ centralizat mai jos.

	nanoparticule	nanoparticule	nanoparticule	particule
	de fier (100g)	de aliaj FeCo	de aliaj FeNi	de a Fe
Etapa I. Sinteza	1784	1709	1824	134
Etapa II. Incapsularea	121	121	121	121
nanoparticulelor				
Etapa III. Compactarea	50	50	50	50
nanoparticulelor				
Etapa IV. Tratamentul	75	75	70	70
termic al pieselor				
realizate				
Etapa V Realizare	134	134	134	134
bobine				
Realizare dispozitiv de	5209	5022	5297	1072
100 mm (250g)				
Realizare dispozitiv de	4194	4044	4264	884
80 mm (200g)				

Tabel centralizator – calcul de cost pentru dispozitive (exprimate in lei)

In urma analizei tehnico-economice efectuate de partenerul P1-ICPE-CA asupra solutiilor luate în considerare, coordonatorul CO-UPB a formulat urmatoarele concluzii:

1. Solutia cu jug de ferita este eliminata datorita saturarii prea rapide a jugului, ceea ce ar face sa avem o dispersie mult mai mare a campului magnetic si nemagnetizarea corespunzatoare a esantionului.

2. Se vor realiza doua variante constructive de jug magnetic: din Fe moale (puritate ridicata) masiv si din tole de FeSi. Prima varianta se va utiliza pentru frecvente mai joase, iar cealalta pentru frecvente superioare corespunzatoare armonicilor deformante. Se reduc astfel pierderile in jugul masiv, in special la frecvente mai mari.

3. Bobinele de excitatie vor fi realizate in doua infasurari, pentru un control mai bun al campului magnetic creat in circuitul magnetic. Totodata, se va folosi un circuit magnetic in forma de U+I+U, daca este nevoie de o solenatie mai mare pentru saturarea esantionului.

4. Se vor plasa mai multe bobine de camp, cate una pe fiecare fata a esantionului de sectiune patrata, pentru a analiza dispersia liniilor de camp magnetic si a compensa neuniformitatea campului magnetic.

D.I.2. SPECIFICAȚII PENTRU EXPERIMENTELE DE IMPLEMENTARE A CONCEPTULUI DE PREDETERMINARE A PIERDERILOR (Raport științific, CO)

Raportul conține rezultatele activității A.I.2 din Planul de realizare:

A.I.2. Proiectare experimente

CO - Proiectarea experimentelor necesare identificarii parametrilor de material si validarii conceptului predeterminarii pierderilor.

La activități a participat coordonatorul proiectului:

CO. Universitatea Politehnica din București

Experimentele necesare pentru realizarea obiectivelor proiectului se împart în mai multe categorii:

1) Experimente pentru caracterizarea pulberilor magnetice și a nanocompozitelor în regim cuasi-static.

Se va folosi magnetometrul cu probă vibrantă VSM 7304 LakeShore pentru determinarea ciclului de histerezis major și a parametrilor globali corespunzători punctelor de saturație, remanență și coercitivitate. Datele măsurate vor fi corectate ținând cont de demagnetizarea eșantionului. Câmpul maxim ce poate fi asigurat de echipament este de 12 kOe (955 kA/m), suficient pentru saturarea materialelor moi.

2) Experimente pentru determinarea curbei de magnetizare statice a materialelor din care este confecționat circuitul magnetic al demonstratorului.

Se va folosi tot VSM 7304 LakeShore pentru a măsura curba de magnetizare pentru eșantioane din materialele ce vor fi utilizate pentru jugul dispozitivului experimental. Se intenționează folosirea unui jug masiv din fier moale (de înaltă puritate), respectiv a unuia din tole de FeSi. Curbele măsurate vor fi corectate ținând cont de factorul de demagnetizare și vor fi folosite în simulările numerice ale demonstratorului.

3) Experimente de calibrare a demonstratorului.

Constantele de proporționalitate k^B , k^H dintre *B*, *H* și integralele tensiunilor măsurate la bornele bobinelor respective de măsură (bobina B, bobina H) sunt estimate pe baza parametrilor constructivi, dar trebuie verificate și determinate experimental mai precis. Această calibrare se face utilizând două experimente:

a) se folosește un eșantion din același material ca și jugul demonstratorului și se folosește metoda curentului magnetizant pentru a verifica constanta bobinei de măsură a câmpului magnetic. Pentru aceasta, se măsoară separat H cu ajutorul bobinei dedicate, respectiv se determină H=Ni(t)/l prin măsurarea curentului i(t) prin bobinele de excitație și cunoscând numărul de spire total N și lungimea medie a circuitului magnetic l. Experimentele de calibrare

se repetă pentru mai multe frecvențe: 50Hz, 100Hz, 150Hz, 200Hz, 250Hz, 300Hz, 350Hz, 400Hz, 450Hz.

b) se folosește un eșantion din material cunoscut și se calibrează cele două constante k^B , k^H comparând ciclurile măsurate cu cele cunoscute pentru materialul respectiv la 50Hz.

4) Experimente de măsurare a pierderilor în eşantion.

Se folosește dispozitivul experimental pentru a măsura ciclurile de histerezis B(H) pentru diferite amplitudini ale inducției magnetice B_{max} , la mai multe frecvențe: 50Hz, 100Hz, 150Hz, 200Hz, 250Hz, 300Hz, 350Hz, 400Hz, 450Hz. Pentru fiecare frecvență se vor achiziționa cel puțin 10 cicluri de histerezis de amplitudini diferite, reglabile prin tensiunea amplificată aplicată bobinelor de excitație. Programul software elaborat va permite calculul pierderilor totale $P(f, B_{max})$ pentru fiecare ciclu și extragerea parametrilor de material implicați în procedura de separare a pierderilor.

5) Experimente de validare a metodei de predeterminare a pierderilor.

Se repetă experimentele de măsurare a pierderilor pentru alte valori ale frecvenței și amplitudinii, comparându-se valorile măsurate ale pierderilor totale cu cele predeterminate, rezultate din procedura numerică ce utilizează parametrii energetici identificați din experimentele precedente.

Experimentele de măsurare a pierderilor se efectuează atât pentru semnale sinusoidale, cât și pentru semnale triunghiulare și dreptunghiulare asigurate de generatorul de semnal.

D.I.3. PROIECTAREA, SIMULAREA, OPTIMIZAREA ȘI REALIZAREA MODULELOR DE PRODUCERE ȘI MĂSURARE A <u>CÂMPULUI MAGNETIC</u> (Raport tehnic, CO+P1)

Raportul conține rezultatele activităților A.I.3 și A.I.4 din Planul de realizare:

A.I.3. Proiectare module de producere si masurare a campului magnetic

- **CO** Proiectarea bobinei de excitatie si a circuitului de alimentare, proiectarea bobinei de masura si a circuitului de achizitie a datelor experimentale, simularea si optimizarea numerica a circuitului magnetic.
- P1 Realizarea proiectului de executie a subansamblelor.

A.I.4. Realizare module de producere si masurare a campului magnetic

- **P1** Realizarea structurii mecanice, a bobinei de excitatie, a bobinei de masura si a circuitelor de alimentare, masura si achizitie a datelor experimentale.
- **CO** Elaborare si implementare suport software pentru achizitia, vizualizarea si prelucrarea datelor experimentale.

La activități au participat cei doi parteneri:

CO. Universitatea Politehnica din Bucureşti
P1. Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE - CA Bucureşti

D.I.3.1. Proiectarea bobinei de excitatie si a circuitului de alimentare, proiectarea bobinei de masura si a circuitului de achizitie a datelor experimentale, simularea si optimizarea numerica a circuitului magnetic.

Circuitul magnetic si bobinele de excitatie au fost proiectate de către coordonatorul CO-UPB pornind de la modelul conceptual elaborat in activitatea I.1, optandu-se pentru doua variante dimensionale si 4 bobine de excitatie, fiecare avand cate 2 sectiuni bobinate una peste cealalta – vezi fig. 1. Tensiunea aplicată bobinelor de excitație va fi generată de un generator de semnal de frecvență variabilă și amplificată înainte de intrarea pe bornele bobinelor. Prezența amplificatorului va permite un reglaj suplimentar ce se adaugă celui asigurat de potențiometrul generatorului de semnal. Schimbarea schemei de conexiuni serie / paralel / mixt a celor 8 secțiuni ale bobinelor permite adaptarea alimentării la tipul materialului măsurat și la amplitudinea dorită a excitației.

În raport cu rezultatele obținute în simulările inițiale și în raport cu analiza tehnicoeconomică a partenerului P1-ICPE-CA, în cazul acestor simulări s-a ales o singură variantă constructivă a circuitului magnetic având una sau două piese în formă de U cu secțiunea de (1x1) cm², înălțimea exterioară de 10 cm și lungimea exterioară de 6 cm (fig. 2a – un jug, respectiv 2b - două juguri).



Fig. 1. Circuitul magnetic și bornele bobinelor de excitație: (I, I*) – bornele secțiunilor interioare, (E, E*) – bornele secțiunilor exterioare. Bornele marcate corespund asigurării sensului fluxului magnetic prin miez în coloanele 1, 2, 3 și 4.

De asemenea, pentru a obține un câmp magnetic mai scăzut sau mai ridicat în materialul investigat, s-au analizat numeric două cazuri distincte: alimentarea primei înfășurări (având 660 de spire), respectiv alimentarea ambelor înfășurări ale bobinelor cu 660 și 780 de spire, adică un total de 1440 spire. Conductorul folosit în ambele situații este din Cu cu conductivitatea electrică de 58 MS/m și diametrul de 0,5 mm.



Fig. 2a. Soluția constructivă cu un singur jug.



Simulările au folosit pentru circuitul magnetic (atât juguri, cât și zona materialului investigat) materialul denumit Fe_moale a cărui caracteristică neliniară poate fi urmărită în figura 3. S-a studiat și influența laminării acestui material asupra rezultatelor

obținute, considerându-se pe rând fie întreaga secțiune a circuitului formată dintr-o singură bucată sau considerându-se miezul laminat în tole cu grosimea de 1mm.

Analiza numerică a circuitului magnetic s-a realizat pentru o serie de frecvențe ale semnalului aplicat, pornind de la curent continuu (0 Hz) și continuând cu 10, 50, 100, 200, 300, 400, respectiv 500 Hz.



Fig. 3. Curba de magnetizare a materialului "Fe_moale".

Iată în continuare situațiile investigate și rezultatele obținute:

 <u>Soluția 1</u>: jugul format dintr-un singur U din *Fe_moale*, nelaminat și materialul de investigat realizat din același material. S-a alimentat doar prima înfășurare a bobinelor, rezultând o solenație de 660 Asp pe cele două bobine pentru un curent electric de 0,5A. Simulările numerice pentru cele 8 frecvențe alese sunt prezentate în figura 4.



Fig.4a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 10 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4e. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4g. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 400 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 100 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4f. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 300 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.4h. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

În tabelul 1 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru fiecare dintre frecvențele studiate. Se poate observa că la cazurile de curent alternativ cele trei mărimi prezentate au o componentă imaginară ce este mult mai mare numeric decât partea reală. Acest fapt se datorează pierderilor excesive ce apar in materialul nelaminat.

De asemenea, se poate observa o diminuare semnificativă a principalilor parametri (în modul) odată cu creșterea frecvenței semnalului: inducția magnetică scade în mijlocul materialului de la 1,62 T la 0,12 T (pentru 0, respectiv 500 Hz), permeabilitatea relativă de la 1284 la aproximativ 50. Pe de altă parte, intensitatea câmpului magnetic crește odată cu creșterea frecvenței de la 1004 A/m la 1942 A/m. Trebuie menționat însă faptul că utilizarea reprezentării în complex pentru o problemă neliniară este însoțită de folosirea unei curbe modificate B(H).

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	1004	1.62	1284.4
10	1927.46+I*285.514	0.602108-I*0.608265	206.84-I*281.758
50	2055.64+I*88.7567	0.246268-I*0.30714	90.0338-I*122.788
100	2055.63+I*19.5753	0.166733-I*0.2228	3.7302-I*86.8718
200	2024.7-I*46.7824	0.111845-I*0.160021	45.3877-I*61.845
300	1993.46-I*84.3925	0.0881346-I*0.131333	37.3353-I*50.8468
400	1964.89-I*110.935	0.0742347-I*0.11396	32.5669-I*44.315
500	1939.54-I*131.051	0.0648648-I*0.101983	29.3068-I*39.8625

Tabelul 1. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului nelaminat pentru solenația de 660 Asp.

 Soluția 2: jugul format dintr-un singur U din Fe_moale, laminat în plan cu o grosime de laminare de 1 mm; materialul de investigat este realizat din același material. S-a alimentat doar prima înfășurare a bobinelor, rezultând o solenație de 660 Asp pentru cele două bobine parcurse de un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru cele 8 frecvențe alese sunt prezentate în figura 5.



Fig.5a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.5b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 10 Hz a bobinelor de excitație.







Fig.5e. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.5g. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 400 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.5d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 100 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.5f. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 300 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.5h. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

În tabelul 2 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru fiecare dintre frecvențele studiate. Spre deosebire de valorile din tabelul 1, se poate observa o diminuare clară a componentei imaginare a mărimilor (legate de pierderile în circuitul magnetic), datorată laminării materialului.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	1004	1.62	1284.4
10	904.695+I*31.531	2.02258-I*0.0476979	1775.46-I*103.835
50	960.992+I*152.559	1.99749-I*0.236987	1583.02-I*447.551
100	1080.94+I*284.062	1.92024-I*0.464161	1238.34-I*667.139
200	1350.71+I*474.067	1.61977-I*0.831221	696.6-I*734.204
300	1620.78+I*504.936	1.22769-I*0.939377	418.474-I*591.588
400	1749.97+I*439.254	0.993497-I*0.857413	332.937-I*473.467
500	1805.92+I*387.231	0.870728-I*0.783771	296.019-I*408.84

Tabelul 2. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului laminat pentru solenația de 660 Asp.

 Soluția 3: jugul format dintr-un singur U din *Fe_moale*, nelaminat și materialul de investigat realizat din același material. S-au alimentat ambele înfășurări ale bobinelor, rezultând o solenație de 1440 Asp pentru cele două bobine, pentru un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru cele 8 frecvențe alese sunt prezentate în figura 6.

În tabelul 3 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru fiecare dintre frecvențele studiate. Față de primul caz studiat se sesizează o deplasarea a punctului de funcționare spre zona de saturare a materialului, crescând valorile lui B și H, iar permeabilitatea relativă diminuându-se.

Tabelul 3. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interioru
materialului nelaminat pentru solenația de 1440 Asp.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	2936.66	1.70578	462.232
10	4448.93+I*425.614	0.858641-I*0.99635	135.297-I*191.159
50	4507.98+I*49.0483	0.351575-I*0.475577	61.1413-I*84.6168
100	4447.12-I*87.3464	0.236647-I*0.341309	43.5289-I*60.2195
200	4322.93-I*220.517	0.157444-I*0.243	31.1834-I*43.1413
300	4220.3-I*297.214	0.123217-I*0.198485	25.7417-I*35.613
400	4133.1-I*351.128	0.103173-I*0.171644	22.5098-I*31.1354
500	4057.13-I*392.466	0.0896771-I*0.153189	20.306-I*28.0826



Fig.6a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6e. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 10 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 100 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6f. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 300 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6g. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 400 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.6h. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

4. <u>Soluția 4</u>: jugul format dintr-un singur U din *Fe_moale*, laminat în plan cu o grosime de laminare de 1 mm; materialul de investigat este realizat din același material. S-au alimentat ambele înfășurări ale bobinelor, rezultând o solenație de 1440 Asp pentru cele două bobine, pentru un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru cele 8 frecvențe alese sunt prezentate în figura 7.

În tabelul 4 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru fiecare dintre frecvențele studiate. Se observă același fenomene de diminuare a pierderilor (prin intermediul reducerii părții imaginare) în acest caz, datorită laminării materialului circuitului magnetic, în raport cu soluția 3.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	2936.66	1.70578	462.232
10	2768.47+I*23.7664	2.13646-I*0.0247225	614.001-I*12.3773
50	2781.81+I*118.286	2.13086-I*0.123459	606.964-I*61.1261
100	2835.26+I*231.582	2.11397-I*0.246239	583.791-I*116.796
200	3043.67+I*426.298	2.04931-I*0.485618	508.047-I*198.123
300	3296.71+I*574.864	1.94413-I*0.712507	426.328-I*246.329
400	3574.39+I*670.086	1.79677-I*0.917484	349.446-I*269.772
500	3847+I*725.611	1.60842-I*1.08643	280.349-I*277.614

Tabelul 4. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului laminat pentru solenația de 1440 Asp.


Fig.7a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7e. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 10 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 100 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7f. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 300 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7g. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 400 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.7h. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

5. <u>Soluția 5</u>: circuitul este format din două juguri simetrice în formă de U, din *Fe_moale*, nelaminat; materialul de investigat este realizat tot din *Fe_moale*. S-a alimentat doar prima înfășurare a bobinelor, rezultând o solenație de 1320 Asp pentru toate cele 4 bobine și un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru 4 frecvențe alese (0, 50, 200, respectiv 500 Hz) sunt prezentate în figura 8.

În tabelul 5 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru toate frecvențele studiate. Se observă o deplasarea a punctului de funcționare spre zona de saturare a materialului. De asemenea, se regăsește componenta imaginară ridicată în cazul inducțiilor determinate în curent alternativ.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	12353	1.88	121
10	5164.16+I*735.015	0.979426-I*1.0626	125.086-I*181.545
50	5458.1+I*153.578	0.397448-I*0.51862	55.7751-I*77.1826
100	5396.26-I*36.1296	0.266527-I*0.373981	39.6716-I*54.8846
200	5249.08-I*217.281	0.176645-I*0.267069	28.4072-I*39.3124
300	5120.98-I*321.111	0.137879-I*0.218379	23.4614-I*32.4639
400	5012.21-I*392.439	0.115236-I*0.188939	20.5186-I*28.3908
500	4916.71-I*446.885	0.0999997-I*0.168665	18.5133-I*25.616

Tabelul 5. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului nelaminat pentru solenația de 1320 Asp.



Fig.8a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.8c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.8b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.8d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

6. <u>Soluția 6</u>: circuitul este format din două juguri simetrice în formă de U, din *Fe_moale*, laminat în plan cu o grosime de laminare de 1 mm; materialul de investigat este de același tip. S-a alimentat doar prima înfășurare a bobinelor, rezultând o solenație de 1320 Asp pentru toate cele 4 bobine, pentru un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru 4 frecvențe alese (0, 50, 200, respectiv 500 Hz) sunt prezentate în figura 9.



Fig.9a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.9c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.9b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.9d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

În tabelul 6 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru toate frecvențele studiate. Se observă o deplasarea a punctului de funcționare spre zona de saturare a materialului. De asemenea, se regăsește componenta imaginară ridicată în cazul inducțiilor determinate în curent alternativ.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μr [-]
0	12353	1.88	121
10	11411.8-I*120.84	2.33042-I*0.0371078	162.515-I*0.866743
50	11089.8-I*589.754	2.31786-I*0.186937	166.567-I*4.55611
100	10382.5-I*1072.78	2.28328-I*0.370547	176.058-I*10.2095
200	8592.85-I*1565.45	2.16381-I*0.710017	205.545-I*28.3077
300	6730.87-I*1394.65	1.99164-I*0.993148	249.102-I*65.8033
400	5241.76-I*741.137	1.78607-I*1.19152	290.911-I*139.758
500	4477.61-I*18.0205	1.57775-I*1.27937	281.314-I*226.242

Tabelul 6. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului laminat pentru solenația de 1320 Asp.

 <u>Soluția 7</u>: circuitul este format din două juguri simetrice în formă de U din *Fe_moale*, nelaminat; materialul de investigat este de același tip. S-au alimentat ambele înfășurări ale bobinelor, rezultând o solenație de 2880 Asp pe toate cele patru bobine, pentru un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru 4 frecvențe alese (0, 50, 200, respectiv 500 Hz) sunt prezentate în figura 10.

În tabelul 7 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru toate frecvențele studiate. Se observă că punctului de funcționare este tot mai aproape de zona de saturare a materialului. De asemenea, se regăsește componenta imaginară ridicată în cazul inducțiilor determinate în curent alternativ, datorită nelaminării.





Fig.10a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.

Fig.10b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.10c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.10d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

Tabelul 7. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul
materialului nelaminat pentru solenația de 2880 Asp.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	31033.6	2.036	52.22
10	11166.5-I*2161.5	1.62668-I*1.49805	131.657-I*81.2734
50	11749-I*174.791	0.563358-I*0.799142	38.9537-I*53.5475
100	11434.8-I*547.845	0.374081-I*0.570011	27.8695-I*38.333
200	10932.7-I*905.602	0.244699-I*0.402859	20.1024-I*27.6585
300	10554.4-I*1102.14	0.189284-I*0.327356	16.6671-I*22.9413
400	10251.5-I*1232.15	0.157102-I*0.281921	14.6143-I*20.1277
500	9996.22-I*1327.46	0.13562-I*0.25074	13.214-I*18.206

8. <u>Soluția 8</u>: circuitul este format din două juguri simetrice în formă de U din *Fe_moale*, laminat în plan cu o grosime de laminare de 1 mm; materialul de investigat este de același tip. S-au alimentat ambele înfășurări ale bobinelor, rezultând o solenație de 2880 Asp pentru toate cele patru bobine, pentru un curent electric de 0,5A.

Simulările numerice pentru 4 frecvențe alese (0, 50, 200, respectiv 500 Hz) sunt prezentate în figura 11.

În tabelul 8 sunt prezentate valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și al permeabilității magnetice relative în centrul materialului investigat pentru toate frecvențele studiate. Se observă o deplasarea a punctului de funcționare spre zona de saturare a materialului.

f [Hz]	H [A/m]	B [T]	μ _r [-]
0	31033.6	2.036	52.22
10	29932.4-I*184.036	2.5357-I*0.0212005	67.4142-I*0.149141
50	29604.7-I*927.594	2.53035-I*0.107573	68.0396-I*0.759699
100	28866.4-I*1839.38	2.51618-I*0.218039	69.4657-I*1.58442
200	26910.9-I*3448.85	2.46852-I*0.438375	73.4509-I*3.54976
300	24629.3-I*4637.02	2.39912-I*0.648243	78.6706-I*6.13327
400	22166.4-I*5315.54	2.31219-I*0.840002	85.3323-I*9.6933
500	19757.5-I*5566.27	2.21142-I*1.01528	93.1936-I*14.637

Tabelul 8. Valorile inducției magnetice, a intensității câmpului magnetic și a permeabilității relative în interiorul materialului laminat pentru solenația de 2880 Asp.



Fig.11a. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 0 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.11c. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 200 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.11b. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 50 Hz a bobinelor de excitație.



Fig.11d. Spectrul liniilor de câmp magnetic la o frecvență de 500 Hz a bobinelor de excitație.

Ultima parte a acestui studiu a fost verificarea uniformității inducției magnetice în interiorul eșantionului, respectiv a intensității câmpului magnetic in imediata lui apropiere. Sau ales aceste zone de interes în raport cu poziționarea bobinelor ce culeg aceste informați în cadrul demonstratorului experimental. Astfel, pentru inducția magnetică se va studia în zona centrală a eșantionului pe circa 3 cm (lungimea aproximativă a bobinei pentru *B*), iar pentru intensitatea câmpului magnetic vom studia la circa 4 mm în afara eșantionului, pe o lungime de 2,5 cm (lungimea aproximativă a bobinei pentru *H*).

În acest sens, am selectat dintre cazurile prezentate anterior următoarele soluții: *Soluția* 2 (U+I, 330Asp, material laminat), *Soluția 6* (U+I+U, 1320 Asp, material laminat), respectiv *Soluția 8* (U+I+U, 2880 Asp, material laminat), pentru frecvențele de 50, respectiv 200 Hz. Rezultatele simulărilor sunt prezentate în figurile 12-17, cu observația că modulele mărimilor magnetice sunt calculate de către software-ul FEMM atât din punct de vedere vectorial, dar și în complex (incluzând partea imaginară, direct legată de pierderi).



Fig. 12. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 2 (U+I, 330Asp, material laminat) la 50 de Hz.



Fig. 13. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 2 (U+I, 330Asp, material laminat) la 200 de Hz.



Fig. 14. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 6 (U+I+U, 1320 Asp, material laminat) la 50 de Hz.



Fig. 15. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 6 (U+I+U, 1320 Asp, material laminat) la 200 de Hz.



Fig. 16. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 8 (U+I+U, 2880 Asp, material laminat) la 50 de Hz.



Fig. 17. Spectrul liniilor intensității câmpului magnetic (a), respectiv a inducției magnetice (b) pentru soluția 8 (U+I+U, 2880 Asp, material laminat) la 200 de Hz.

Pentru o evidențiere mai clară a acestor aspecte legate de uniformitatea câmpului magnetic în zona bobinelor de măsură, graficele variației inducției magnetice pentru zonele studiate sunt prezentate în figurile 18 și 19 pentru 50 Hz, respectiv 200 Hz, iar variația intensității câmpului magnetic este expusă în figurile 20 și 21 pentru 50 Hz, respectiv 200 Hz.



Fig. 18. Variația inducției magnetice la 50 Hz în zona bobinei de măsură, pentru soluțiile constructive 2, 6, respectiv 8.



Fig. 19. Variația inducției magnetice la 200 Hz în zona bobinei de măsură pentru soluțiile constructive 2, 6, respectiv 8.



Fig. 20. Variația intensității câmpului magnetic la 50 Hz în zona bobinei de măsură pentru soluțiile constructive 2, 6, respectiv 8.



Fig. 21. Variația intensității câmpului magnetic la 200 Hz în zona bobinei de măsură pentru soluțiile constructive 2, 6, respectiv 8.

Se observă că uniformitatea lui *B* este foarte bună în zona bobinei dedicate de măsură, indiferent de frecvență, în timp ce uniformitatea lui *H* este slabă la excitații de amplitudine mai mică. Aceasta va impune o calibrare a bobinei de măsură și o corecție a datelor măsurate în funcție de rezultatele simulării numerice.

Bobinele de măsură sunt astfel concepute încât să permită achiziția mărimilor câmpului magnetic: intensitatea câmpului magnetic lângă eșantion și inducția câmpului magnetic prin secțiunea eșantionului. Cele două mărimi rezultă din integrarea și scalarea tensiunilor induse în bobinele de măsură. Atât bobina de inducție magnetică cât și cele 4 bobine de intensitate a câmpului magnetic, câte una pe fiecare față a eșantionului de secțiune pătrată, sunt poziționate pe eșantionul de măsurat. Circuitul de măsurare cuprinde o bobină destinată măsurării tensiunii induse de variația fluxului magnetic prin secțiunea transversală a materialului investigat și 4 bobine plasate pe fiecare fața a jugului median (eșantionul investigat) în care se induc tensiuni datorită variației fluxului magnetic în aer, în imediata proximitate a eșantionului. S-a verificat prin simulări numerice că inducția magnetică rămâne constantă în secțiunea eșantionului pe toată lungimea bobinei de măsură, deci tensiunea indusă măsurată va fi proporțională cu derivata inducției magnetice. Cele 4 bobine (de câmp) sunt de secțiune transversală minimă, plate, astfel încât tensiunea indusă măsurată va fi proporțională cu derivata inducției magnetice tangențială la eșantion, adică și cu derivata intensității câmpului magnetic tangențială (pentru că $\mathbf{B}=\mu_0 \mathbf{H}$ în aer) ce se conservă la suprafața eșantionului. S-a optat pentru 4 bobine pentru a verifica uniformitatea câmpului în spațiul din jurul eșantionului.

Dimensionarea bobinelor de măsură a avut in vedere inducerea unor tensiuni electromotoare măsurabile și la valori care să permită o prelucrare ulterioară a acestora. Astfel:

► Pentru **bobinele de măsurare a intensității câmpului magnetic** au fost calculate următoarele date, ținând cont de dimensiunile geometrice ale miezului magnetic și limitările geometrice:

$$H(t) = \frac{1}{N_1 A_{sp} \mu_0} \int_{t_0}^t u_H(t) dt,$$

$$N_1 = 1000, \quad \mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} H / m$$

$$A_{sp} = \frac{(5 \times 1) + (3,5 \times 7,5)}{2} \approx 15 \text{ mm}^2$$

unde:

- \circ N₁ reprezintă numărul de spire al bobinelor de intensitate câmp magnetic
- \circ A_{sp} este aria unei spire a bobinei
- Înfăşurările bobinelor sunt confecționate din o sârmă de Cu cu diametrul
 0.11 mm

► Pentru **bobinele de de măsurare a inducției magnetice** au fost calculate următoarele date, ținând cont de dimensiunile geometrice ale miezului magnetic și limitările geometrice:

$$B(t) = \frac{1}{N_2 A_{miez}} \int_{t_0}^{t} u_B(t) dt,$$

$$N_2 = 2000,$$

$$A_{miez} = 10 \times 10 \approx 100 \text{ mm}^2,$$

unde:

- \circ N₂ reprezintă numărul de spire al bobinei de inducție câmp magnetic
- A_{miez} este aria miezului (eșantionului) din interiorul bobinei
- Înfăşurările bobinelor sunt confecționate din o sârmă de Cu cu diametrul
 0.11 mm

Acești parametri asigură, după integrarea în timp, conversia tensiunilor măsurate în mărimi specifice materialului investigat (H și B):

$$H(t) = k^{H} \int_{t_{0}}^{t} u_{H}(t) dt, \text{ unde } k^{H} = \frac{1}{N_{1}A_{sp}\mu_{0}} = 53.078 \cdot 10^{6}$$
$$B(t) = k^{B} \int_{t_{0}}^{t} u_{B}(t) dt, \text{ unde } k^{B} = \frac{1}{N_{2}A_{miez}} = 5$$

Valoarea exactă a constantelor de conversie urmează să fie stabilită în urma unui proces de calibrare.

Circuitul de achiziție și procesare a celor 2 tensiuni (pentru H și pentru B) va cuprinde un amplificator pentru tensiunea mică furnizată de bobina H și un osciloscop digital cu 2 canale ce permite exportul tensiunilor măsurate, în vederea prelucrării lor numerice.

D.I.3.2. Realizarea proiectului de executie a subansamblelor.

Partenerul P1-ICPE-CA a proiectat in vederea executiei doua variante constructive pentru jugul magnetic alcatuit din una sau doua piese in forma de U, intre care se introduce esantionul de masurat: v1) fiecare U are dimensiunile (10 cm x 6 cm x 1 cm) si v2) fiecare U are dimensiunile (8 cm x 7 cm x 1 cm). Cele doua variante constructive au fost proiectate in AutoCAD, rezultand ansamblurile prezentate in fig. 1. Pentru fiecare subansamblu a fost pregatita documentatia specifica, cateva exemple fiind prezentate in fig. 2 pentru elementele jugului magnetic, respectiv in fig. 3 pentru bobinele de excitatie. Desenul de executie standardizat a fost elaborat pornind de la proiectul digital, rezultand documente de tipul celui prezentat in fig. 4 pentru varianta 2 constructiva.



Fig. 1. Proiectul ansamblurilor constructive pentru cele doua variante ale demonstratorului: v1) cu piese U de dimensiuni (10 x 6 x 1) cm , v2) cu piese U de dimensiuni (8 x 7 x 1) cm.



Fig. 2. Proiectul de executie al circuitului magnetic.



Fig. 3. Proiectul de executie al bobinelor de excitatie pentru v1.



Fig. 4. Exemplu de proiect de executie pentru v2.

Pentru executia eșantioanelor, realizate din materialul magnetic moale (nanopulberi de Fe, FeNi, FeCo aglomerate in rasina polimerica), este necesara proiectarea si realizarea unor matrite cu un cuib avand dimensiunile de $60 \times 10 \times 10$ mm (pentru varianta v1), respectiv 70 x 10 x 10 mm (pentru varianta v2). Cele doua matrite proiectate de catre P1-ICPE-CA sunt prezentate in fig. 5.

Matritele sunt concepute in asa fel incat sa fie montate pe o presa MP 250 Mpa existenta in Statia pilot de materiale magnetice.

Matrita va facilita executia miezurilor in forma de "I" (esantionul de masurat) cu dimensiunile corespunzatoare celor doua variante constructive, avand posibilitatea de a face presarile in camp magnetic sau fara camp magnetic.

Matrita de presare se compune din urmatoarele parti componente (vezi fig. 6):

- Corp matrita (1)
- Surub strangere (2)
- Piesa trapezoidala (3)
- Poanson (4)
- Piesa polara (5)



Fig. 5. Ansamblu matrita presare esantioane magnetice 60x10x10 mm (v1 - stanga), respectiv 70x10x10 mm (v2 - dreapta).



Fig. 6. Subansamble matrita presare esantioane magnetice

Corpul matritei (fig. 7) este realizat din material C120 sau alt otel magnetic. Corpul matritei are o forma specifica prevazuta cu 6 gauri ce permit trecerea a 6 suruburi M8 necesare strangerii partilor componente. De asemenea, corpul matritei mai este prevazut cu o degajare ce permite introducerea piesei polare. Pentru exemplificare, dimensiunile de gabarit precum si cele de executie sunt date in fig. 8 pentru matrita corespunzatoare variantei v1.



Fig. 7. Corp matrita



Fig. 8. Proiect de executie a corpului matritei v1.

Prelucrarea pieselor se va face prin:

- 1. debitare cu fierastrau cu banda continua
- 2. frezare
- 3. electroeroziune
- 4. masina de gaurit
- 5. rectificare (pentru realizarea unor suprafete cu rugozitate redusa)

Suruburile de strangere trebuie sa aiba o lungime minima de 80 mm. Piesa trapezoidala (fig. 9) trebuie executata dintr-un material nemagnetic (otel inox nemagnetic, VT8, etc). Un mare accent trebuie pus in momentul prelucrarii piesei trapezoidale asupra obtinerii unghiului de 51,63°, unghi care are un rol determinant in procesul de strangere a matritei. Aceasta piesa mai are si rolul de a intrerupe liniile de camp si a le obliga sa mearga spre piesele polare.

Poansonul (fig. 10) permite presarea pulberii in cavitatea realizata in matrita de presare prin aplicarea unei presiuni de aproximativ 60 Mpa. Materialul din care se poate realiza este un otel nemagnetic sau VT8. In cazul de fata s-a ales sa se foloseasca VT8.

Piesa polara (fig.11) este executata dintr-un otel magnetic.



Fig. 9. Proiect de executie a piesei trapezoidale v1.





Fig. 10. Proiect de executie a poansonului v1.



Fig. 11. Proiect de executie a piesei polare v1.

D.I.3.3. Realizarea structurii mecanice, a bobinei de excitatie, a bobinei de masura si a circuitelor de alimentare, masura si achizitie a datelor experimentale.

Subansamblele demonstratorului experimental au fost realizate de către partenerul P1-ICPE-CA conform proiectelor de execuție prezentate în livrabilul D.I.3.2, optându-se pentru o structura mecanică de sprijin realizată din lemn. Miezul magnetic de tip U s-a realizat în 2 variante: masiv, din OL magnetic (prin: frezare, debitare prin electroeroziune, rectificare finală), respectiv din tole de FeSi. În vederea evitării oxidării jugului magnetic masiv, acesta se poate acoperi cu un strat de lac. Miezul magnetic de tip I (eșantionul de măsurat) este realizat din material feromagnetic (nanopulberi de Fe, FeCo sau FeNi) și este obținut prin presarea pulberilor într-o matriță ce permite presarea in camp magnetic. Presarea se execută cu ajutorul unei prese de 25 Mpa. Finisarea miezului magnetic, în cotele dorite, s-a realizat prin frezare sau rectificare.

Pentru realizarea dispozitivului de măsură, pe lângă miezul magnetic sunt necesare 4 bobine realizate din sârma de cupru. Carcasa de bobină a fost realizată din textolit cu grosimea de 1 mm. Forma geometrică permite ansamblarea carcasei bobinei astfel încât să nu se foloseasca nici un adeziv pentru lipit. Prelucrarea carcasei a fost efectuata prin frezare. Pentru o îmbinare cât mai bună s-a pus accent pe respectarea cotelor din desen; astfel se poate realiza o bobinare a firului de cupru cât mai uniform pe carcasă, ceea ce duce la o citire cât mai uniformă a semnalului electric.

Prototipul demonstratorului experimental, însoțit de echipamentele de măsură, este prezentat în fig. 1. Bobinele de excitație (în număr de 4 pentru fiecare din cele 2 variante constructive) au fost bobinate cu sârmă de Cu având diametrul de 0.5 mm, în câte 2 secțiuni cu borne independente: înfășurarea (secțiunea) internă cu 660 (v1) / 680 (v2) spire, respectiv înfășurarea (secțiunea) externă cu 780 (v1) / 760 (v2) spire. Bobinele de măsură – 4 bobine pentru măsurarea lui *H* și o bobină pentru măsurarea lui *B* – au fost realizate din sârmă de Cu cu diametrul de 0.11 mm, având câte 1000 de spire pentru bobinele de *H*, respectiv 2000 spire pentru bobina de *B*.

Bobinele de măsură sunt astfel concepute încât să permită achiziția mărimilor câmpului magnetic: intensitatea câmpului magnetic lângă eșantion și inducția câmpului magnetic prin secțiunea eșantionului. Atât bobina de inducție magnetică cât și cele 4 bobine de intensitate a câmpului magnetic, câte una pe fiecare față a eșantionului de secțiune pătrată, sunt poziționate pe eșantionul de măsurat – vezi fig. 2.

Conectarea bobinelor de excitație este realizată cu ajutorul plăcilor de conexiune, dispunerea spațială a conductoarelor de legătură fiind prezentată în fig. 3. Conectarea serie/paralel a secțiunilor dorite, necesare pentru asigurarea solenației corespunzătoare în eșantionul analizat (plasat între cele două juguri de tip "U"), este facilitată de o placă de conexiuni matricială. Fiecare linie de câte 5 borne din stânga, respectiv dreapta plăcii sunt conectate împreună intern. De exemplu, în fig. 3 este prezentată schema de conexiuni și culorile conductoarelor corespunzătoare conectării paralel a tuturor secțiunilor bobinelor de excitație.



Fig. 1. Prototipul demonstratorului experimental.



Fig. 2. Dispozitivul experimental și plasarea bobinelor de măsură.



Fig. 3. Plasarea contactelor pentru secțiunile celor 4 bobine de excitație, codul culorilor folosit pentru conductoarele de legătură și schema de conectare paralel pe placa de conexiuni.

Circuitul de măsurare cuprinde o bobină destinată măsurării tensiunii induse de variația fluxului magnetic prin secțiunea transversală a materialului investigat și 4 bobine plasate pe fiecare fața a jugului median (eșantionul investigat) în care se induc tensiuni datorită variației fluxului magnetic în aer, în imediata proximitate a eșantionului. S-a verificat prin simulări numerice că inducția magnetică rămâne constantă în secțiunea eșantionului pe toată lungimea bobinei de măsură, deci tensiunea indusă măsurată va fi proporțională cu derivata inducției magnetice. Cele 4 bobine (de câmp) sunt de secțiune transversală minimă, plate, astfel încât tensiunea indusă măsurată va fi proporțională cu derivata inducției a eșantion, adică și cu derivata intensității câmpului magnetic tangențială (pentru că $\mathbf{B}=\mu_0\mathbf{H}$ în aer) ce se conservă la suprafața eșantionului. S-a optat pentru 4 bobine pentru a verifica uniformitatea câmpului în spațiul din jurul eșantionului. Specificațiile bobinelor și modul lor de asamblare sunt prezentate în fig. 4.



Fig. 4. Amplasarea și caracteristicile bobinelor de măsură

Schema de conexiuni a bobinelor (4 pentru H, una pentru B) și identificarea acestora prin conductoare colorate este prezentată în fig. 5.



Fig. 5. Modul de conectare a bobinelor de măsură.

Circuitul de alimentare, de achiziție și prelucrare a datelor are structura prezentată în fig. 6, schema logică fiind cea din fig. 7. Aparatele apartin Laboratorului de Magnetism Tehnic din cadrul CO-UPB.



Fig. 6. Circuitul de măsură și achiziție a datelor.



Fig. 7. Schema de principiu a lanțului de măsură

Principalele echipamente și instrumente de măsură utilizate (vezi fig. 6) au caracteristicile prezentate în fișele următoare.

GENERATOR DE SEMNAL, BK PRECISION 4017B





Număr canale	2		
Domenii de frecvență:			
Sinus	0.01 Hz 20 MHz		
Dreptunghi	0.01 Hz 20 MHz		
Triunghi	0.01 Hz 2 MHz		
Impuls	0.01 Hz 20 MHz		
Acuratețe	0.001% (10 ppm) la < 500 Hz: 0.001% + 0.006 Hz		
Rezoluție	Până la 8 digiți		
Caracteristici semnal arbitrar:			
Lungime formă de undă	2 16382 puncte		
Rezoluție verticală 14 biți			
Rată de eșantionare	8 ns 100 s		
Caracteristici de ieșire:			
	10 mVpp 10 Vpp (50 Ω);		
Domeniu amplitudine	20 m. Ver 20 Ver (error sizesit)		
Degelutie emplitudine	20 m v pp 20 v pp (open circuit)		
A curatata amplitudine	$\frac{3 \operatorname{digi}_{1}(1000 \operatorname{contoriz}_{1})}{1000 \operatorname{contoriz}_{1}}$		
Acurateje amplitudine	$\pm 2\% \pm 20 \text{ mV din valoarea programată de la 1.01V-10V}$ $-4.99 \text{ V} 4.99 \text{ V} (50 \text{ Q})$		
Domeniu Offset (c.c.)	-4.99 V 4.99 V (50 Ω) 10 mV 3 digiti		
A curatoto offsat	10 mV, 3 digiti		
Acutateje onset Impedantă de jesire	$\pm 2\% \pm 10 \text{ mV} (50 \Omega)$		
Cana et avisti ei forme e de un de	50 52 ± 270		
Curacteristici forme de unad.	0 - 1 MHz < -60 dBc		
	1 MHz - 5 MHz, < -50 dBc		
Distorsiuni armonice			
	5 MHz - 12 MHz, < -45 dBc		
	12 MHz = 20 MHz, < -50 dBC		
Duty Cycle	dreptungin: 20% - 80% to 2 MHz		
	Triunghi: 1% - 99% in pași 1%, până la 200 kHz		
Asimetrie (50 % duty cycle)	$\pm 1\%$		
Jitter (dreptunghi)	< 50 ps rms (cycle-to-cycle, typical)		
Moduri de operare:			
Continuu	Continuu sau programabil		
Cu trigger	DA		

Gate	comportare similară cu triggerul, dar forma de undă este executată pe durata porții semnalului	
BURST	DA, 2-65535 cicluri	
Sursă trigger	Intern, extern, manual	
Caracteristici modulare:		
Modulare în amplitudine (AM):		
Modulare internă	0.1 Hz – 20 kHz -> sinus, dreptunghi, triunghi	
Adâncime	0% - 100%	
Modulare în frecvență (FM):		
Modulare internă	0.1 Hz – 20 kHz -> sinus, dreptunghi, triunghi	
Deviație	1 μHz la frecvența maximă / 2	
Modulare tip FSK	≤100 kHz-> sinus, dreptunghi, triunghi	

OSCILOSCOPUL LECROY WAVE-SURFER 422: 200 MHZ CU 2 CANALE



Main Specifications	424	422	434	432	454	452
Bandwidth (at probe tip)	2	00 MHz	350 MHz		500 MHz	
Rise Time		2 ms	1.15 ns		800 ps	
Input Channels	4	2	4	2	-4	2
Display		10.4" Col	or flat-panel TFT-L	CD, 800x600 SVG	A, touch screen	
Sample Rate (single-shot)		2 GS/	's max (interleaved	f mode), 1 GS/s (a	II channels)	
Sample Rate (RIS mode)			5	i0 GS/s		
Standard Record Length		500 kpts/Ch (interleaved mode), 250 kpts/Ch (all channels)				
Maximum Record Length (Optional)	2 Mpts/Ch (interleaved mode), 1 Mpts/Ch (all channels)					
Standard Capture Time			up to 250 µs	at full sample rat	e	
Maximum Capture Time (Optional)			up to 1 ms	at full sample rate		
Vertical Resolution	8 bits					
Vertical Sensitivity	1 mV/div - 10 V/div (1 MΩ); 1 mV/div - 2 V/div (50 Ω)					
Vertical (DC Gain) Accuracy			±(1.5% + 0	.5% of full scale)		
BW Limit		20 MHz	i	20 M	Hz, 200 MHz	
Maximum Input Voltage	±400 Vpk (CAT I), ±300 Vpk (CAT II)					
Input Coupling	AC, DC, GND (AC for 1 MΩ only)					
Input Impedance	1 MΩ//16 pF, or 50 Ω +/-1%,					
Probing System	BNC or ProBus®					
Probes	One PP007 per channel (standard)					
Time Base Range	1 ns/div - 1000 s/div (roll mode from 500 ms/div to 1000 s/div)					
Time Base Accuracy	10 ppm					

MULTIMETRU DIGITAL DE LABORATOR BK PRECESION 5492



- Modelul 5492 masoara volti si amperi cu mare precizie si stabilitate, cu o precizie de baza de 0,01% Vcc.
- Echipamentul este, de asemenea, capabil sa măsoare frecventa, perioada, rezistenta, continuitate si efectuarea de teste de dioda. Citirile pot fi luate la o viteza maxima de 57 citiri / sec si stocate intr-un buffer intern de 512 octeti pentru analiza statistica post-achizitie.
- 5¹/₂ digiti, afisaj cu rezolutia de 120.000 cifre
- precizie de baza de 0,01% Vcc
- Optiuni avansate de triggerare cum ar fi bus extern si eveniment de trigger
- Doua si patru fire pentru masurarea rezistentei de pana la $120 \text{ M}\Omega$
- Masurarea tensiunii alternative si a curentului alternativ peste o gama larga de frecvente (Vca 100 kHz / Ica 10 kHz)
- Masuratori de curent de pana la 12 A CA (RMS) si CC
- Modul limita pentru testare pass / fail
- Save/recall de pana la 10 setari ale instrumentului
- Functii matematice incorporate: Rel, Max/Min, dBm, dB, %, Hold, Compare
- Protectie CAT I (1000 V)/CAT II (300 V)

MULTIMETRU DIGITAL DE LABORATOR AGILENT 34410 A



- Afişaj 6 ¹/₂ digiti
- Domeniu curent alternativ.: 100µA...3A Acuratete: 0.1%
- Domeniu curent continuu : $100\mu A / 1mA / 10mA / 100mA / 1A / 3A$ Acuratete: 0.05%
- Domeniu tensiune c.a : 100mV / 1V / 750VAcuratete: 0.06%
- Domeniu tensiune c.c : 100mV / 1V / 10V / 100V / 1000V Acuratete: 0.003%
- Rezistenta Domeniu: 100Ω / $1k\Omega$ / $10k\Omega$ / $100k\Omega$ / $1M\Omega$ / $10M\Omega$ / $100M\Omega$ / $1G\Omega$ Acuratete: 0.01%
- Capacitate Domeniu: 1nF/ 10nF / 100nF / 1 μ F / 10 μ F Acuratete: 0.4%
- Frecventa Domeniu: 3 Hz...300kHz Acuratete: 0.007% Temperatura: -200...+600°C

- Precizie: .0030 % DC,0.06% AC
- 14 funcții de măsură inclusiv pentru măsuarea capacității și a temperaturii
- Posibilități de memorare a până la 50000 de citiri
- 14 measurement functions including capacitance & temperature
- LAN (LXI Class C), USB & GPIB standard
- 10,000 citiri/sec @ 5 1/2 digits to the PC
- 1,000 citiri/sec @ 6 1/2 digits to the PC

AMPLIFICATOR DE PUTERE HSA 4014





D.I.3.4. Elaborare si implementare suport software pentru achizitia, vizualizarea si prelucrarea datelor experimentale.

Semnalele furnizate de bobinele de măsură, integrate, sunt proporționale cu inducția câmpului magnetic respectiv intensitatea câmpului magnetic. Prelucrarea software a semnalelor achiziționate se face prin prelucrare în MATLAB, unde au fost elaborate de catre CO-UPB o serie de rutine de calcul dedicate. Prezentăm în continuare **principalele componente software** de procesare a datelor experimentale pentru obținerea ciclurilor de histerezis B(H) pentru materialul investigat.

 În prima etapă a fost elaborat un <u>filtru numeric</u> care să elimine nivelul de zgomot care însoțesc semnalele achiziționate. Figura 1 prezintă linii ale acestui cod în MATLAB iar în fig. 2 este prezentat efectul filtrării asupra unui semnal real (semnal util însoțit de un semnal aleatoriu -zgomot).



Fig. 1. Fragment din codul elaborat pentru filtrarea numerică a semnalelor.



Fig. 2. Efectul filtrării software (dreapta) pentru un semnal real.

2. După filtrarea semnalelor, se aplică procedura de <u>scalare</u> a semnalelor proporționale cu inducția magnetică respectiv intensitatea câmpului magnetic (Fig. 3). În Fig. 4 sunt prezentate semnale achiziționate filtrate și scalate.



Fig. 3. Fragment din codul elaborat pentru scalarea semnalelor de la bobinele de măsură.



Fig. 4. Semnale filtrate și scalate (stânga) și selecția acestora pentru o perioadă.

 Pachetul software conceput poate permite <u>vizualizarea concomitentă</u> a mai multe semnale prelucrate, în diferite faze ale procesării – vezi fig. 5. Astfel, în fig. 6 sunt reprezentate semnalele corespunzătoare frecvențelor de 50 Hz şi 500 Hz, la două valori diferite ale curenților prin bobinele de excitație.



Fig. 5. Fragment din codul elaborat pentru vizualizarea concomitentă a mai multor semnale.



Fig. 6. Semnale filtrate și scalate pentru 50 Hz (stânga) și 500 Hz (dreapta), curenții injectați în bobinele de excitație fiind de de 0.8 A (sus), respectiv 1.5 A (jos).

4. Codul software realizat permite și vizualizarea formei ciclului de histerezis al materialului magnetic investigat, prin reprezentarea în același plan a semnalelor prelucrate corespunzător, pornind de la relațiile:

$$H(t) = k^{H} \int_{t_{0}}^{t} u_{H}(t) dt, \text{ unde } k^{H} = \frac{1}{N_{1}A_{sp}\mu_{0}} \text{ sau } H(t) = 53,078 \cdot 10^{6} \times \int_{t_{0}}^{t} u(t) dt,$$
$$H(t) = k^{B} \int_{t_{0}}^{t} u(t) dt, \text{ unde } k^{B} = \frac{1}{N_{2}A_{miez}} = B(t) = 5 \times \int_{t_{0}}^{t} u_{B}(t) dt,$$

În fig. 7 este exemplificat modul de vizualizare a semnalelor prelucrate ce corespund variației pentru o perioadă a inducției magnetice și a intensității câmpului magnetic din interiorul miezului magnetic investigat. Pachetele software realizate facilitează și evaluarea cantitativă a ariei ciclului de histerezis al materialelor investigate (proporționale cu pierderile). Aceste date vor fi utilizate în procedura de separație a pierderilor magnetice, identificarea parametrilor de material și estimarea pierderilor pentru alte regimuri de funcționare.



Fig. 7. Variațiile mărimilor magnetice (B, H) pentru o perioadă.

D.I.4. SELECȚIA MATERIALELOR, FABRICAREA MIEZURILOR SMNC SI CARACTERIZAREA LOR EXPERIMENTALĂ (Raport tehnic, CO+P1)

Raportul conține rezultatele activităților A.I.5 și A.I.6 din Planul de realizare:

A.I.5. Proiectare miezuri magnetice moi nanocompozite (SMnC)

- **CO** Selectarea tipurilor de miezuri magnetice si de materiale componente specifice diverselor aplicatii si game de frecventa.
- **P1** Identificarea cerintelor tehnologice si de materiale pentru fabricatia nanopulberilor si a miezurilor SMnC dorite.
- A.I.6. Realizare miezuri SMnC dedicate demonstratorului experimental
 - P1 Producerea nanoparticulelor, a pulberilor mixate si realizarea miezurilor SMnC.
 - **CO** Masurarea parametrilor si curbelor de magnetizare cuasi-statice pentru nanopulberi si esantioane din compozitele realizate.

La activități au participat cei doi parteneri:

CO. Universitatea Politehnica din București

P1. Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE - CA București

D.I.4.1. Selectarea tipurilor de miezuri magnetice si de materiale componente specifice diverselor aplicatii si game de frecventa

Coordonatorul CO-UPB a investigat literatura de specialitate în vederea identificării corelațiilor dintre materialele compozite și aplicațiile în care se folosesc diferitele lor proprietăți, o atenție deosebită acordându-se restricțiilor impuse de frecvența de lucru.

Materialele compozite reprezintă un domeniu prioritar de cercetare în momentul de față fiind utilizate cu succes în realizarea de structuri performante în diferite ramuri ale tehnicii. Necesitatea de a găsi materiale noi, capabile să satisfacă cerințele din ce în ce mai mari ale industriei, au determinat cercetătorii să găsească soluții. Una dintre soluțiile cele mai la îndemână a fost dezvoltarea de materiale pornind de la materiale deja existente prin schimbarea compoziției sau a proprietăților acestora. Ele reprezintă o foarte bună alternativă a materialelor clasice în diferite aplicații, dar pot fi folosite cu succes și în noi arii de cercetare.

Un material compozit poate fi descris ca fiind o combinație între două sau mai multe materiale distincte, care la nivel microscopic își mențin proprietățile și structura proprie, dar la nivel macroscopic materialul rezultant apare ca fiind omogen. Întreg ansamblul prezintă caracteristici și proprietăți diferite față de fiecare material component în parte. Deoarece există multe modalități de a obține materiale compozite este important să se studieze structura și proprietățile lor. Caracteristic acestor materiale este faptul că proprietățile materialelor componente sunt complementare. Cel mai simplu material compozit este format din două componente. Unul dintre ele poartă denumirea de matrice, iar celălalt se numește incluziune (întăritură). Incluziunile sunt încorporate în matrice, aceasta din urmă având ca prim rol protejarea acestora.

O modalitate de a clasifica materialele compozite din punctul de vedere al tipului incluziunilor este prezentată în fig. 1 [1]. Pentru a studia un material compozit trebuie să se ia în considerare forma incluziunilor, tipul lor, influența pe care o are matricea asupra incluziunilor și invers, dimensiunile incluziunilor – cu cât dimensiunile sunt mai mici cu atât câmpurile care apar sunt mai greu de controlat [2].

Materialele compozite magnetice au început să fie folosite la scară largă pe la jumătatea secolului XX, ajungând în momentul de față să fie printre cele mai vândute tipuri de materiale. La început erau folosite preponderent pentru consolidarea diferitelor structuri. În ultimii ani aceste materiale au avut parte de o atenție specială din partea comunității științifice. Pornind de la aplicații folosite în unele cazuri zilnic (domeniu înregistrărilor magnetice), de la aplicații macroscopice (realizarea de bobine) până la aplicații microscopice (MEMS) sau pentru aplicații deosebite (cele din domeniul medical), aceste materiale continuă să evolueze, îmbunătăținduși proprietățile și lărgind domeniile de aplicații.



Fig. 1. Reprezentarea schematică a materialelor compozite [1]

O împărțire a aplicațiilor materialelor compozite magnetice în funcție de tipul de incluziune – material magnetic moale sau dur, poate fi realizată astfel [3]:

- materialele compozite cu *incluziuni din materiale magnetice moi* se folosesc pentru: transformatoare, bobine de impedanță, senzori, instrumente de măsurare, convertoare de frecvență, transformatoare de semnal, cap de citire-scriere pentru dispozitive digitale, ecrane magnetice, convertoare magnetostrictive, ingineria telecomunicațiilor, surse de alimentare pentru calculatoare etc.
- materialele compozite cu *incluziuni din materiale magnetice dure* se folosesc pentru: motoare de curent fără perii, senzori ABS, bobine folosite în construcția motoarelor,

diverse cuplaje, difuzoare, generatoare, motoare pas cu pas, senzori, rulmenți, transmițătoare, separatoare magnetice folosite pentru eliminarea materialelor de mici dimensiuni ce conțin fier, în medicină pentru tomografii și RMN.

În cazul materialelor compozite magnetice matricea are rol de izolare electrică între particulele de pulbere feromagnetică, precum și de consolidare a particulelor de pulbere, oferind rezistență mecanică materialului rezultant [4].

Materialele compozite magnetice moi pot fi clasificate și caracterizate după factorul de umplere K_f - raportul dintre volumul ocupat de pulberea feromagnetica și volumul total al materialului compozit – fig. 2. Astfel, materialele compozite magnetice moi se împart în [4]: magnetodielectrici ($K_f < 0.7$), materiale intermediare ($K_f = 0.7 \div 0.8$) si dielectromagneți ($K_f > 0.8$).

Materialele compozite cu factor de umplere mai mare de 0.7 au în general proprietăți magnetice mai scăzute decât ale materialelor magnetice moi sinterizate, însă rezistivitatea lor foarte ridicată le face utilizabile în aplicații la frecvențe medii și înalte. Izolarea electrică a particulelor de pulbere (fig. 3) duce la creșterea rezistivității electrice a materialului compozit cu 2÷4 ordine de mărime comparativ cu rezistivitatea electrică a unui material similar compact [4], având ca efect o scădere a pierderilor prin curenți turbionari.



Fig. 2. Reprezentarea schematică a materialelor compozite magnetice moi, unde 1 reprezintă particula de fier și 2 dielectricul [4]



Fig.3. Reprezentarea schematică a unui material compozit, unde 1 reprezinta particula de pulbere de Fe, iar 2 si 3 dielectricul [4]

Proprietățile materialului magnetic compozit depind de dimensiunea și forma particulei de pulbere utilizată, de cantitate și tipul dielectricului. Cel mai des, ca și matrice, este utilizată

rășina epoxidică deoarece prezintă adeziune maximă la multe materiale. Proprietățile mai sunt influențate de parametrii de procesare cât și de proprietățile și structura pulberii feromagnetice utilizate. Datorită versatilității lor, materialele compozite sunt utilizate cu succes în foarte multe aplicații cum ar fi: ecranarea electromagnetică [5]-[6], sistemele de comunicație, senzori magnetici, dispozitive inductive [7], dispozitive de înregistrare magnetică, dispozitive electromagnetice [8], bobine sau transformatoare realizate din materiale compozite feromagnetice [9], domeniul undelor radio, a microundelor sau a mașinilor electrice, unde se dorește o valoare cât mai mare a permeabilității magnetice în tot spectrul frecvențelor, precum și valori scăzute ale pierderilor [10], MEMS (dispozitive micro-electro-mecanice) [11], pentru medicina, livrarea de medicamente, imagistica bio, marcarea bio, ingineria tesuturilor, materiale pentru aplicațiile structurale aerospațiale [12] etc. De asemenea, materialele compozite cu matrice polimerică și incluziuni magnetice în dispozitive de frecvență înaltă [13] ÷ [15].

Tendința actuală este reprezentată de crearea și utilizarea materialelor compozite cu incluziuni de dimensiuni nanoscopice. Acest fapt nu exclude ca cercetătorii să nu continue să dezvolte și să analizeze materialele cu incluziuni de dimensiuni mai mari (microscopice). Un exemplu îl constituie materialele compozite cu matrice epoxidică și incluziuni din Nd-Fe-B. Concentrațiile acestor incluziuni, precum și legătura cu tipul matricii, duc la modificări ale proprietăților finale ale materialului compozit – se poate obține o valoare mai mare a inducției remanente, duritate crescută etc.

Dezvoltarea materialelor compozite este strâns legată de modul de realizare al acestora. Se pot utiliza matrițe (eșantioanele obținându-se prin presare) sau se poate utiliza metoda compactării și alierii mecanice.

În momentul de față, cele mai utilizate metode sunt cele chimice. Se vor enumera câteva metode utilizate recent pentru obținerea de materiale compozite, detaliile referitoare la aceste metode chimice fiind precizate în lucrările citate. Astfel, în lucrarea [16] este prezentată o metodă de obținere a materialelor compozite magnetice sub formă de microsfere. În urma unui proces de polimerizare prin distilare și precipitare se obțin materiale compozite sub formă de nucleu - înveliș ce au în componență, pe post de nucleu, clusteri magnetici de dimensiuni nanometrice acoperiți cu o matrice polimerică (acid metilacrilic) și ca înveliș particule de titan imobilizate într-o matrice polimerică de tip PEGMF (polimer etil-glicol-metilacrilic-fosfat). Acest tip de materiale se pot utiliza în aplicații medicale (analiza celulelor).

O altă metodă pe care am reținut-o este prezentată în lucrarea [17] unde este prezentat un procedeu de realizare a unor filme nanocompozite cu incluziuni sub formă de nanoparticule ce sunt distribuite omogen în matrice. Metoda se bazează pe procedeul de sinterizare la cald, urmat de depunerea folosind aerosoli, tratament termic și acoperirea cu polimer. Prin repetarea procedeului de mai multe ori se obține un material multistrat cu proprietăți superioare datorate modului de așezarea a incluziunilor în matrice.

O altă metodă ce poate fi utilizată este cea a depunerii chimice. În lucrarea [18] sunt prezentate studii preliminare referitoare la obținerea materialelor compozite cu matrice de carbon și incluziuni din Ni și NiMo – figura 4.

O metodă bună pentru a realiza materiale compozite cu incluziuni sub formă de fibre este cea a electrodepunerii. Conform [19], autorii au reușit să obțină, folosind această metodă,
materiale magnetice cu incluziuni sub formă de nanofibre de ferită de bariu de dimensiuni de $10 - 15 \mu m$ într-o matrice de aliaj (NiCo).

Materialele ce se pot utiliza în domeniul înregistrărilor magnetice, ecranării electromagnetice, absorbției microundelor (pentru o frecvență între 2 și 18 GHz) au fost obținute folosind compozite magnetice cu incluziuni din ferită de bariu acoperite cu cenușă cenosferică (pulbere din siliciu, fier și aluminiu – figura 5) folosind o metodă de autocombustie.



Fig. 4. Modul de preparare al materialelor compozite cu matrice de carbon și incluziuni din Ni și NiMo [18]



Fig. 5. Cenosfere [20]

În domeniul medicinii, folosirea materialelor magnetice nanocompozite a adus multe contribuții. Trei echipe ale Universității Kiel din Germania și-au unit forțele pentru a dezvolta un nou tip de senzor magnetoelectric realizat din materiale compozite [21]. Noutatea acestor senzori este adusă de faptul că între ei nu există nici un fel de interacțiune ceea ce înseamnă că se pot realiza aranjamente ce contin sute de astfel de senzori. Utilizând aceste aranjamente se pot obține hărți ale undelor cerebrale. O astfel de analiză este importantă pentru a diagnostica epilepsia, demența, sau senzorii se pot utiliza în terapii folosite în boala Parkinson pentru stimularea creierului etc. Materialul compozit are o dimensiune de câtiva nanometri si este din AlN multistraturi cu secventa Ta/Cu/Mn₇₀Ir₃₀/Fe₅₀Co₅₀ format si sau Ta/Cu/Mn₇₀Ir₃₀/Fe_{70.2}Co_{7.8}Si₁₂B₁₀. Senzorul se depune pe un strat antiferomagnetic cu dimensiuni de aproximativ 1µm din IrMn, strat care permite producerea directă a câmpului de polarizare necesar efectuării măsurătorilor dorite.

Cercetătorii de la Institutul de Tehnologie din Elveția [ETH] au reușit să creeze materiale compozite ce imită structura scoicilor – matrice moale în care sunt aliniate elemente rigide [22]. S-au obținut materiale flexibile, ușoare și rezistente, cu incluziuni cu orientare și distribuite tridimensional. Materialul compozit complet combină materialele plastice, ceramice și metalice. Particulele magnetice, de dimensiuni microscopice și în concentrație de aproximativ 1%, sunt folosite pentru a ghida incluziunile compozitului la locurile lor predefinite din material. Astfel de materiale se pot utiliza în industria aerospațială sau pentru realizarea turbinelor eoliene.

Materialele compozite cu matrice metalică și incluziuni din carbon sub formă de nanotuburi au potențiale aplicații pentru dispozitive de stocare magnetică [23], senzori magnetici [24] etc. Materialele compozite existente sunt și ele supuse unor analize în vedere încercării optimizării lor. De exemplu, proprietățile magnetice ale materialelor compozite moi pot și îmbunătățite prin folosirea de inclziuni sub formă de particule din Fe-3%Si tăiate din foi de oțel [25], [26].

Un miez magnetic este un material compozit presat și sinterizat în forme ușor de recunoscut. Ele sunt caracterizate de o permeabilitate magnetică ridicată, utilizată pentru a limita și a ghida câmpurile magnetice în dispozitivele electrice, electromecanice și magnetice. În funcție de dimensiuni și frecveța de funcționare există patru aplicații mari pentru miezurile realizate din ferită [27]:

1. Transformatoarele de semnal - sunt de dimensiuni mici și includ filtre cu crestături și transformatoare audio.

2. Transformatoarele de putere - au dimensiuni și frecvențe mari, fiind folosite pentru aplicațiile de putere.

3. Inductoare - folosite pentru eliminarea zgomotului nedorit de înaltă frecvență

4. Transformatoare de bandă largă - unde este necesară o inductanță simplă într-un circuit.

Există două tipuri de materiale magnetice moi utilizate pe scară largă: materiale metalice pe bază de aliaj de Fe, Ni, Co pentru aplicații cu frecvență joasă (< 2 kHz); materiale ceramice pe bază de oxid (10 kHz - 1 MHz). Odată cu creșterea cerințelor în domeniul electronicii de putere pentru reducerea dimensiunii, greutății și costurilor, este necesară creșterea frecvenței operaționale la peste 1MHz. Prin urmare, este de dorit dezvoltarea de materiale magnetice moi cu o frecvență ridicată de operare, o permeabilitate ridicată și o capacitate de mare putere [6].

Materialele magnetice moi nanocompozite, cu permeabilitate relativă de 10-80 ce pot fi folosite în transformatoare, și nu numai, în intervalele de frecvențe de la 1 - 100 MHz, au fost dezvoltate de Spectrum Magnetics [6].

În momentul de față este o cerere mare, în special în domeniul electronicii de putere, de mărime și greutate redusă, să se mărească frecvența operațională la valori de peste 1 MHz, toate acestea la un cost cât mai redus. Din acest motiv este de dorit să se dezvolte materiale compozite magnetice moi cu o frecvență ridicată de operare, o permeabilitate ridicată și o capacitate de mare putere. Materialele magnetice cu nanocompozite magnetice dezvoltate au valori ridicate ale inducției magnetice de saturație și pierderi reduse de curenți turbionari, precum și valori ridicate ale temperaturii Curie. O modalitate de a reduce pierderile este adaugarea de siliciu. Astfel dacă se adaugă la fier aproximativ 3% siliciu, rezistivitatea materialului compozit crește de până la patru ori, acest lucru ducând la reducerea curenților turbionari. Creșterea prea mare a concentrației de siliciu în miezurile compozite poate afecta proprietățile mecanice.

Adăugarea fosforului are de asemenea influență pozitivă asupra densității și proprietăților magnetice ale materialului. Un conținut optim de P de 0,8% gr sub formă de pulbere fină Fe₃P determină creșterea densității cu 4,7%, a rezistivității electrice cu 90%, a permeabilității cu 146%, descreșterea câmpului coercitiv cu 52%, a pierderilor totale cu 51% și a pierderilor prin histerezis cu 61% [28].

Unul din marile avantaje ale materialelor magnetice compozite moi, care sunt fabricate din pulbere comprimată, este faptul că este posibilă producerea pieselor cu geometrii complexe.

Componentele realizate din materiale compozite moi pot fi mai mici, mai ușoare și mai ieftine decat cele tradiționale plus că are proprietăți mult mai bune decât în comparație cu tabla laminată tradițională care are numai proprietăți bune în două direcții.

Datorită izolării electrice a particulelor de pulbere rezistivitatea electrică a materialulul compozit crește cu 2-4 ordine de mărime față de rezistivitatea electrică a materialului similar, compact, ceea ce are ca efect o scădere în același raport a pierderilor prin curenți turbionari. În general aceste materiale au proprietăți magnetice mai scăzute decât ale materialelor magnetice moi sinterizate, dar rezistivitatea lor foarte ridicată le face utilizabile în aplicații la frecvențe medii și înalte.

Una din cerințele importante pentru a avea miezuri din materiale compozite moi eficiente este ca pierderile să fie scăzute și valori ridicate ale magnetizației de saturație. De exemplu, în articolul [29] este precizat că s-a obținut o valoare de 1.79 T când s-a utilizat $Fe_{67}Co_{20}Ti_7Zr_6$ – au fost distribuite uniform nanocristale de α -Fe.

Procesarea nanocompozitului a oferit o nouă abordare pentru fabricarea materialelor magnetice moi. Într-un nanocompozit magnetic / ceramic, rezistivitatea poate fi crescută drastic, ducând la o scădere semnificativă a curentului turbionar. În plus, cuplajul de schimb între nanoparticule magnetice învecinate poate depăși efectul de anizotropie și demagnetizare, ducând la proprietăți magnetice moi mult mai bune decât ale materialelor convenționale de tip bulk. De exemplu, s-a descoperit că un nanocompozit pe bază de Co sau Fe poate avea o permeabilitate mult mai mare decât cea obținută din metalul Co sau Fe. Această mare creștere a permeabilității se datorează efectului de cuplaj de schimb [30].

Aplicații care teoretic ar merge până la câțiva GHZ sunt limitate la o funcționare de câteva sute de kHz datorită pierderilor prin curenți turbionari între particulele alaturate. Materiale care folosite în diverse aplicații permit ca acestea să fie folosite la frecvențe de 10Mhz (chiar 100 Mhz și ideal 1Ghz) sunt, de exemplu, fulgi laminați de dimensiune de 100nm până la 20 µm acoperiți cu material izolator [31].

O soluție pentru a crește limita superioară a frecvențelor de utilizare a materialelor nanocompozite este aceea de a folosi matrici ceramice.

Matricea sau numărul incluziunilor nu influențează foarte mult pierderile prin histerezis, în schimb cu cât sunt mai multe incluziuni feromagnetice cu atât pierderile prin curenți turbionari cresc [32].

Miezurile nanocompozite magnetice moi sunt dezvoltate pentru componente ale inductoarelor, transformatoarelor etc ce funcționează la un interval de frecvență de la MHz la GHz – fig. 6. Spre deosebire de alt tip de materiale acestea prezintă stabilitate termică îmbunătățită, magnetizare mai mare și pierderi mai mici [33], [34]. Dacă frecvența este mai mare de 400Hz este recomandat să se foloseasca materiale compozite [33].

Curenții turbionari generați în urma folosirii la frecvențe înalte duc la apariția de pierderi mari și limitează performanța miezurilor magnetice. O soluție pentru a reduce curenții turbionari este de a folosi incluziuni nemagnetice (de exemplu, polimeri sau silica), dar aceste materiale compromit semnificativ permeabilitatea și magnetizația de saturație a compozitului. Pentru a reduce valorile curenților turbionari există mai multe metode folosite, una dintre acestea este procesul de electro-infiltrare (metal galvanizat este utilizat pentru a umple spațiile goale din materialele nanocompozite - o astfel de metodă este prezentată în lucrarea [35]).



Fig. 6 Variația pierderilor cu frecvența [33]

Materialele magnetice moi sunt utilizate pe scară largă în industria electronică și în fabricarea componentelor de bază ale motoarelor electrice. Există diferite studii efectuate pentru a obține materiale noi sau pentru a dezvolta pe cele deja existente prin schimbarea compoziției, a structurii sau a tehnologiei de fabricație. Dacă se găsește compoziția chimică exactă va putea fi produs materialul magnetic ce are proprietăți magnetice optimale cu greutate și dimensiuni minime [36].

Miezurile magnetice din compozit moale pot fi utilizate cu succes pentru convertizorul de turație a sistemului de acționare cu motor în vehiculele electrice hibride [37]. Reducerea dimensiunii și a greutății componentelor este o prioritate de vârf în dezvoltarea vehiculelor hibride. Plăcile din oțel electromagnetic, care erau utilizate ca miezuri de reactori, pot fi înlocuite cu succes de materiale magnetice compozite moi, care sunt caracterizate prin proprietăți de înaltă frecvență excelente și proprietăți magnetice izotropice – fig. 7. Prin folosirea acestui nou tip de materiale este de așteptat ca să se reducă mărimea și greutatea reactoarelor [37]. Materialele compozite magnetice sunt obținute în urma compactării pudrei magnetice ale cărui particule sunt izolate – acest lucru ducând la creșterea rezistenței electrice. Particulele nu sunt legate magnetic.



Fig. 7 Caracteristicile plăcilor de oțel electromagnetic și a materialelor compozite magnetice moi [37]

Pierderile, mai ales cele prin curenți turbionari, cresc mult odată cu creșterea frecvenței de operare. Cu cât dimensiunile particulelor sunt mai mici cu atât aceste pierderi sunt micșorate – fig. 8. O atenție sporită trebuie atribuită procesului de fabricație pentru ca în timpul acestuia să nu aibă loc deteriorarea stratului izolator al particulelor care duce la apariția unor căi suplimentare de curent ce duc la creșterea pierderilor prin curenți turbionari și implicit a tuturor pierderilor. [38]



Fig. 8 Exemplu al corelației dintre diametrul particulelor și pierderile în fier [37]

În funcție de tipul incluziunilor folosite se pot trage urmatoarele concluzii :

- pudra pură de fier are trei avantaje: o densitate a fluxului magnetic de saturație ridicat, care este potrivită pentru reducerea mărimii componentelor, compresibilitate ridicată a pulberii și compactabilitate excelentă, și cost relativ scăzut al materiei prime.
- pulberea de aliaj (bazată pe Fe-SI) are următoarele trei caracteristici: densitatea fluxului magnetic relativ scăzută (specifică materialului); compresibilitatea slabă a pulberii care prezintă dificultăți în creșterea densității; frecvențe ridicate, deoarece rezistența electrică este mai mare decât cea a fierului pur.

Prin reducerea particulelor și modificarea procesului de fabricație, astfel încât să se reducă distrugerile suferite de stratul izolator, în lucrarea [37] autorii au reușit să reducă pierderile după cum se poate observa in fig. 9.



Fig. 9 Reducerea pierderilor datorată schimbării modalității de presare [37]

Prin procesarea suprafeței miezului folosind laserul autorii au reușit să obtină rezultate și mai bune decât cele de sus – fig. 10.

În lucrarea [39] sunt prezentate rezultatele obținute de cercetători care au reușit să îmbunătățească materialul compozit prin modificarea modalității de presare și a componentei matricii – fig. 11. Noul tip de material poate fi folosit cu succes în motoarele mașinilor hibride constituind materiale optime pentru motoare și transformatoare de înaltă frecvență care vor fi utilizate în dispozitivele semiconductoare de generație următoare.



Fig. 10 Reducerea pierderilor în urma procesarii laser [37]



Fig. 11 Pierderi in miez în funcție de frecvență [39]



Fig. 12 Îmbunatățirea densității materialului în urma distribuirii controlate a particulelor [39]

Prin omogenizarea distribuției particulelor (fig. 12) pierderile au scăzut. Noul material are un punct Curie mai ridicat – figura 13.

În lucrarea [40] sunt prezentate grafice ale pierderilor în fier ale SMC și ale oțelurilor laminate la diferite frecvențe – a se vedea figura 14, unde materialele folosite sunt următoarele: NO20 și M235-35A (oțeluri electrice laminate convenționale), Somaloy 700HR3P, Siron

®S720, Siron®STestb, Siron®S280b, Siron®S300b, Siron®S400b, oțel electric laminat M330-35A de la firma C.D. Wälzholz și Höganäs 3P Somaloy700HR.

Material		Developed composition Fe-Si-Al alloy	Conventional Fe-SI-Al alloy	Mn+Zn-base ferrite
Magnetic flux density	Tesla	0.89	0.80	0.51
Core loss (25°C)	kW/m³	325	830	57
Core loss (100°C)	kW/m ^s	226	1142	50
Relative permeability	2	56	52	2400
Curie temperature	70	500	500	250

* Core loss measurement condition: 01 T/100 kHz



Fig. 13 Caracteristicele materialelor [39]

Fig. 14 Variatia pierderilor în fier cu inducția câmpului magnetic [40]

Se poate observa că oțelurile electrice au, evident, pierderi de fier mai mici decât SMC în domeniul frecvențelor joase. Cu toate acestea, diferențele devin mai mici cu creșterea frecvenței. La o frecvență egală cu 1000 Hz, pierderile în fier ale M330-35A devin comparabile cu cele ale Somaloy 700HR3P. Diferențele dintre M235-35A și materialul compozit apar la

frecvența 2000 Hz și inducția 1,5 T, când pierderile în fier pentru M330-35A sunt deja mai mari decât cele obținute pentru materialul compozit – vezi si fig. 15.



Fig. 15. Variația pierderilor măsurate cu frecvența pentru Somaloy 700HR3P [40]

În lucrarea [33] sunt prezentate diferite grafice pentru variația frecvenței cu dimensiunile particulelor – vezi fig. 16.



Fig. 16. Variația pierderilor cu frecvența (a), respectiv cu dimensiunile particulelor (b) [33]

A fost dezvoltată o nouă pulbere de fier izolată (AncorLam®) care poate fi compactată cu matrițe, încălzite la 93°C, pentru a obține densități mari, rezistență excelentă și rezistivitate ridicată – fig. 17. În momentul de față conform [33], s-au obținut pierderi bune pentru frecvențe mai mici de 1000 Hz, urmând să se găsească soluții pentru micșorarea pierderilor prin curenți turbinari pentru frecvențe mai mari de 1kHz – vezi fig. 18. Rezultatele obținute sunt promitătoare pentru aplicațiile ce funcționează la frecvențe de peste 5kHz.

	AncorLam	AncorLam 2	AncorLam HR	AncorLam 2HR*	AncorLam 2FHR
Cured density	7.47	7.50	7.45	7.60	7.43
Strength (MPa)	90	40	60	90	60
B @ 10 kA/m (T)	1.47	1.6	1.52	1.64	1.5
Perm at 60 Hz	470	550	370	610	360
Resistivity, μ-Ω-m	>50	>50	>1300	>500	>1300
Coercive field (A/m)	300	245	270	246	280
Core-loss @ 1T (W/kg)					
60 Hz	9	9	7.6	6.6	7.3
100 Hz	15	15	13	11	14
200 Hz	31	31	27	24	27
400 Hz	67	67	53	52	54
1000 Hz	-	245	147	172	146

All compacted at 830 MPA, Tools Heated to 80°C, Cured 300°C+





Fig. 18. Variația pierderilor cu frecvența [33]

Prin adaugarea de aluminiu sau siliciu pierderile scad, același rezultat este obținut dacă se înlocuiește zirconiul cu hafniu [41]. Dacă cresc concentrația de niobiu de la 2% la 3% pierderile scad aproape la jumatate – fig. 19. În concluzie, pierderile sunt influențate foarte mult de compoziția incluziunilor.



Fig. 19. Variația pierderilor cu frecvența [41]

Se dorește ca dispozitivele sau sursele de energie industrială să aibă eficiență ridicată și consum redus de energie. De exemplu, în Japonia consumul de energie al motoarelor ocupă aproximativ 51% din consumul total de energie electrică. Una dintre soluții este reducerea pierderilor în convertirea dintre energie magnetică și energie electrică. Pentru a realiza acest lucru este nevoie de materiale performante. Au fost dezvoltate materiale ca Fe-Si-B-Nb-Cu (FINEMET[®]) și Fe-(Zr, Nb)-B (NANOPERM[®]). În ultimii ani au aparut materialele moderne, Fe-Co-Si-BP-Cu "NANOMET[®]", care prezintă o densitate a fluxului magnetic de saturație ridicat (B> 1,8 T) și coercitivitate scăzută (Hc <10 A / W / kg), materiale care în urma experimentelor au dovedit că dacă miezul unui motor este fabricat din acest tip de material pierderile scad de mai mult de 3 ori [42]. În lucrarea [42] un material cu compoziția Fe_{81.2}Co₄Si_{0.5}B_{9.5}P₄Cu_{0.8}(NANOMET) [®] a fost preparat, dimensiunea unui grăunte fiind de aproximativ 22nm – fig. 20.



Fig. 20. Imagine la microscop a Fe_{81.2}Co₄Si_{0.5}B_{9.5}P₄Cu_{0.8}(NANOMET) [®] [42]

Folosind materialul dezvoltat s-a construit un motor prototip, care prezintă pierderi foarte scăzute ale miezului - 0.4 W. Prin comparație dacă se utilizează un motor cu miez de oțel Si ne-orientat comercial se obțin 1.4 W. Autorii [42] au punctat că eficiența generală a motorului este îmbunătățită de la 85% la 91% numai prin înlocuirea materialului de bază din oțeluri ne-orientate din comerț cu NANOMET.

Apariția materialelor nanocompozite magnetice și continua lor dezvoltarea a permis ca odată cu trecerea anilor pierderile să scadă. Continua dezvoltare a permis ca dimensiunile particulelelor să scadă ceea ce a dus la o micșorare cu aproximativ 98% a dimensiunilor aplicațiilor și cu aproximativ 90% a pierderilor prin comparatie cu materialele clasice. Deși prețul lor este mai mare decât cel al materialelor clasice, acest cost se justifică datorită multiplelor avantaje pe care acestea le aduc [43].

Prin utilizarea unor miezuri compozite magnetice, construite cu o combinație de diferite tipuri de oțeluri magnetice orientate, se poate obține un transformator pentru care s-au redus în mod eficient costurile și pierderile.[44]

Materialele compozite magnetice (SMC) reprezintă o alternativă interesantă, ca material de bază în mașinile electrice, la foile tradiționale din fier laminat. SMC-urile sunt compuse în mare parte din particule pure de pulbere de fier izolate reciproc prin material organic sau anorganic, care izolează și leagă particule feromagnetice și produce rezistivitate electrică ridicată. Extrem de importantă este faza izolatoare care determină densitatea, proprietățile mecanice, electrice și în esență toate proprietățile magnetice ale SMC [45].



Fig. 21 Dependența pierderilor totale de frecvență [45]

În figura 21, pierderile miezului la B= 0,1 T sunt reprezentate grafic față de frecvență, în intervalul de frecvență 2-22 kHz, unde Mix A și Mix B au particule de fier neregulate de 30-160 µm, fără (A) sau cu 2% în greutate (B) de SiO₂ nano-pulbere, sunt amestecate cu 1% (A) sau 2% (B) de rașină, presată și întărită la 100°C; VPI A, VPI B, VPI C și VPI D au particule neregulate de 30-160 µm (A și D) sau sferice 100-160 µm (B și C) sunt amestecate cu 0,4% în greutate (A și B) sau 2% în greutate (C și D) de SiO₂ - VPI = vacuum/pressure impregnated (VPI).

Materialele magnetice compozite pot fi utilizate cu succes ca miezuri magnetice pentru convertoare electrice, în micromotoare electrice și motoare cu putere redusă pentru automatizare, robotică și alte echipamente [46]. Pentru aplicații de înaltă frecvență, în special pentru inducție de valori mari sunt folosite miezuri de pulbere metalice acoperite cu rășină. Stratul de aer, indus de stratul de rășină, reduce permeabilitatea. SMC sunt caracterizate prin rezistivitate electrică ridicată și pierderi foarte mici, fiind din acest punct de vedere foarte utile pentru aplicatiile de frecvență înaltă. Ca și incluziuni se folosesc pulberi feromagnetice de Fe, Fe-Ni, Fe-Si, FeP, FeSi-Al, Mo-Permalloy. Ca liant dielectric se pot utiliza dielectrice organice (rășină epoxidică, elastomeri etc.) sau liant anorganic (fosfați, oxizi, sticlă etc.). Astfel de materiale pot fi produse cu ușurință în diferite forme și cu un nivel redus al pierderilor, la prețuri scăzute. În lucrarea [46] au fost analizate diferite materiale compozite la frecvențe înalte. În figura 22 se poate observa variația pierderilor cu frecvența.



Fig. 22. Comparație între valorile pierderilor de putere pentru diferite probe și la frecvențe diferite [46]

Prin comparație cu materialele comerciale se observă ca materialele compozite (Sample I este Fe73.5Cu1Nb3Si13.5B9 combinat cu 3% polimer siliconic Dublisil 20 și este presată la rece folosind o presiune de 200 MPa; Sample II este presată la cald, la 350MPa și are în combinație 3% rasina epoxidica; iar Sample III este tot presată la cald, la 350MPa, având în combinație 3% poliertilena de densitate ridicată) au pierderi mult mai mici. De exemplu, pentru Sample 3 pentru B=0.6 T pierderile cresc de la 2.3 W/kg pentru f=50Hz la 220W/kg la f=10Khz, iar pentru materialul comercial (Permite 55K) pierderile cresc de la 4W/kg la 489 W/kg.

Bibliografie :

- 1. http://mihaelabucur.blogspot.ro/2009/05/materiale-compozite-i.html
- 2. http://aip.scitation.org/doi/full/10.1063/1.4978398
- L.A. Dobrzanski, M. Drak, B. Ziebowicz, "New possibilities of composite materials application— Materials of specific magnetic properties", Journal of Materials Processing Technology, vol. 191, 2007, pp. 352–355
- 4. http://www.sim.utcluj.ro/stm/download/Mat_Magnetice/Mat_mag_moi_MP.doc
- 5. Guo-Dong Li, "Contemporary magnetic materials and magnet ism: Research and Applicat ions", Electromagnet ic materials, Proceedings of Symposium F, pp. 77-85, ICMAT 2003
- 6. https://www.spectrum-magnetics.com/soft-magnetic-materials
- https://www.cambridge.org/core/journals/journal-of-materials-research/article/stress-inducedanisotropy-in-co-rich-magnetic-nanocomposites-for-inductive applications/089CDC60CE2AE94627BD93E4E6F893E9
- P.K. Chakrabarti, B.K. Nath, S. Brahma, S. Das, D. Das, M. Ammar, F. Mazaleyrat, "Magnetic and hyperfine properties of chemically synthesized nanocomposites of (Al2O3)x(Ni0.2Zn0.6Cu0.2Fe2O4)(1-x) (x = 0.15, 0.30, 0.45)", Solid State Communications, vol. 144, 2007, pp. 305–309
- 9. J.M. Battison, C. Gelinas, "Applications for ferromagnetic composite materials", http://qmppowders.com/rtecontent/document/MB1_Gran.PDF
- 10. Xiaokai Zhang, "Novel magnetic composites for high frequency applications", teza, University of Delaware, 2009
- A. Grujic, J. Stajic-Trosic, M. Stijepovic, J. Stevanovic, R. Aleksic, "Magnetic and dynamic mechanical properties of Nd-Fe-B composite materials with polymer matrix", http://cdn.intechopen.com/pdfs/16721/InTech-Magnetic_and_dynamic_mechanical_properties_of_nd_fe_b_composite_materials_with_polymer_matr ix.
- Muhammad Musaddique Ali Rafique, Everson Kandare, Stephan Sprenger, "Fiber-reinforced magnetopolymer matrix composites (FR–MPMCs)—A review", Journal of Materials Research, Volume 32, Issue 6, 28 March 2017, pp. 1020-1046

- 13. Yu. I. Bespyatykh, N. E. Kazantseva, "Electromagnetic Properties of Hybrid Polymer Composites", Journal of Communications Technology and Electronics, vol. 53, nr. 2, 2008, pp. 143–154
- A.N. Lagarkov, K. N. Rozanov, "High-frequency behavior of magnetic composites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 321, 2009, pp. 2082–2092
- J. Neamtu, W. Kappel, E. Patroi, T. Malaeru, G. Georgescu, L. Giurgiu, "New magnetic composite materials for electromagnetic shields at microwave frequencies", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, vol. 8, nr. 2, 2006, pp. 537 – 539
- W. Ma, Y. Zhang, L. Li, Y. Zhang, M. Yu, J. Guo, H. Lu, C. Wang, "Ti4+-Immobilized magnetic composite microspheres for highly selective enrichment of phosphopeptides", Advanced Functional Materials, 2012, onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adfm.201201364/
- G. A. Sotiriou, C.O. Blattmann, S.E. Pratsinis, "Flexible, multifunctional, magnetically actuated nanocomposite films", Advanced Functional Materials, 2012, onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adfm.201201371/abstract
- R.V. Mambrini, M.H. Araujo, F.C.C. Moura, "Magnetic composites based on Ni and NiMo carbon nanostructures", 15th International Congress on Catalysis, Munich, Germania, iulie 2012
- 19. P. Cojocaru, L. Magagnin, E. Gomez, E. Vallés, "Nanowires of NiCo/barium ferrite magneticcomposite by electrodeposition", Materials Letters, vol. 65, nr. 17–18, 2011, pp. 2765–2768
- 20. http://www.apitco.org/Profiles/Cenospheres%20from%20fly%20ash.pdf
- $21.\ http://www.uni-kiel.de/aktuell/pm/2012/2012-121-biomagnetische-sensoren-e.shtml$
- 22. http://www.ethlife.ethz.ch/archive_articles/120113_drei_d_komposit_cho/index_EN
- A.C. Wright, M.K. Faulkner, R.C. Harris, A. Goddard, A.P. Abbott, "Nanomagnetic domains of chromium deposited on vertically-aligned carbon nanotubes", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 324, nr. 24, 2012, pp. 4170-4174
- 24. https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5021640/
- 25. P. Lemieux, R. Guthrie, M. Isac, "Optimizing soft magnetic composites for power frequency applications and power-trainsl, JOM, vol. 64, nr. 3, 2012, pp.374-387
- F. Bernier, P. Lemieux, M. Isac, Roderick I.L. Guthrie, Yannig Thomas, "Sintered lamellar soft magnetic composites: shaping and magnetic properties", Materials Science Forum, vol. 706-709, 2012, pp. 813-818
- 27. http://www.mhw-intl.com/2017/03/ferrites-primer/
- Kalathur Narasimhan, Francis Hanejko, Michael L. Marucci, "Growth Opportunities with Soft Magnetic Materials", Hoeganaes Corporation, online http://www.gkngroup.com/hoeganaes/media/Tech%20Library/Growth%20Opportunities%20with%20S oft%20Magnetic%20Materials.pdf
- 29. https://www.sintex.com/en/magnetic-technologies/smc-soft-magnetic-composites
- 30. http://www.inframat.com/index.html
- 31. John Q. Xiao, Yuwen Zhao, Xiaokai Zhang, "High frequency soft magnetic materials with laminated submicron magnetic layers and the methods to make them", US Patent US 2008/0096009 A1
- 32. Han Song, "Soft Magnetic Composites for High Frequency Applications", Abstract teza doctorat, 2015, online:
- https://ir.library.oregonstate.edu/xmlui/bitstream/handle/1957/57274/SongHan2015.pdf?sequence=1
 33. Kalathur Narasimhan, "Status of Soft Magnetic Composites", online: http://www.magneticsmagazine.com/conferences/2016/Presentations/P2PTechnologies_Narasimhan.pd
- 34. Peng Jia, En-gang Wang, Ke Han, "The Effects of a High Magnetic Field on the Annealing of [(Fe0.5Co0.5)0.75B0.2Si0.05]96Nb4 BulkMetallic Glass", Materials 2016, 9, 899; doi:10.3390/ma9110899
- Xiao Wen, Stefan J. Kelly, Jennifer S. Andrew, David P. Arnold, "Nickel-zinc ferrite/permalloy (Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄/Ni-Fe) soft magnetic nanocomposites fabricated by electro-infiltration", AIP Advances 6, 056111 (2016); doi: 10.1063/1.4943415
- M. Nizam, M. Anwar, T. W. Hery, Q. M. Asep, M. P. Novianta, "Effect of core manufacture process for electric motor efficiency", AIP Conference Proceedings 1788, 030093 (2017); doi: 10.1063/1.4968346
- N. Igarashi, M.Uozumi, T.Kosuge, A.Sato, K.Kusawake, K. Yamaguchi, "Pure Iron Based Soft Magnetic Composite Core That Enables Downsizing Automotive Reactors", SEI TECHNICAL REVIEW, 2015, nr.80, pp. 98-103
- Paul Ohodnicki, "Soft Magnetic Alloys for Electrical Machine Applications: Basics, State-of-the-Art, and R&D Opportunities", online : https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/pml/high_megawatt/Ohodnicki-DOE_SoftMagneticMaterialsForElectricMachines_NIST_Ohodnicki_9_10_2015.pdf

- T. Ueno, H.Tsuruta, T. Saito, A. Watanabe, T.Ishimine, K. Yamada, "Practical and Potential Applications of SoftMagnetic Powder Cores with Superior Magnetic Properties", SEI TECHNICAL REVIEW, 2016, nr.82, pp. 9-15
- 40. Bo Zhang, "Soft Magnetic Compositesin Novel Designs of Electrical Traction Machines", KIT Scientific Publishing, 2017, ISBN 978-3-7315-0619-5
- Shen Shen, "Optimization of FeCo-based Nanocomposite Alloys for High Induction and Increased Resistivity", Tezadoctorat, Carnegie Mellon University August, 2013
- N. Nishiyama, K. Tanimoto, A. Makino, "Outstanding efficiency in energy conversion for electric motors constructed bynanocrystalline soft magnetic alloy "NANOMET®" cores", AIP Advances 6, 055925 (2016); doi: 10.1063/1.4944341
- M. Daniil, K. E. Knipling, H. M. Fonda, M. A. Willard, "Non-equilibrium materials design: a case study ofnanostructured soft magnets for cryogenicapplications", New Journal of Physics 16 (2014) 055016, pp.1-15
- 44. T.D. Kefalas, A.G. Kladas, "Reduction of cost and losses of transformers by using composite magnetic cores", 2014, DOI: 10.1109/ICELMACH.2014.6960499
- J. Füzerováa, J. Füzerb, P. Kollárb, M. Kabátovác, E. Dudrovác, "The Influence of Preparation Methods on MagneticProperties of Fe/SiO2 Soft Magnetic Composites", Acta PhysicaPolonica A, vol. 131, nr. 4, 2017, pp. 816-818
- P. Gramatyka, A. Kolano-Burian, R. Kolano, M. Polak, "Nanocrystalline iron based powder cores for high frequency applications", Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, volume 18, issue 1-2, 2006, pp. 99-102

D.I.4.2. Identificarea cerintelor tehnologice si de materiale pentru fabricatia nanopulberilor si a miezurilor SMnC dorite

Partenerul P1-ICPE-CA a identificat cerințele tehnologice pentru materialele selectate a fi investigate în validarea procedurii de predeterminare a pierderilor în miezurile magnetice moi nanocompozite.

Nanoparticulele magnetice au reprezentat din ce în ce mai mult obiectul cercetărilor începând cu anii 50. Aria lor largă de aplicabilitate se întinde de la medii de înregistrare magnetică și magnetism permanent, până la aplicații biomedicale [1,2]. Datorită dezvoltării unor tehnici noi de preparare, nanoparticulele magnetice cu dimensiuni mai mici de 10nm, cu distribuții înguste de mărimi și diferite compoziții pot fi fabricate printr-o varietate de metode.

Particulele magnetice cu dimensiuni nanometrice prezintă noi proprietăți interesante care pot fi atribuite fie proprietăților extrinseci ale particulelor individuale, precum dimensiunea finită, fie efectelor de suprafață și cuplarii între particule. Înțelegerea fundamentală a proprietăților chimice, electrice, optice și magnetice a nanomaterialelor a avut o importanță deosebită în ultimele două decenii [1,2,3].

Nanoparticulele magnetice reprezintă o clasă specifică de nanomateriale, compuse din cel puțin un element magnetic. Aceste materiale pot fi folosite sub o varietate de forme: în soluție ca ferofluide pentru boxe audio [2, 3], ca agregate de particule în medii de stocare magnetice [4-9], ca particule funcționalizate pentru aplicații in biosenzoristică [10-18], sub forma de pulberi compacte pentru producerea, condiționarea și convesia energiei [2,3], în aplicații medicale ce includ livrarea (magnetică) țintită de medicamente [19-24] și agenți de contrast în imagistica prin rezonanță magnetic [25-29].

Studiul proprietăților magnetice ale nanomaterialelor este foarte important pentru progresul nanoștiinței și nanotehnologiei, în special datorită faptului că proprietățile magnetice

la scară nano diferă de cele în stare bulk. În funcție de comportarea într-un câmp magnetic aplicat, materialele se împart în: diamagnetice, paramagnetice, feromagnetice, ferimagnetice și antiferomagnetice.

În fiecare atom, fiecare electron posedă o formă intrinsecă de moment unghiular, de spin, care este echivalent cu puterea cuplului magnetic (momentul magnetic) al acelui electron. Electronii unui atom sunt distribuiți pe anumite nivele energetice în ordine succesivă, și conform principiului excluziunii al lui Pauli, fiecare orbital poate fi ocupat doar de maxim doi electroni cu aceeași stare energetică, de spin opus. Cealaltă sursă de magnetism este dată de mișcarea orbitală a electronului nepereche în jurul nucleului. Momentul magnetic al fiecărei perechi de electroni într-un nivel de energie are direcție opusă și, în consecință, atunci când un nivel de energie este completat, momentul magnetic net este zero. La marea majoritate a elementelor, electronul nepereche se află în stratul de valență și poate interacționa cu electronii de valență ai atomilor vecini, ducând la anularea momentului magnetic în material. Totuși anumite elemente precum cobaltul și fierul au un nivel energetic intern care nu este completat, astfel că fiecare atom metalic are un moment magnetic permanent egal ca putere cu numărul electronilor nepereche [2,30].

Metode de sinteză chimică a nanoparticulelor magnetice

Ca și alte tipuri tipuri de materiale anorganice, nanoparticulele magnetice ar trebui să le obținem cu proprietăți controlate (prin manipularea parametrilor de procesare). Pentru nanoparticulele magnetice care trebuie să fie încorporate în dispozitive magneto-bioelectronice, procesarea chimică trebuie să controleze compoziția, microstructura, puritatea fazei și morfologia particulelor și controlul dimensiunii particulelor, reducându-se astfel agregarea particulelor și distribuția dimensiunilor.

Pentru o reproductibilitate sigură este esențială cunoașterea celor mai sensibili parametri de sinteză pentru obținerea particulelor în etapa de proces dorită. De asemenea, este necesar un control al condițiilor de procesare în vederea manipulării caracteristicilor structurale ale particulelor, ceea ce va permite controlul proprietăților magnetice intrinseci [2,3].

Cele mai comune metode de sinteză a nanoparticulelor magnetice sunt: depunerea fizică de vapori [31], mecanică (macinare) [32,33] și sinteza chimică în soluție [34-37]. Atât în faza de vapori cat și în soluție, particulele sunt formate din atomi individuali.

Alternativ se pot obține nanostructuri pe cale mecanică prin măcinarea unor aliaje (în stare bulk). Metodele chimice de producere a nanoparticulelor magnetice sunt preferate datorită omogenității lor crescute la nivel molecular, eficienței costurilor de producție, controlului dimensiunii particulelor și a distribuției granulometrice, a morfologiei și a mărimii conglomeratelor. De asemenea, modificarea suprafeței este ușor de realizat, permițând funcționalizarea nanoparticulelor.

Turkevich a stabilit prima procedură standard reproductibilă pentru prepararea coloizilor metalici [38]. De asemenea el a propus un mecanism pentru formarea pas cu pas a nanoclusterilor, pe baza nucleației, creșterii și aglomerării [39,40]. Modelul său a fost modificat mai târziu datorită datelor aduse de tehnicile analitice moderne și rezultatelor obținute din studiile termodinamice și cinetice și este valabil și astăzi (Figura 1).

Conform acestui model, sarea metalică este mai întâi redusă pentru a da atomi metalici cu valență zero. Acești atomi se ciocnesc în soluție pentru obținerea unui nucleu stabil incipient, a cărui formare este ireversibilă. Se presupune că, pentru a iniția nucleatia, concentrația atomilor de metal în soluție trebuie să fie îndeajuns de mare pentru a ajunge la o concentrație specifică numită "supersaturare" [41,42].



Fig. 1. Ilustrarea schematică a modelului LaMer: etapele separate de nucleație și de creștere pentru sinteza nanoparticulelor monodisperse [43]

Totuși, LaMer si colaboratorii [43] au fost primii care au propus ideea conform căreia nucleația din soluțiile supersaturate apare exploziv. Punctul la care concentrația atomilor de metal din soluție nu mai crește, și în cele din urmă începe să scadă, este denumit punctul critic de supersaturație. În acest punct, nucleii stabili încep să crească. Creșterea urmează cinetica de difuzie și maturare Ostwald (formarea de nuclei mari în detrimentul celor mai mici) [44]. Conform acestui model monodispersarea este o consecință a separării atente a celor două etape: etapa de nucleație și respectiv etapa de creștere ulterioară (Figura 2).



Fig. 2. Modelul cristalizării LaMer. Modelul cristalizării în trei pași pentru o nucleație omogenă și creșterea particulelor metalice: I. Pre-nucleație, II. Nucleație si III. Creștere [43]

Pentru particulele metalice, nucleația este rezultatul unor interacțiuni complexe între factori precum condițiile de reacție și diferența dintre potențialul de reducere al sării metalice

și agentului reducător. Condițiile de reacție includ viteza de adiție, viteza de îndepărtare, temperatura de reacție, durata reacției și chiar viteza de agitare.

Pentru a obține un eșantion monodispers, etapa de nucleație trebuie să fie completă înainte ca etapa de creștere să înceapă. De regulă, realizarea unor timpi scurți de nucleație reprezintă o condiție prealabilă pentru formarea unor particule monodispersate [45, 46].

Ca rezultat al forțelor van der Waals și a tendinței sistemului de a minimiza energia totală de suprafață sau interfacială, particulele nanostructurate se aglomerează. Acest lucru se poate întâmpla în timpul sintezei (in timpul procesului de uscare), la manevrare și/sau la postprocesare. Pentru a împiedica aglomerarea particulelor se folosesc surfactanți (orice substanță care influențează tensiunea de suprafață sau interfacială a mediului în care este dizolvată) [47] pentru controlul dispersiei în timpul sintezei chimice, prin reducerea interacțiunilor dintre particule (printr-o creștere a forțelor de repulsie). De asemenea pot fi folosiți agenți de stabilizare, pentru a controla dimensiunea și forma particulelor. Figura 3 arată tehnicile de sinteză chimică utilizate pentru formarea nanoparticulelor magnetice.



Fig. 3. Diagrama schematică a tehnicilor de sinteză chimică utilizate pentru sinteza nanoparticulelor magnetice; încrucișarea câmpurilor indică combinația tehnicilor de sinteză. [2,3] Simboluri utilizate - PPC: precipitare; H: hidrotermal; HR: reducerea cu hidrură; M: microemulsie; T(OM): termoliză– descompunerea compușilor organometalici; T(CO): termoliză– descompunerea compușilor carbonilici; UV: fotoliză; S: sonoliză; SG: sol–gel; P: poliol; EC: electrochimic; ED: electrodepunere; MSP: proces realizat printr-o multitudine de sinteze [43]

Unele tehnici sunt frecvent utilizate combinatorial sau printr-o serie de reacții, așa cum se observă prin încrucișarea câmpurilor din figură. Linia întreruptă indică demarcarea dintre sintezele care folosesc soluții organice și respective soluții apoase. Merită menționat faptul că, în general, reacțiile sol-gel și cele hidrotermale conduc la obținerea unor nanoparticule de oxid. Acest lucru se datorează faptului că mediul de sinteză este o soluție apoasă, fără o sursă de reducere. Pentru realizarea nanoparticulelor metalice se utilizează reacții care trebuie să aibă loc în condiții foarte blânde (temperatura camerei sau temperaturi joase), cu evitarea formării sistemelor oxidice mixte și pentru care se poate realiza un control riguros al suprafeței.

Precipitarea

Una dintre cele mai vechi tehnici pentru sinteza particulelor este precipitarea produșilor din soluție. Din punct de vedere cinetic, precursorii sunt dizolvați într-un solvent (în mod normal apa) și un agent de precipitare este adăugat pentru a forma particule insolubile. În majoritatea cazurilor, este nevoie de o etapă de reducere, fie în soluție după sinteză (reducerea cu borohidrură) sau în precipitatul colectat (tratament termic în hidrogen gazos) așa cum se poate observa în Figura 4.

Multe nanoparticule magnetice pot fi sintetizate folosind aceste reacții de precipitare în soluții apoase. Aceste reacții pot genera o gamă largă de materiale magnetice, inclusiv ferite cu structura spinel sau perovskit, metale și respectiv aliaje metalice. Precipitarea permite obținerea unor cantități mari de particule, însă distribuția dimensiunii acestora este de obicei mare.



Fig.4. Sinteza chimică pe cale umedă a particulelor coloidale metalice [30]

Figura 5 arată particule magnetice de FePt cu diametru de 6 nm, sintetizate prin precipitare în soluție de hexan/octan.



Fig. 5. Imagini TEM pentru nanoparticule magnetice de FePt (6nm)

Totuși există două motive principale pentru utilizarea altor solvenți: necesitatea unei energii de activare mai mari și afinitatea metalelor pentru oxigenul dizolvat în apă.

Reducerea sărurilor metalice

Reducerea sărurilor metalelor tranziționale este cea mai veche, cea mai ușoară și totuși cea mai utilizată metodă pentru prepararea nanoparticulelor metalice.

Cei mai folosiți agenți reducători sunt derivații borohidrurilor, studiați intens de Klabunde și colaboratorii. Această metodă furnizează o cale ușoară de sinteză pentru nanoparticulele de Fe, Co și Ni, la fel de bine ca și pentru aliajul Fe/Pd, însă prezintă dezavantajul înglobării borului în particulele care suferă o modificare a proprietăților magnetice. De exemplu, particulele de Co au fost obținute prin metoda microemulsiei într-un sistem binar, ca de exemplu DDAB (bromura de didodecildimetilamoniu) /în toluen prin reducerea CoCl₂ cu NaBH₄. Dimensiunea medie a particulelor din mostrele preparate poate fi modificată de la 1,8 –4,4 nm prin controlul concentrației CoCl₂ în soluția de DDAB în toluen.

Studiile TEM au arătat că aceste particule sunt uniform și bine izolate.

Coercitivitatea particulelor la 10K crește de la 640 la 1250 Oe în timp ce dimensiunea particulelor crește de la 1,8 la 4,4 nm. Temperatura de blocare a particulelor crește de la 19 la 50K pentru același interval de granulație.

Magnetizarea de saturație la 2K crește cu descreșterea dimensiunii particulei și atinge o valoare de aproximativ 200 emu/g cu 20% mai mare decât valoarea obținută în masa cristalină, pentru particulele cu dimensiunea medie de 1,8 nm, deci implică o creștere a momentului magnetic pe atom în sistemul de nanoparticule. Creșterea temperaturii a condus la formarea clusterilor care prezintă o temperatură de blocare mai mare.

O metodă similară poate fi folosită pentru prepararea particulelor de Fe protejate împotriva oxidării prin pasivarea cu un strat de fluorură. De asemenea au fost obținute aliaje Fe/Co și Fe/Pd. În literatura de specialitate se cunosc câteva studii fizice referitoare la aceste particule. Bonnemann [48] a dezvoltat metoda reducerii, derivată din procedeul anterior, dar implicând amandoi agenții reducători și stabilizatori pentru creșterea particulelor (borohidruri de alchil amoniu). Pileni a sintetizat nanoparticule de cobalt prin reducerea CoCl₂ cu NaBH₄ în prezența [bis(2etilhexil) sulfosuccinat)] de sodiu [49]. Particulele s-au asamblat spontan în supra-structuri planare și au putut fi procesate în supra-rețele spațiale.

Metoda termolizei compușilor organo - metalici

Reacțiile de descompunere (termoliză) la temperaturi joase se pot realiza pornind de la precursori de tip compuși organo-metalici [50].

Între aceștia, rezultate foarte bune se pot realiza cu metal carbonili sau cu compuși metal-olefinici conținând un ligand olefinic sau poliolefinic capabil să fie hidrogenat pentru a da un atom metalic singular, care ar putea condensa în mediul de reacție.

Metal carbonilii sunt precursori ușor de obținut, utilizați de o lungă perioadă de timp pentru sinteza coloizilor magnetici de Co și Fe. Descopunerea complecșilor metal-carbonili prin termoliză conduce la obținerea de nanopulberi, materiale nanostructurate și nanoparticule în soluție, a căror dimensiune și formă poate fi controlată de mediul de reacție. Această metodă implică reacții în soluții organice care conțin carbonilii metalelor: Fe, Co, Ni, Pt, compuși care se descompun la temperaturi joase. Reducerea chimică până la metal este completă după o agitare puternică a soluției. Soluția coloidală formată precipită la răcire.

Parametrii care influenteaza procesul sunt: temperatura de descompunere; dilutia solutiei; reactivul de precipitare folosit; temperatura de precipitare; prezenta in sistemele considerate a unul sau doua metale; prezenta unor surfactanti sau liganzi.

Termoliza $Co_2(CO)_8$ în soluție, în prezența oxidului de trioctilfosfină (TOPO) conduce la obținerea de nanoparticule de cobalt. Termoliza rapidă la temperatură ridicată (181^oC) a aceluiași precursor în prezența unor molecule organice conținând lanțuri alchilice lungi și capabile să servească drept surfactanți sau liganzi (acidul oleic, acidul trioctil fosforic sau oxidul de trioctilfosfină TOPO) permite obținerea nanocristalelor monodisperse sferice în domeniul 3-17 nm.

Descompunerea $Fe(CO)_5$ prin termoliză conduce la obținerea nanoparticulelor metalice, a căror dimensiune și formă poate fi controlată de mediul de reacție. Acest procedeu a fost extins recent la prepararea unor nanoparticule bi- si chiar trimetalice.

Compușii metal-olefinici, prin descompunere în condiții blânde, în hidrogen molecular, conduc la nanoparticule metalice. Astfel, $Co(C_8H_{13})(C_8H_{12})$ se descompune rapid la temperatura camerei, în soluție la presiune joasă (3 bari), în prezență de hidrogen molecular, obținându-se nanoparticule de cobalt (4 nm).

Nanoparticule de nichel pot fi preparate în același fel din $Ni(C_8H_{12})_2$. Particulele prezintă o dimensiune de 4-5 nm și adoptă structura cubica cu fețe centrate a cristalului de nichel.

Metoda depunerii chimice în fază de vapori a compușilor organo-metalici (MOCVD)

MOCVD este o metodă ieftină și versatilă, ea funcționând fara echipament de vacuum scump în comparație cu metodele fizice. Tehnicile convenționale ale metodei MOCVD necesită molecule cu volatilitate și presiune de vapori constant [51].

Precursorii volatili cu o stabilitate termică suficientă în timpul procesului de evaporare sunt ceruți să funcționeze ca un mesager pentru materialul care va fi depus. Fiind nereactiv cu orice altceva în faza de vapori, acesta este un supliment necesar pentru materialele multimetalice.

Precursorii pentru CVD sunt de regulă alcoxizi metalici, $M(OR)_n$, β -dicetone, derivați alchil sau ciclopentadienil, hidroxiamine volatile. Chimia moleculară oferă o mare flexibilitate pentru alegerea liganzilor pentru a îndeplini cerințele precursorilor MOCVD.

Tehnica microemulsiei

Metoda constă în obținerea unei microemulsii de apă într-un mediu nepolar (ex: eter de petrol) cu ajutorul unui surfactant neionic (ex: poli-oxietilen-nonil fenol eter).

În ciuda faptului că viteza de reacție este foarte mare, nu apar aglomerări de particule (în cazul în care agitarea continuă mai multe ore pot să apară fenomene de floculare dar introducerea într-o baie ultrasonică permite reducerea la dimensiunea originală).

Emulsiile sunt sisteme disperse formate din două lichide insolubile unul în celălalt, dintre care unul se află în stare de dispersie înaintată. Dispersia unui lichid în masa unui alt lichid se poate efectua prin amestecare mecanică. Un sistem dispers lichid-lichid nu poate fi denumit emulsie, decât dacă prezintă o anumită solubilitate. La emulsionare, lucrul mecanic cheltuit conduce la mărirea energiei superficiale a sistemului. Cu cât energia înmagazinată este mai mare, cu atât emulsia este mai nestabilă, tinzând să micșoreze suprafața sistemului prin unirea picăturilor în momentul în care ele vin în contact datorită mișcării browniene.

Micșorarea probabilității ciocnirilor se poate realiza prin scăderea energiei cinetice, respectiv prin creșterea vâscozității /scăderea temperaturii și respectiv prin repulsia electrostatică a picăturilor, datorită adsorbției de substanțe polare sau de ioni.

Singura posibilitate este scăderea tensiunii interfaciale γ , care se realizează cu ajutorul emulgatorilor. Emulgatorii cei mai folosiți sunt agenți de suprafață (tensioactivi), care micșorează valoarea tensiunii interfaciale a lichidelor în contact [52].

Metoda poliol

Metoda poliol, în care un poliol (un alcool polihidric, fig. 6) acționează ca solvent, agent reducător și agent tensioactiv, este o metodă adecvată pentru obținerea particulelor de mărimi nanometrice cu forme bine definite și cu dimensiuni controlate ale particulelor [53].

Bibliografie

- [1] Hadjipanayis. G. C., Nanophase hard magnets, Magnetism and Magnetic Materials, 200, pp. 373-391, 1999
- [2] Mehdi Zamanpour, Cobalt-based Magnetic Nanoparticles: Design, Synthesis and Characterization, Dissertation Northeastern University, Bosto, 2014

- [3] Willard M. A., L. K. Kurihara, E. E. Carpenter, S. Calvin and V. G. Harris, Chemically prepared magnetic nanoparticles, International materials reviews, 49, pp. 125-170, 2004
- [4] Sun S., C. B. Murray, D. Weller, L. Folks and A. Moser, Monodisperse FePt Nanoparticles and Ferromagnetic FePt Nanocrystal Superlattices, Science, 287, pp. 1989–1992, 2000
- [5] R. D. K. Misra, T. Ha, Y. Kadma, C. J. Powell, M. D. Stiles, R. D. McMichael and W. E. Egclhoff, STM studies of GMR spin valves, MRS Proceeding, 384, pp.373 -383, 1995
- [6] C. Meny, P. Panissod, P. Humbert, J. P. Nozienes, V. S. Speriosu, B. A. Gurney and R. Zehringer, Structural study of Cu/Co/Cu/ NiFe/FeMn spin valves by nuclear magnetic resonance, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 121, pp.406 -408, 1993
- [7] T. C. Huang, J. P. Nozieres, V. S. Speriosu, B. S. Gurney and H. Lefakis Effect of annealing on the interfaces of giant-magnetoresistance spin-valve structures, Applied Physics Letter, 62, pp.1478 -1480, 1992
- [8] S. Soeya, S. Tadokoro, T. Imagawa, M. Fuyama and S. Narishige, Magnetic exchange coupling for bilayered Ni81fe19/NiO and trilayered Ni81Fe19/NiFeNb/NiO films, Journal of Applied Physics, 74, pp.6297 -6301, 1993
- [9] W. F. Egelhoff Jr., P. J. Chen, C. J. Powell, M. D. Stiles, R. D. McMichael, C.-L. Lin, J. M. Sivertsen, J. H. Judy, K. Takano and A. E. Berkowitz, The trade off between large GMR and small GMR and small coercivity in symmetric spin valves, Journal of Applied Physics, 79, pp. 2491, 1996
- [10] M. M. Miller, G. A. Prinz, S. F. Cheng and S. Bounnak, Detection of a micron sized magnetic sphere using a ring-shaped anisotropic magnetoresistance-based sensor: A model for a magnetoresistance-based, Applied Physics Letter, 81, pp. 2211-2214, 2002
- [11] Blanc-Beguin F, Nabily S, Gieraltowski J, Turzo A, Querellou S, Salaun PY, Cytotoxicity and GMI biosensor detection of maghemite nanoparticles internalized into cells. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 321, 192–197, 2009
- [12] Cavalli G, Banu S, Ranasinghe T, Broder GR, Martins HFP, Neylon C, Morgan H, Bradley M, Roach PL, Multistep synthesis on SU-8: combining microfabrication and solid-phase chemistry on a single material, Journal of Combined Chemistry, 9, 462–472, 2007
- [13] Choi JW, Oh KW, Thomas JH, Heineman WR, Halsall HB, Nevin JH, Helmicki AJ, Henderson HT, Ahn CH, An integrated microfluidic biochemical detection system for protein analysis with magnetic beadbased sampling capabilities. Lab Chip 2, 27–30, 2002
- [14] Golub TR, Slonim DK, Tamayo P, Huard C, Gaasenbeek M, Mesirov JP, Coller H, Loh ML, Downing JR, Caligiuri MA, Bloomfield CD, Lander ES, Molecular classification of cancer: class discovery and class prediction by gene expression monitoring, Science, 286, 531–537, 1999
- [15] Graham DL, Ferreira HA, Bernardo J, Freitas PP, Cabral JMS, Single magnetic microsphere placement and detection on-chip using current line designs with integrated spin valve sensors: biotechnological applications. Journal of Applied Physics, 91, 7786–7788, 2003
- [16] Togawa K, Sanbonsugi H, Sandhu A, Abe M, Narimatsu H, Nishio K, Handa H, High sensitivity InSb Hall effect biosensor platform for DNA detection and biomolecular recognition using functionalized magnetic nanobeads, Japanese Journal of Applied Physics, 44, 1494–1497, 2005
- [17] Mihajlović G., K. Aledealat, P. Xiong, S. Molnár, M. Field and G. J. Sullivan, Magnetic characterization of a single superparamagnetic bead by phase-sensitive micro-Hall magnetometry, Applied Physics Letter, 91, pp. 172518-172521, 2007
- [18] Shen W., L. C. Mathison, V. A. Petrenko and B. A. Chin, A pulse system for spectrum analysis of magnetoelastic biosensors, Applied Physics Letter, 96, pp. 163502-163505, 2010
- [19] Gertz F., R. Azimov, and A. Khitun, Biological cell positioning and spatially selective destruction via magnetic nanoparticles, Applied Physics Letter, 101, pp. 013701-013704, 2012
- [20] A.S. Lubbe, C. Bergemann, H. Riess, F. Schriever, P. Reichardt, K. Possinger, M. Matthias, B. Dorken, F. Herrmann, R. Gurtler, P. Hohenberger, N. Haas, R. Sohr, B. Sander, A.J. Lemke, D. Ohlendorf, W. Huhnt, D. Huhn, Clinical experiences with magnetic drug targeting: a phase I study with 4'-epidoxorubicin in 14 patients with advanced solid tumors, Cancer Research 56, pp. 4686–4693, 1996
- [21] C. Zhang, B. Wangler, B. Morgenstern, H. Zentgraf, M. Eisenhut, H. Untenecker, R. Kruger, R. Huss, C. Seliger, W. Semmler, F. Kiessling, Silica- and alkoxysilanecoated ultrasmall superparamagnetic iron oxide particles: a promising tool to label cells for magnetic resonance imaging, Langmuir, 23, pp. 1427–1434, 2002
- [22] R. Gref, M. Luck, P. Quellec, M. Marchand, E. Dellacherie, S. Harnisch, T. Blunk, R.H. Muller, 'Stealth' corona-core nanoparticles surface modified by polyethylene glycol (PEG): influences of the corona (PEG chain length and surface density) and of the core composition on phagocytic uptake and plasma protein adsorption, Colloids and Surfaces. B, Biointerfaces, 18, pp. 301–313, 2000

- [23] M. Mikhaylova, Y.S. Jo, D.K. Kim, N. Bobrysheva, Y. Andersson, T. Eriksson, M. Osmolowsky, V. Semenov, M. Muhammed, The effect of biocompatible coating layers on magnetic properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles, Hyperfine Interactions, 156, pp. 257–263, 2004
- [24] M. Veiseh, P. Gabikian, S.B. Bahrami, O. Veiseh, M. Zhang, R.C. Hackman, A.C. Ravanpay, M.R. Stroud, Y. Kusuma, S.J. Hansen, D. Kwok, N. M. Munoz, R.W. Sze, W.M. Grady, N.M. Greenberg, R.G. Ellenbogen, J.M. Olson, Tumor paint: a chlorotoxin: Cy5.5 bioconjugate for intraoperative visualization of cancer foci, Cancer Research, 67, pp.6882–6888, 2007
- [25] Glover P, Mansfield P. Limits to magnetic resonance microscopy. Reports on Progress in Physics 65, pp. 1489–1511, 2001
- [26] M.E. Kooi, V.C. Cappendijk, K. Cleutjens, A.G.H. Kessels, P. Kitslaar, M. Borgers, P.M. Frederik, M. Daemen, J.M.A. van Engelshoven, Accumulation of ultrasmall superparamagnetic particles of iron oxide in human atherosclerotic plaques can be detected by in vivo magnetic resonance imaging, Circulation, 107, pp. 2453–2458, 2003
- [27] R.A. Trivedi, J.M. U-King-Im, M.J. Graves, J.J. Cross, J. Horsley, M.J. Goddard, J.N. Skepper, G. Quartey, E. Warburton, I. Joubert, L.Q. Wang, P.J. Kirkpatrick, J. Brown, J.H. Gillard, In vivo detection of macrophages in human carotid atheroma temporal dependence of ultrasmall superparamagnetic particles of iron oxideenhanced MRI, Stroke, 35, pp 1631–1635, 2004
- [28] K. Schulze, A. Koch, B. Schopf, A. Petri, B. Steitz, M. Chastellain, M. Hofmann, H. Hofmann, B. von Rechenberg, Intraarticular application of superparamagnetic nanoparticles and their uptake by synovial membrane — an experimental study in sheep, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 293, pp. 419– 432, 2004
- [29] P. Varallyay, G. Nesbit, L.L. Muldoon, R.R. Nixon, J. Delashaw, J.I. Cohen, A. Petrillo, D. Rink, E.A. Neuwelt, Comparison of two superparamagnetic viral sized iron oxide particles ferumoxides and ferumoxtran-10 with a gadolinium chelate in imaging intracranial tumors, American Journal of Neuroradiology, 23, pp 510–519, 2002
- [30] Carroll K, Core-shell Nanoparticles: Synthesis, Design, and Characterization, Ph.D. Dissertation, Virginia Commonwealth University, 2007
- [31] Moreau N, C. Michiels, B. Masereel, O. Feron, B. Gallez, T. V. Borght and S. Lucas, PVD Synthesis and Transfer into Water-Based Solutions of Functionalized Gold Nanoparticles, Plasma Processes and Polymers, 6, pp. 888-892, 2009
- [32] Shi Y., J. Ding, X. Liu, J. Wang, NiFe2O4 ultrafine particles prepared by coprecipitation/mechanical alloying, Magnetism and Magnetic Materials, 205, pp. 249-254, 1999
- [33] Zhiqiang J., W. Tang, J. Zhang, H. Lin, Y. Du., Magnetic properties of isotropic SrFe12O19 fine particles prepared by mechanical alloying, Magnetism and Magnetic Materials, 182, pp. 231-237, 1998
- [34] Chen J. and D. E. Nikles, Preparation of acicular α-Fe nanoparticles in a lamellar liquid crystalline phase, IEEE Transactions on Magnetics, 32, pp. 4478–4480, 1996
- [35] Chen M., B. Tang and D. E. Nikles, Preparation of iron nanoparticles by reduction of acicular β-FeOOH particles, IEEE Transactions on Magnetics, 34, pp. 1141–1176, 1998
- [36] Krehula S., S. Popovic and S. Music, Synthesis of acicular α-FeOOH particles at a very high pH, Materials Letter, 54, pp. 108–113, 2002
- [37] Chakroune N., G. Viau, C. Ricolleau, F. Fievet-Vincent and F. Fievet, Cobalt based anisotropic particles prepared by the polyol process, Materials Chemistry, 13, pp. 312–318, 2003
- [38] Turkevich J., P. C. Stevenson, J. Hillier, A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold, Discussions of the Faraday Society, 11, pp. 55-57, 1951
- [39] Turkevich J., G. Kim, Palladium: preparation and catalytic properties of particles of uniform size, Science 169, pp.873-875, 1970
- [40] Turkevich J., Nucleation and Growth Process in the Synthesis of Colloidal Gold, Gold Bulletin, 18, pp. 86-88, 1985
- [41] Peng X., L. Manna, W. Yang, J. Wickham, E. Scher, A. Kadavanich and A. P. Alivisatos, Shape control of CdSe nanocrystals, Nature, 404, pp. 59-61, 2000
- [42] Murray B. C., C. R. Kagan, M. G. Bawendi, Synthesis and characterization of monodisperse nanocrystals and close-packed nanocrystals assemblies, Annual Review of Materials Science, 30, pp. 545-610, 2000
- [43] LaMer V. K. and M.D. Barnes, Theory, Production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols, Journal of Colloidal Science, 1, pp. 71-77, 1946
- [44] Lalena, J. N., D. A. Cleary, E. E. Carpenter, N. F. Dean, Inorganic Materials Synthesis and Fabrication; John Wiley & Sons: New Jersey, pp. 41-70, 2008
- [45] Nielsen A. E., Kinetics of precipitation, Pergamon Press, New York, pp. 13-20, 1964
- [46] Walton A. G., The formation and properties of precipitates, Robert Krieger, New York, pp. 5-54, 1979
- [47] Rosen M. J. and Kunjappu J. T, Interfacial Phenomena, John Wiley & Sons, New Jersey, pp. 1-98, 2010

- [48] H. Bonnemann, W. Brijoux, R. Brinkmann, N. Matoussevitch, N. Waldofner, N. Palina, H. Modrow, A size-selective synthesis of air stable colloidal magnetic cobalt nanoparticles, Inorganica Chimica Acta 350, pp. 617-624, 2003
- [49] I. Lisiecki, M. P. Pileni, Synthesis of Well-Defined and Low Size Distribution Cobalt Nanocrystals: The Limited Influence of Reverse Micelles, Langmuir, 19 (22), pp 9486–9489, 2003
- [50] B. Chaudret, K. Philippot, Organometallic Nanoparticles of Metals or Metal Oxides, Oil & Gas Science and Technology-Rev. IFP, Vol.62, No.6, pp. 799-817, 2007
- [51] Gangopadhyay S, Yaang Y, Hadjipanayis G.C. et al, Magnetic and structural properties of vapor-deposited Fe-Co alloy particles, J.Appl.Phys., 76 10, pp. 6319-6321, 1994
- [52] Chen J.P., Sorensen C.M., Klabunde K.J., Hadjipanayis G.C., Magnetic properties of nanophase cobalt particles synthesised in inversed micelles, J.Appl.Phys., 76, pp. 6316-6318, 1994.
- [53] Poul L., Ammar S., Jouini N., F. Fievet, F. Villain, Synthesis Synthesis of Inorganic Compounds (Metal, Oxide and Hydroxide) in Polyol Medium: A Versatile Route Related to the Sol-Gel Process, Journal of Sol-Gel Science and Technology, Volume 26, Issue 1–3, pp 261–265, 2003

D.I.4.3. Producerea nanoparticulelor, a pulberilor mixate si realizarea miezurilor SMnC

Partenerul P1-ICPE-CA a implementat procedeele tehnologice necesare producerii de nanopulberi din Fe, alfa-Fe, FeNi și FeCo, din care să se realizeze miezuri compozite în diverse concentrații. Totodată, pulberile obținute au fost investigate experimental, în vederea verificării proprietăților și a corecției tehnologiei de realizare.

Sinteza in solutie ofera o serie de avantaje: conditii blande, control mai usor al dimensiunii si compozitiei particulelor, diferite posibilitati de a modifica suprafata, in scopul obtinerii unei dispersii stabile in diferite medii solide sau lichide.

Proprietatile pulberilor nanometrice, materialelor nanostructurate si ale nanoparticulelor in solutie sunt puternic dependente de marimea particulelor, de starea lor de dispersie.

In urma analizei metodelor de sinteza a particulelor magnetice nanometrice prezentate in literatura de specialitate s-a optat pentru efectuarea unor sinteze de laborator prin reactii in faza lichida (reducerea sarurilor metalice tranziționale).

A. Sinteza nanoparticulelor de Fe

Nanoparticulele de Fe au fost obtinute in sistemul:

FeCl₃.6H₂O - NaBH₄ - PEG

Pentru sinteza oxidului de zinc au fost utilizate următoarele materii prime:

- Clorura de fier hexahidrat Fe Cl₃.6H₂O de puritate 98%, de provenienta FLUKA;
- Borohidrura de sodiu NaBH₄ de puritate 99%, de provenienta Aldrich;
- Alcool etilic p.a. de provenienta Chemical Company;
- PolietilenglicolPEG de provenienta Fluka

Prepararea nanoparticulelor de Fe a fost realizata prin reducerea clorurii de fier hexahidrat FeCl₃.6H₂O si precipitarea directa a nanoparticulelor de Fe dintr-o solutie apoasa ce contine un reducator - borohidrura de sodiu NaBH₄ si un polimer PEG. Sinteza s-a desfasurat intr-un balon cu trei gaturi (Fig. 1) conform reactiei:

 $2FeCl_3 + 6NaBH_4 + 18H_2O \rightarrow 2Fe^0 + 6NaCl + 6B(OH)_3 + 21H_2$

si a cuprins mai multe etape:

- dizolvarea a 27 g FeCl₃.6H₂O intr-un amestec de 25 ml apa deionizata cu 75 ml alcool etilic (într-un pahar Berzelius);
- adăugarea a 0,237 g PEG la solutia sarii de fier;
- transferarea solutiei apoase într-un balon rotund cu trei gaturi si agitarea magnetică a solutiei cu o viteza de 900 RPM;
- prepararea unei solutii 0,1 M de borohidrura de sodiu prin dizolvarea NaBH₄ in apa deionizata; solutia de NaBH₄ a fost introdusa intr-o biureta si dozata picatura cu picatura in solutia obtinuta anterior;
- obtinerea unei solutii coloidale de nanoparticule de fier; reducerea chimică până la Fe este completă după o agitare puternică a soluției (1200 RPM), la temperature camerei, timp de 15 minute;
- separarea prin centrifugare cu o viteză de 3000 RPM și purificare;



Fig. 1. Instalatie pentru sinteza nanoparticulelor metalice de Fe

Parametrii care influenteaza procesul au fost: concentratia sarii de fier, natura solventului, timpul de reactie, concentratia de polimer ca agent de dispersie si protectie contra oxidarii si prezenta in sistemele considerate a unul sau doua metale.

Nanoparticulele de Fe rezultate au fost caracterizate prin:

- microscopie electronica cu baleiaj (SEM)
- difractie de raze X (XRD)
- spectrofluorimetrie dispersiva de raze X (EDX)
- spectrometrie prin fluorescenta de raze X (XRF)
- magnetometrie cu proba vibranta (VSM) la temperatura camerei.

Sinteza efectuată a condus la particule de fier, cu dimensiuni cuprinse între 29 - 108 nm, asa cum se observa din imaginea SEM (Fig. 2) și adoptă structura cubica cu fețe centrate a cristalului de fier conforma analizei XRD (Fig. 3).

In urma analizei XRD (Fig.3) realizate pe proba de nanoparticulele de Fe s-a constatat prezenta picurilor caracteristice fierului si clorurii de sodiu NaCl, fapt confirmat si de analiza XRF (Tabel 1). Clorura de sodiu rezulta ca produs secundar, in urma reactiei de reducere a sarii metalice de fier (FeCl₃.6H₂O) si se datoreaza purificarii insuficiente a probei.



Fig. 2. Imaginea SEM pentru nanoparticulele de Fe.



Fig. 3. Difractograma de raze X a nanoparticulelor de Fe obținute în sistemul: $FeCl_{3.6}H_{2}O$ - $NaBH_{4}$ - PEG

Formula	Z	Concentration	Status	Line 1	Net int.	Calc.	Stat.	LLD
						concentration	error	
Fe	26	47,32 %	XRF 1	Fe KA1-HR-Tr	342,8	47,32	0,306 %	96,3 PPM
Cl	17	39,30 %	XRF 1	Cl KA1-HR-Tr	59,40	39,3	0,735 %	84,2 PPM
Na	11	13,38 %	XRF 1	Na KA1-HR-Tr	3,305	13,4	3,14 %	215,0 PPM

Tabel 1. Rezultatele analizei XRF pentru nanoparticulele de Fe

Aceste nanoparticule au fost supuse unui proces suplimentar de purificare si au fost analizate din nou prin: microscopie electronica cu baleiaj (SEM) (Fig. 4), analiza EDX (Fig. 5), analiza XRF (Tabel 2) si VSM (Fig. 7).



Fig. 4. Imaginea SEM pentru nanoparticulele de Fe purificate suplimentar

Figura 5 prezinta spectrul EDX pentru nanoparticulele de Fe purificate suplimentar.
Analiza XRF a evidentiat o crestere a continutului de Fe in proba de la 47,32 % la 97,38
%. Continutul in elementele Cl si Na a scazut semnificativ. Chiar daca concentratia in NaCl sa diminuat substantial, prezenta ei in proba ridica problema imbunatatirii procesului de purificare pentru viitor.

Formula	Ζ	Concentration	Status	Line 1	Net int.	Stat. error	LLD	Analyzed
								layer
Fe	26	97,38 %	XRF 1	Fe KA1-HR-Tr	467,5	0,262%	93,8 PPM	30,0 um
Cl	17	1,57 %	XRF 1	Cl KA1-HR-Tr	1,471	4,95%	81,2 PPM	2,72 um
Na	11	0,88 %	XRF 1	Na KA1-HR-Tr	0,0853	19,4%		0,263 um

Tabel 2. Rezultatele analizei XRF pentru nanoparticulele de Fe dupa purificarea avansata



Fig. 5. Spectrul EDX pentru nanoparticulele de Fe purificate suplimentar

Măsurătorile magnetice pe nanoparticulele de Fe obținute au fost realizate la temperatura camerei. Figurile 6 si 7 prezintă curbele de histerezis ale nanoparticulelor de Fe inainte si dupa purificare (dupa eliminarea clorurii de sodiu NaCl). Proba purificata are comportare feromagnetică la temperatura camerei: M_s de 14.38 emu/g, Mr de 4.14 emu/g si coercitivitatea Hc de 387.2 Oe. Se observa o imbunatatire a comportarii magnetice a probei de nanoparticule de Fe dupa purificare (Tabelul 3).



Fig. 6. Curba M(H) pentru nanoparticulele de Fe impurificate cu NaCl.



Fig. 7. Curba M(H) pentru nanoparticulele de Fe dupa purificarea avansata.

Nr. crt.	Codul probei	M _r (emu/g)	M _S (emu/g)	H _c (Oe)
1	Nanoparticule Fe	2.68	9.39	353.2
2	Nanoparticule Fe dupa purificare avansata	4.14	14.38	387.2

Tabelul 3. Masuratori VSM pentru nanoparticulele de Fe inainte si dupa purificare

Din analiza rezultatelor magnetice s-a observat cresterea magnetizatiei specifice de saturatie pentru nanoparticulele de Fe purificate avansat, de la 9.39 emu/g la 14.38 emu/g. De

asemenea are loc o crestere a valorii campului coercitiv ceea ce se poate explica probabil prin cresterea fortelor de interactie magnetica ca urmare a reducerii dimensiunii particulelor (24 - 47 nm), asa cum s-a observat din imaginea SEM (Fig.4).

B. Sinteza nanoparticulelor de aliaj Fe-Co

Nanoparticulele de aliaj fier-cobalt au fost obtinute in sistemul:

FeCl₃.6H₂O - Co(NO)₂.6H₂O - NaBH₄ - PEG

Nanoparticule de aliaj fier-cobalt au fost preparate prin aceeasi metoda ca si nanoparticulele de fier (metoda reducerii sarurilor metalice), din FeCl₃.6H₂O si Co(NO)₂.6H₂O.

Nanoparticulele rezultate au fost caracterizate prin:

- microscopie electronica cu baleiaj (SEM)
- difractie de raze X (XRD)
- spectrofluorimetrie dispersiva de raze X (EDX)
- spectrometrie prin fluorescenta de raze X (XRF)
- magnetometrie cu proba vibranta (VSM) la temperatura camerei

Pentru obtinerea aliajului cobalt-fier s-a lucrat in raportul molar Fe-Co: 1:1, fapt confirmat de analiza EDX (Fig.10) si XRF (Tabel 4).

Imaginea SEM evidentiaza formarea unor aglomerari de nanoparticule de forma sferica. S-au obtinut dimensiuni ale particulelor cuprinse in intervalul 25 - 83 nm (imaginea SEM - Fig. 8).

În figura 9 este prezentată difractograma de raze X a particulelor de aliaj Fe-Co obținute în sistemul FeCl₃.6H₂O – Co(NO₃)₂.6H₂O - NaBH₄-PEG. S-a constatat prezenta picurilor caracteristice fierului si cobaltului; prezenta elementelor fiind confirmata si de analiza EDX (Fig.8) si XRF (Tabel 4). Figura 10 prezinta spectrul EDX pentru nanoparticulele de Co-Fe.



Fig. 8. Imaginea SEM pentru nanoparticulele de aliaj Fe- Co



Fig. 9. Difractograma de raze X a nanoparticulelor de aliaj Fe- Co obținute în sistemul: FeCl₃.6H₂O – Co(NO₃)₂.6H₂O - NaBH₄-PEG

Formula	Ζ	Concentration	Status	Line 1	Net int.	Stat.	LLD	Analyzed
						error		layer
Со	27	50,51 %	XRF 1	Co KA1-HR-Tr	478,8	0,259 %	186,0 PPM	33 um
Fe	26	49,49 %	XRF 1	Fe KA1-HR-Tr	358,2	0,300 %	100,4 PPM	26,8 um

Tabel 4. Rezultatele analizei XRF pentru nanoparticulele de Fe-Co

Măsurătorile magnetice pe nanoparticulele de aliaj Fe-Co obținute au fost realizate la temperatura camerei. Figura 11 prezintă curbele de histerezis ale nanoparticulelor de aliaj Fe-Co. Proba de nanoparticulele de aliaj Fe-Co are o comportare feromagnetică la temperatura camerei: M_s de 44.26 emu/g, M_r de 16.26 emu/g si coercitivitatea H_c de 436.3 Oe (Tabelul 5).

No crt	Codul probei	Mr (emu/g)	M _S (emu/g)	H _c (Oe)
1	Nanoparticule aliaj Fe-Co	16.26	44.26	436.3

Tabel 5. Masuratori VSM pentru nanoparticulele de aliaj Fe-Co

Probele de nanoparticule de Fe si respectiv Fe-Co sintetizate au fost analizate comparativ cu o pulbere micronica de α Fe realizata pe cale metalurgica la Hoeganaes Europe SA Buzau.



Fig. 10. Spectrul EDX pentru nanoparticulele de Fe- Co



Fig.11. Curba M functie de H pentru nanoparticulele de aliaj Fe-Co

C. Caracterizarea nanoparticulelor de a Fe

Particulele a Fe (provenienta Hoeganaes Europe SA Buzau) au fost caracterizate prin:

- microscopie electronica cu baleiaj SEM
- difractie de raze X (XRD)
- spectrofluorimetrie dispersiva de raze X (EDX)
- spectrometrie prin fluorescenta de raze X (XRF)
- magnetometrie cu proba vibranta (VSM) la temperatura camerei.

Particulele α Fe au fost caracterizate prin microscopie electronica de baleiaj SEM (Fig.

12). Aceasta imagine indica dimensiuni ale particulelor cuprinse in intervalul 21- 40 μ m.



Fig. 12. Imaginea SEM pentru particulele de α Fe

În figura 13 este prezentată difractograma de raze X a particulelor de α Fe. S-a constatat prezenta picurilor caracteristice fierului, fapt confirmat si de analiza EDX (Fig.14) si XRF (Tabel 6).



Fig. 13. Difractograma de raze X a particulelor de α Fe

Dimensiunea de cristalit D=37 nm Parametrul celulei elementare a=2.8696 A

Tabel 6. XRF pentru particulele de α Fe

Formula	Ζ	Concentration	Status	Line 1	Net int.	Stat.	LLD	Analyzed
						error		layer
Fe	26	99,62 %	XRF 1	Fe KA1-HR-Tr	2220	0,120 %	95,1 PPM	30,0 um
Mn	25	0,18 %	XRF 1	Mn KA1-HR-Tr	4,192	3,13 %	45,1 PPM	23,9 um
Cu	29	0,17 %	XRF 1	Cu KA1-HR-Tr	0,4990	8,79 %	94,9 PPM	6,9 um
Cr	24	0,03 %	XRF 1	Cr KA1-HR-Tr	0,9810	7,66 %	28,4 PPM	18,8 um

Măsurătorile magnetice pe particulele de α -Fe obținute au fost realizate la temperatura camerei. Figura 15 prezintă curbele de histerezis ale particulelor de α Fe. Proba are o comportare feromagnetică la temperatura camerei si prezinta: M_S de 255.87emu/g, M_r de 17.79 emu/g si coercitivitatea Hc de 281.10e (Tabelul 7).

Tabel 7. Masuratori VSM pentru nanoparticulele de α Fe

No crt	Codul probei	M _r (emu/g)	M _S (emu/g)	H _c (Oe)
1	αFe	17.79	255.87	281.1

Part Fletten inage 1	Fe Ka1
Comment: Alfa Fe	Mn Ka1
Spectrum processing:	MILL COL
Peaks possibly omitted: 1.763, 7.465, 8.031 keV	👘 Sum Spectrum
Processing option: All elements analyzed (Normalised) Number of iterations = 1	ē Mīn ee
Standard: Mn Mn 1-Jun-1999 12:00 AM	
Element Weight% Atomic% Mn K 0.49 0.50	0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 Full Scale 31000 cts Cursor: 3 011 (1568 cts)
Fe K 99.51 99.50 Totals 100.00	

Fig. 14. Spectrul EDX pentru particulele de α Fe



Fig. 15. Curba M functie de H pentru particulele de α Fe

Concluzii

- au fost sintetizate doua tipuri de nanoparticule metalice magnetice de Fe si Fe-Co prin metoda de reducere a sarurilor metalice;
- nanoparticulele de Fe si aliaj Fe-Co rezultate au fost caracterizate prin: microscopie electronica cu baleiaj (SEM); difractie de raze X (XRD); spectrofluorimetrie dispersiva de raze X (EDX); spectrometrie prin fluorescenta de raze X (XRF) si magnetometrie cu proba vibranta (VSM) la temperatura camerei;
- au fost obtinute particule de fier, cu dimensiuni cuprinse între 29 108 nm, asa cum s-a observat din imaginea SEM și adoptă structura cubica cu fețe centrate a cristalului de fier conform analizei XRD;
- analizele XRD si XRF au evidentiat prezenta clorurii de sodiu NaCl care este un produs secundar rezultat in urma reactiei de reducere a sarii metalice de fier (FeCl₃.6H₂O) si se datoreaza purificarii insuficiente a probei de nanoparticulele de Fe;
- nanoparticulele de Fe au fost supuse unui proces suplimentar de purificare; analiza XRF a evidentiat o crestere a continutului de Fe in proba de la 47,32 % la 97,38 %. Continutul in elementele Cl si Na a scazut semnificativ. Chiar daca concentratia in NaCl s-a diminuat substantial, prezenta ei in proba ridica problema imbunatatirii procesului de purificare pentru viitor;
- proba de nanoparticule de Fe purificate prezinta o imbunatatire a comportarii magnetice: M_S creste de la de la 9.39 emu/g la 14.38 emu/g si H_c creste ceea ce se poate explica probabil prin cresterea fortelor de interactie magnetica ca urmare a reducerii dimensiunii particulelor (24 – 47 nm);
- au fost obtinute nanoparticule de aliaj fier-cobalt, de forma sferica cu dimensiuni cuprinse între 25 – 83 nm, asa cum s-a observat din imaginea SEM;
- analiza XRD a constatat prezenta picurilor caracteristice fierului si cobaltului; prezenta elementelor fiind confirmata si de analiza EDX si XRF;
- proba de nanoparticulele de aliaj Fe-Co are o comportare feromagnetică la temperatura camerei si prezinta M_s de 44.26 emu/g, Mr de 16.26 emu/g si coercitivitatea Hc de 436.3Oe;
- probele de nanoparticule de Fe si respectiv Fe-Co sintetizate au fost analizate comparativ cu o pulbere micronica de α Fe realizata pe cale metalurgica la Hoeganaes Europe SA Buzau.

Pulberile realizate vor fi folosite pentru fabricarea a diferite miezuri compozite, prin compactarea in diferite concentratii, cu ajutorul unei rasini polimerice. Matrita realizata (prezentata in livrabilul D.I.3) a fost testata pentru un esantion din particule de Fe-alfa, urmand ca primele masuratori din etapa II a proiectului (2018) sa furnizeze informatii cu privire la sortimentele de miezuri compozite pe care poate fi testata procedura de predeterminare a pierderilor.

D.I.4.4. Masurarea parametrilor si curbelor de magnetizare cuasi-statice pentru nanopulberi si esantioane din compozitele realizate

Partenerul ICPE-CA a produs pulberi de Fe- α (granulație sub 40 µm) și nanopulberi de Fe, respectiv FeNi și FeCo, prezentate în capitolul precedent. Caracterizarea cuasi-statică a eșantioanelor din pulberi, respectiv eșantioane compactizate a fost realizată de către coordonatorul CO-UPB cu ajutorul unui magnetometru cu probă vibrantă VSM-7304 LakeShore din dotarea Laboratorului de Magnetism Tehnic din Universitatea Politehnica din Bucuresti. Curba de prima magnetizare și ciclul major de histerezis pentru pulberea de nanoparticule din Fe (fig. 1) arată un comportament atipic pentru nanoparticule, având un ciclu destul de pronunțat de histerezis (câmp coercitiv de 130.2 Oe), datorat probabil degradării în timp a nanoparticulelor. Aceasta impune o procesare rapidă a pulberii în vederea realizării nanocompozitului.

Aceleași observații sunt valabile și pentru nanopulberea de FeNi (fig. 2) ce prezintă un câmp coercitiv similar, de 180.6 Oe, dar o magnetizație specifică la saturație mult mai mare (78,3 emu/g) față de nanopulberea de Fe.

Pulberea de Fe- α (granulație sub 40 µm), folosită pe larg în miezurile SMnC clasice, are proprietăți mult mai bune (câmp coercitiv de 6.65 Oe), prezentând o evazare a ciclului de histerezis la câmpuri peste 5 kOe (fig. 3). Aceleași proprietăți le prezintă și eșantionul din pulbere compactizată prin presare (fig. 4).

Măsurătorile executate conțin și câte o familie de cicluri de histerezis simetrice, de diferite amplitudini, ce vor fi utilizate pentru verificarea preciziei demonstratorului în furnizarea datelor experimentale folosite prin interpolare la identificarea pierderilor prin histerezis (frecvență nulă) în miezurile nanocompozite respective.



Fig. 1. Curbe de magnetizare pentru pulbere din nanoparticule de Fe



Fig. 2. Curbe de magnetizare pentru pulbere din nanoparticule de FeNi.



Fig. 3. Curbe de magnetizare pentru pulbere din Fe- α (granulație sub 40 μ m)



Fig. 4. Curbe de magnetizare pentru pulbere din Fe- α compactată

D.I.5. DISEMINAREA REZULTATELOR PRIVIND CONCEPȚIA ȘI REALIZAREA DEMONSTRATORULUI EXPERIMENTAL (Raport de diseminare, CO+P1)

Raportul conține rezultatele activității A.I.7 din Planul de realizare:

A.I.7. Diseminarea rezultatelor

- **CO** Elaborarea unor lucrari stiintifice propuse pentru prezentarea la conferinte internationale si/sau spre publicare in reviste de specialitate, actualizarea paginii WEB a proiectului.
- **P1** Elaborarea unor lucrari stiintifice propuse spre publicare in reviste de specialitate.

La activități au participat cei doi parteneri:

- CO. Universitatea Politehnica din București
- P1. Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Inginerie Electrică ICPE CA București

În cadrul proiectului, membrii echipelor de cercetare au participat la 5 conferințe internaționale de prestigiu, prezentând 8 lucrări cu rezultatele obținute, la fiecare fiind precizat suportul (acknowledgment) prezentului contract de finanțare. Dintre acestea, 3 lucrări au obținut indexare ISI, alte 3 articole fiind incluse în BDI IEEE, urmând a fi indexate ISI. Lucrarea prezentată la HMM 2017 a fost acceptată pentru extindere și propusă pentru publicare în revista ISI "Physica B – Condensed Matter". Au fost efectuate corecturile cerute la recenzare, așteptându-se decizia revistei. Lucrarea prezentată la ISEF 2017 a fost propusă pentru recenzare în vederea publicării în revista ISI "COMPEL - The international journal for computation and mathematics in electrical and electronic engineering".

Totodată, a fost elaborat un articol trimis spre publicare la Revista ISI "Revista de Chimie".

Lista lucrărilor științifice de diseminare a rezultatelor proiectului ELIDEF, cu acknowledgment, este prezentată în continuare, iar lucrările detaliate pot fi consultate în Anexă.



10-th International Symposium on Advanced Topics in Electrical Engineering (ATEE'2017), 23-25 martie 2017, București. (http://atee.upb.ro/atee2017/)

- V. Ionita, E. Cazacu, L. Petrescu Remarks about the magnetic characterization of magnetite nanopowders, *Proc. of 10-th Int. Symp. on Advanced Topics in Electrical Engineering* (*ATEE '2017*), Bucharest, March 2017, ISBN 978-1-5090-5160-1, ISSN: 1843-8571, pp. 369-372, <u>https://doi.org/10.1109/ATEE.2017.7905176</u>, WOS:000403399400072.
- E. Cazacu, V. Ionita, L. Petrescu An efficient method for investigating the ferroresonance of single-phase iron core devices, *Proc. of 10-th Int. Symp. on Advanced Topics in Electrical Engineering (ATEE'2017)*, Bucharest, March 2017, ISSN: 1843-8571, ISBN 978-1-5090-5160-1, pp. 363-368, <u>https://doi.org/10.1109/ATEE.2017.7905167</u>, WOS:000403399400071.

 A. Bordianu – Losses analysis for a soft magnetic composite material, *Proc. of 10-th Int. Symp.* on Advanced Topics in Electrical Engineering (ATEE'2017), Bucharest, March 2017, ISSN: 1843-8571, ISBN 978-1-5090-5160-1, pp. 382-385, <u>https://doi.org/10.1109/ATEE.2017.7905064</u>, WOS:000403399400075.



7th International Conference on Modern Power Systems (MPS 2017), 06-09 June 2017, Cluj-Napoca (<u>http://www.et.utcluj.ro/mps/</u>)

- V. Ionita, L. Petrescu, E. Cazacu, E.-A. Patroi, E. Manta Improved prediction of hysteresis losses in electrical machine cores, *7th International Conference on Modern Power Systems* (*MPS 2017*), 06-09 June 2017, Cluj-Napoca, Romania, pp. 1-4, IEEE Catalog Number CFP17MPR-USB, ISBN: 978-1-5090-6564-6, <u>https://doi.org/10.1109/MPS.2017.7974403</u>
- E. Cazacu, V. Ionita, L.Petrescu Flux-current description of some particular iron core devices, *7th International Conference on Modern Power Systems (MPS 2017)*, 06-09 June 2017, Cluj-Napoca, Romania, pp. 1-4, IEEE Catalog Number CFP17MPR-USB, ISBN: 978-1-5090-6564-6, <u>https://doi.org/10.1109/MPS.2017.7974373</u>



International Conference on Optimization of Electrical and Electronic Equipment (OPTIM) & 2017 Intl Aegean Conference on Electrical Machines and Power Electronics (ACEMP), Brasov, Romania, 25 - 27 Mai 2017 (http://www.info-optim.ro/index.php)

 L. Petrescu, V. Ionita, E. Cazacu, C. Petrescu – Steinmetz' parameters fitting procedure for the power losses estimation in soft magnetic materials, *Proceedings of the 2017 International Conference on Optimization of Electrical and Electronic Equipment (OPTIM) & 2017 Intl Aegean Conference on Electrical Machines and Power Electronics (ACEMP)*, Brasov, Romania, 25 May - 27 May 2017, pp. 208-213, IEEE Catalog Number: CFP1722D-USB, ISBN: 978-1-5090-4488-7, https://doi.org/10.1109/OPTIM.2017.7974972



18th International Symposium on Electromagnetic Fields in Mechatronics, Electrical and Electronic Engineering 14-16 September 2017, Lodz, Poland (https://isef2017.jordan.pl/)

7. V. Ionita, L.Petrescu, E. Cazacu - Improved losses estimation in soft magnetic cores for non-sinusoidal voltages, *18th International Symposium on Electromagnetic Fields in Mechatronics, Electrical and Electronic Engineering (ISEF 2017)*, Lodz (Polonia), sept. 2017.

- in evaluare la *COMPEL* - *The international journal for computation and mathematics in electrical and electronic engineering* (ISSN 0332-1649, factor de impact ISI-WOS 0.487).





8. V. Ioniță, M. Codescu, E. Chițanu, L. Petrescu, E. Cazacu - Preisach model accuracy for soft magnetic nanopowders, 11th Symposium on Hysteresis Modeling and Micromagnetics (HMM 2017), Barcelona (Spania), mai 2017, Book of Abstracts, pag. 106.

- in evaluare la *Physica B – Condensed Matter* (ISSN 0921-4526, factor de impact ISI-WOS 1.386), article PHYSB-S-17-01392



Revista de Chimie (ISSN 0034-7752, factor de impact ISI-WOS 1.232)

9. T Mălăeru, E.-A. Pătroi, V. Marinescu, O. Oprea, D. Pătroi, C Morari, G. Georgescu - Preparation and characterization of Fe_3O_4 magnetic nanofluid in vegetable oil,

- în evaluare la *Revista de Chimie* (ISSN 0034-7752, factor de impact ISI-WOS 1.232).

A fost proiectată și realizată **pagina WEB** a proiectului (<u>http://elidef.elth.pub.ro</u>), având interfața prezentată în fig. 1. Conținutul este permanent actualizat pe durata desfășurării proiectului ELIDEF.



Fig. 1. Pagina WEB a proiectului.