



## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 38401 A1** (51) Cl. internationale : **C04B 35/26; H01F 1/36; H01F 1/34**
- (43) Date de publication : **28.04.2017**

- 
- (21) N° Dépôt : **38401**
- (22) Date de Dépôt : **09.09.2015**
- (71) Demandeur(s) : **MASCIR (MORROCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION & RESEARCH), RUE MOHAMED EL JAZOULI, MADINAT AL IRFANE, 10100 RABAT 10100 (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **HAMEDOUN MOHAMMED ; BENYOUSSEF ABDELILAH ; MOUNKACHI OMAR ; EL MOUSSAOUI HASSAN ; EL MAALAM KHADIJA ; BEN ALI MERIEM**
- (74) Mandataire : **ABDELHAQ AMMANI**

- 
- (54) Titre : **MATERIAU POUR LA FABRICATION DE TORES MAGNETIQUES A PARTIR DES PRECURSEURS NON STANDARDS**
- (57) Abrégé : La présente invention a pour objectif la fabrication des nouveaux matériaux doux,  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_{204}$  ( $0.1 < x < 0.3$ ), pour les tores magnétiques à base des partir des matières premières extraites des minerais contenant des impuretés. Ces tores magnétiques ayants des propriétés physiques spécifiques qui sont utilisés dans des nombreux domaines technologiques comme les applications à basse fréquence (inférieure à 2MHz).

**Matériau pour la fabrication des tores magnétique à partir des précurseurs non standards****Abrégé :**

La présente invention a pour objectif la fabrication des nouveaux matériaux doux,  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $0.1 < x < 0.3$ ), pour les tores magnétiques à base des partir des matières premières extraites des minerais contenant des impuretés. Ces tores magnétiques ayants des propriétés physiques spécifiques qui sont utilisés dans des nombreux domaines technologiques comme les applications à basse fréquence (inférieure à 2 MHz).

**Matériau pour la fabrication des tores magnétique à partir des précurseurs non standards****Domaine de l'invention :**

5 La présente invention concerne le domaine des matériaux magnétiques. En particulier, elle concerne des matériaux doux pour la fabrication des tores magnétiques à partir des matières premières extraites des minerais contenant des impuretés. Ces tores magnétiques ayants des propriétés physiques spécifiques, sont utilisés dans de nombreux domaines technologiques comme les applications à basse fréquence (inférieure à 2 MHz).

**10 Etat de l'art antérieur:**

La production, la valorisation des ressources naturelles de marocaine et de pouvoir créer une forte valeur ajoutée des extractions de bases comme par exemple le Sulfate de Cobalt, Sulfate de Cuivre, Carbonates de Manganèse, oxyde de zinc (ZnO), hydroxyde de nickel (NiOH), oxyde de fer III (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)... etc, font objectif de notre travail. Dans ce cadre, nous avons  
15 créé des spinelles qui ont gagné beaucoup d'attention en raison de leurs propriétés pour l'utilisation dans de nombreux domaines technologiques comme les dispositifs de stockage magnétique d'information, bio-capteurs, biomédicale, contraste d'imagerie par résonance magnétiques (IRM), effet tunnel quantique, ferrofluides, ...etc.

Les Tores de ferrite spinelle multi dopé fabriqués dans le cadre de ce brevet permettent  
20 d'atteindre des propriétés très demandés pour des applications fréquentielles.

Les paramètres essentiels qui caractérisent les tores magnétiques sont :

- Les dimensions des tores de multi dopé: diamètre intérieur, diamètre extérieur, épaisseur
- La densité et la masse des tores.
- 25 - La perméabilité initiale
- La densité de flux de saturation
- La coercitivité...

**Description de l'invention:**

Les tores de ferrites spinelle à base de  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $0.1 < x < 0.3$ ) sont synthétisés à partir précurseurs produits des minerais naturels marocains. En premier temps une cartographie des précurseurs a été effectuée pour l'obtention rapide et précise des compositions en éléments majeurs des échantillons minéraux.

**Procédé de fabrication des tores magnétiques:**

Les tores magnétiques selon l'invention peuvent être fabriqués en utilisant la technologie industrielle conventionnelle. La fabrication de ferrite poudre est basée sur la technique de la réaction à l'état solide à partir des précurseurs non standard ZnO, MnCO<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> produits à partir des minerais contenant des impuretés de faibles concentrations de ( Ba, Ca, Na, Mg, Ni, Cu et Al...). Le tableau 1 montre, par l'analyse ICP (Inductively coupled plasma spectrometry) la quantité des éléments chimiques présente dans les précurseurs utilisés ZnO, MnCO<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. La technique de la réaction à l'état solide consiste à mélanger les précurseurs en proportions stœchiométriques, effectuer un broyage humide avec de l'eau (c'est l'opération qui permet d'améliorer la finesse des matières premières, augmenter la surface spécifique pour une meilleure réactivité) en utilisant un broyeur planétaire pulvérisent 5 pour une durée de 15 minutes et avec une vitesse de rotation de 540 rpm. La poudre obtenue est ensuite séchée et calcinée à 950 °C pendant 90 minutes pour permettre une réaction en phase solide (c'est l'opération de chamottage dont le but est d'obtenir la poudre la plus homogène possible chimiquement sans toutefois que la taille des grains ne soit trop importante pour conserver une bonne réactivité). La poudre calcinée est à nouveau broyée pour diminuer la taille des grains et augmenter sa réactivité. La poudre séchée est ensuite ajoutée à une solution contenant 3% de polyvinyle alcool (PVA) et 5% de polyéthylène glycol (PEG). La poudre obtenue est ensuite pressée à 10 MPa sous forme de tore en utilisant une presse mécanique, et enfin frittée à une température de 1350 °C pendant 2 heures.

**Description des figures et tableaux:**

Le tableau 1 donne la composition chimique des précurseurs (ZnO, MnCO<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) produits à partir des minerais naturels marocains.

Le tableau 2 donne la fiche technique du tore magnétiques  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $x=0.26$ ).

La figure 1 montre l'évolution de la fabrication des tores magnétiques.

La figure 2 montre le spectre de la diffraction des rayons X des tores  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $x=0.26$ ) frittés à 1350 °C pendant 2 heures. Les pics montrent l'existence d'une seule phase, les positions et les intensités relatives à tous les pics : (220), (311), (400), (422), (511) et (440) ; indiquent que la structure cristalline favorise la formation de la phase spinelle, aucune autre phase d'impureté n'est observée.

La figure 3 montre cycle d'hystérésis pour  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $x=0.26$ ) à 10 kHz et a la température ambiante.

La figure 4 montre cycle d'hystérésis pour  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ( $x=0.26$ ) à 1 kHz et a la température ambiante.

**Tableaux :**

Eléments	ZnO	MnCO <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Ba (%)	0	0,0112	0,0055
Ca (%)	0,1	0,1	0,32
Fe (%)	0	0,0017	56,34
Mg (%)	0,3	0,0172	0,27
Mn (%)	0	43,44	0,0444
Na (%)	0,1	0,55	0,0189
Ni (%)	0	0,0085	3,92
Zn (%)	77	0,0036	0,59
Cu (%)	0	0,0023	0,14
Al (%)	0	0,0029	0,37

Tableau 1

<b>Pièce</b>	<b>COMMERCIAL</b>	<b>Zn<sub>x</sub>Ni<sub>0.14</sub>Al<sub>0.01</sub>Mg<sub>0.01</sub>Mn<sub>(0.84-x)</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (x=0.26)</b>
<b>Part Number</b>	<b>TX22/14/6,4-3D3</b>	
<b>D int</b>	<b>13.47±0.6 mm</b>	<b>12,8 ±0.6 mm</b>
<b>D ext</b>	<b>22.35±0.7 mm</b>	<b>22 ,1 ±0.7 mm</b>
<b>H</b>	<b>6.75±0.4 mm</b>	<b>6 mm</b>
<b>Density</b>	<b>4,7 g/cm3</b>	<b>4,71 g/cm3</b>
<b>Weight</b>	<b>6,5 g</b>	<b>7 g</b>
<b>Initial permeability (100KHZ , 3 Oe, 25 °C)</b>	<b>750</b>	<b>750</b>
<b>Saturation Flux density Bms (mT) (10KHZ , H=1000 A/M, 25 °C)</b>	<b>380 mT</b>	<b>145 mT</b>
<b>Br (mT)</b>	<b>155 mT</b>	<b>85 mT</b>
<b>Coercitivity Hc (A/m) (10KHZ , H=1000 A/M, 25 °C)</b>	<b>75 A/m</b>	<b>65 A/m</b>

Tableau 2

5

10

**Revendications :**

- 1- Matériau pour la fabrication des tores magnétique à partir des précurseurs non standards **caractérisé en ce qu'il** est à base de ferrites spinelle de formule  $Zn_xNi_{0.14}Al_{0.01}Mg_{0.01}Mn_{(0.84-x)}Fe_2O_4$  ou  $0.1 < x < 0.3$ .
- 2- Matériau selon la revendication 1 **caractérisé en ce qu'il** a une perméabilité initiale ( $\mu$ ) comprise entre 50 et 800.
- 3- Matériau selon les revendications 1 et 2 **caractérisé en ce qu'il** a un champ coercitif ( $H_c$ ) supérieure à 65 A/m.
- 4- Matériau selon les revendications 1 à 3 **caractérisé en ce qu'il** a une température de transition magnétique ( $T_c$ ) supérieure à 300 K.
- 5- Matériau selon les revendications 1 à 4 **caractérisé en ce qu'il** a une densité de flux magnétiques ( $B_{ms}$ ) supérieure à 150 mT.

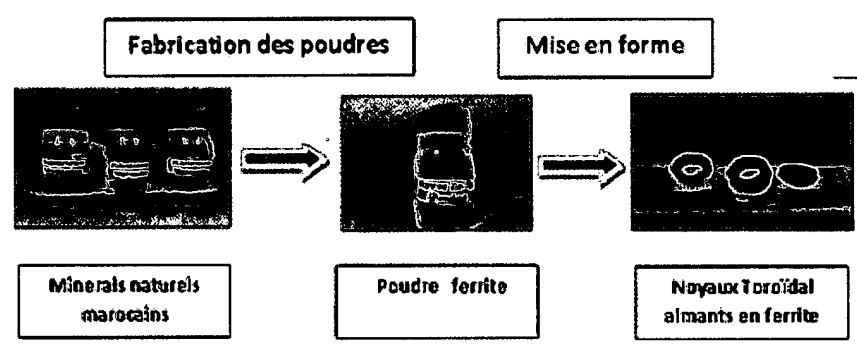


Fig. 1

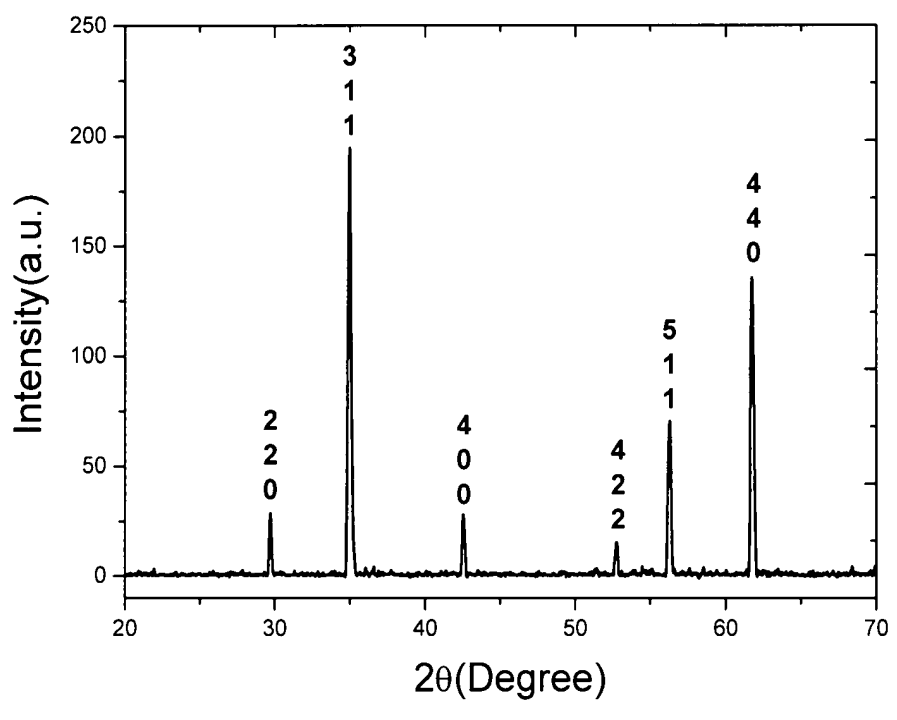


Fig. 2



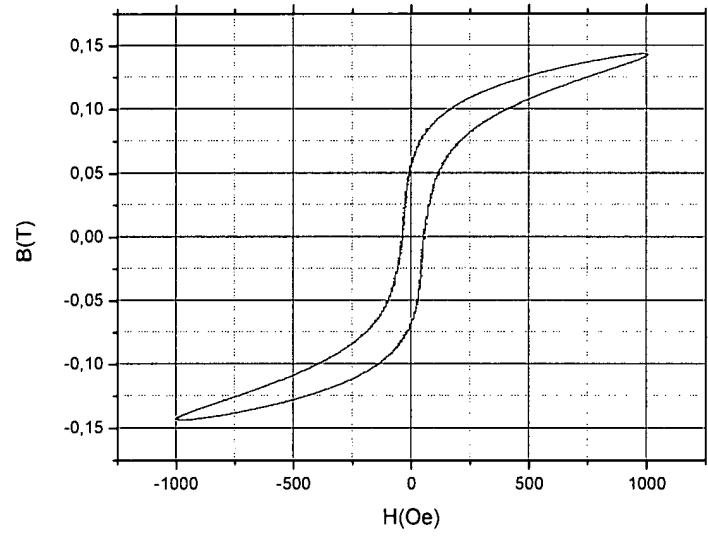


Fig. 3

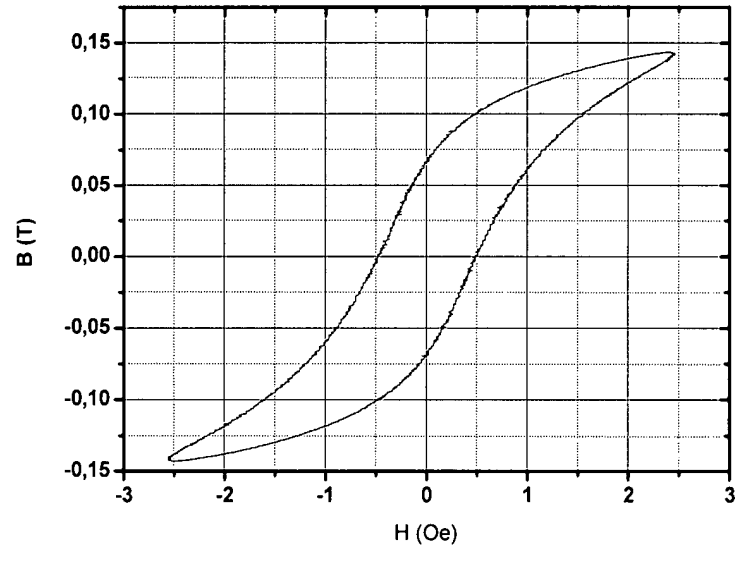
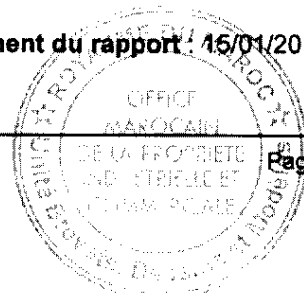


Fig.4



**RAPPORT DE RECHERCHE  
 AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**  
 (Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la  
 protection de la propriété industrielle)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 38401	Date de dépôt : 09/09/2015
Déposant : MASCIR (MORROCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION & RESEARCH)	
Intitulé de l'invention : MATERIAU POUR LA FABRICATION DE TORES MAGNETIQUES A PARTIR DES PRECURSEURS NON STANDARDS	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents cités par l'examineur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A. EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 15/01/2016
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	
Email : elkadiri@ompic.ma	



<b>Partie 1 : Considérations générales</b>		
<i>Cadre 1 : base du présent rapport</i>		
Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <u>Description</u> 4 Pages</li> <li>• <u>Revendications</u> 5</li> <li>• <u>Planches de dessin</u> 2 Pages</li> </ul>		
<b>Partie 2 : Rapport de recherche</b>		
<b>Classement de l'objet de la demande :</b>		
CIB : C04B35/26; H01F1/34; H01F1/36		
Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :		
EPOQUE, Orbit		
<b>Catégorie*</b>	<b>Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents</b>	<b>N° des revendications visées</b>
A	JPS5072200 ; FUJI ELECTROCHEMICAL CO LTD ; 14-06-1975 Abrégé WPI	1-5
A	JPS4865499 ; TDK ELECTRONICS CO LTD ; 20-08-1973 Abrégé WPI	1-5
A	JPS49121197 ; HITACHI LTD ; 29-01-1974 Abrégé WPI	1-5
A	JPS52102596 ; HITACHI LTD ; 27-08-1977 Abrégé WPI	1-5
A	JPS5362197 ; HITACHI LTD ; 03-06-1978 Abrégé WPI	1-5
<b>*Catégories spéciales de documents cités :</b>		
<p>-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs</p> <p>-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté</p>		

**Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**

*Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle*

Nouveauté (N)	Revendications 1-5 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-5 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-5 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : JPS5072200

**1. Nouveauté (N) :**

Aucun des documents de l'art antérieur D1-D4 ne décrit les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-5, par conséquent l'objet des revendications 1-5 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

**2. Activité inventive (AI) :**

Le document D1 considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 divulgue un matériau ferrite Mn-Zn à partir des précurseurs MnCO<sub>3</sub>, ZnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilisé pour la fabrication des tores magnétiques.

L'objet de la revendication 1 diffère de ce document en ce que le matériau ferrite est de la formule :  $Zn_xNi_{0,14}Al_{0,01}Mg_{0,01}Mn_{(0,84-x)}Fe_2O_4$ , ce qui veut dire que les éléments contenus dans le matériau de la revendication 1 ainsi que leurs proportions ne sont pas divulgués dans D1.

Le problème à résoudre est de trouver un matériau ferrite alternatif pour la fabrication des tores magnétiques. Au vu de ce problème, aucun document que l'homme de métier combinerait avec D1, ne donne une incitation qui permettrait d'aboutir au matériau défini par la revendication 1.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Du fait de leur dépendance de la revendication 1, les revendications 2-5 impliquent elles aussi une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

**3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :**

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible