

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 51966 B1** (51) Cl. internationale : **C04B 35/26; H01F 1/34; C04B 35/26; H01F 1/34**
- (43) Date de publication : **30.11.2022**

---

(21) N° Dépôt : **51966**

(22) Date de Dépôt : **30.12.2020**

(71) Demandeur(s) : **MOROCCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION AND RESEARCH (MAScIR), Rabat design Center, Rue Mohamed Al Jazouli Madinat Al Irfane, Rabat, 10100 (MA)**

(72) Inventeur(s) : **EL MOUSSAOUI HASSAN ; MAHFOUD TARIK ; LAMOURI RACHIDA ; BENALI MERIEM ; TILSAGHANI CHAKIB**

(74) Mandataire : **AMMANI ABDELHAQ**

---

(54) Titre : **Procédé de fabrication des matériaux ferrites spinelles pour application dans le domaine de télécommunication.**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un nouveau procédé de fabrication de Zn-Mn ferrite spinelles en utilisant l'eau de ville lors de la phase du broyage humide de la poudre après l'étape de calcination afin d'apporter les impuretés de faibles concentrations nitrates, Fluore, Manganèse, Cuivre, Bore, et Baryum disponibles dans l'eau de ville.

**Procédé de fabrication des matériaux ferrites spinelles pour application  
dans le domaine de télécommunication**

**Abrégé:**

La présente invention concerne un nouveau procédé de fabrication de Zn-Mn ferrite spinelles en utilisant l'eau de ville lors de la phase du broyage humide de la poudre après l'étape de calcination afin d'apporter les impuretés de faibles concentrations nitrates, Fluore, Manganèse, Cuivre, Bore, et Baryum disponibles dans l'eau de ville.

## **Procédé de fabrication des matériaux ferrites spinelles pour application dans le domaine de télécommunication**

### **Domaine de l'invention :**

La présente invention concerne le domaine des composants électroniques. En particulier, elle concerne un procédé de fabrication des matériaux magnétiquement doux de type ferrites spinelles à usage comme filtre dans les circuits électroniques.

### **Etat de l'art antérieur :**

Les ferrites spinelles, de nature magnétique douce, ont suscité beaucoup d'intérêt à cause de leur utilisation dans de nombreuses applications technologiques et industrielles comme les dispositifs de stockage magnétique d'information, les hyperfréquences, contraste d'imagerie par résonance magnétiques (IRM), et bien d'autres.

Dans ce contexte, la présente invention concerne un nouveau procédé de fabrication des ferrites spinelles via l'utilisation de l'eau de ville et la positivation de ces impuretés chimiques.

Les matériaux synthétisés par le nouveau procédé, présenté dans le cadre de ce brevet, montrent des propriétés magnétiques très demandés pour les applications des matériaux doux magnétiquement.

Le nouveau procédé présente plusieurs avantages comme :

- Le faible coût de fabrication,
- Optimisation des équipements utilisés (Sans avoir besoin d'un purificateur de l'eau),
- Positivation des impuretés de l'eau de ville pour des applications industrielles,

Les paramètres essentiels qui caractérisent les matériaux obtenus par ce nouveau procédé sont:

- L'aimantation rémanente,

- L'aimantation à saturation,
- Le champ coercitif,
- La densité de flux rémanente

### **Description de l'invention :**

La présente invention présente un nouveau procédé de fabrication des matériaux ferrites spinelles de formule chimique :



à partir des oxydes métalliques de Fer, Zinc et de Manganèse, en utilisant l'eau de ville comme source des impuretés chimiques, notamment ; Nitrates, Zinc, Manganèse, Fluore, Cuivre, Bore et Baryum.

Le nouveau procédé présenté dans cette invention permet la synthèse des ferrites spinelles avec des propriétés magnétiques très intéressantes (aimantation de saturation, champ coercitif, aimantation rémanente, induction rémanente) qui font de ce type de matériaux un très bon candidat pour de nombreuses applications technologiques et industrielles.

### **Procédé de fabrication du nouveau matériau ferrite spinelle :**

Les matériaux ferrites spinelles peuvent être fabriqués en utilisant la technologie industrielle conventionnelle. Cette méthode de fabrication est basée essentiellement sur la technique dite de la réaction à l'état solide à partir des précurseurs standard ZnO, MnO et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> commercialisés par Sigma Aldrich. Selon la présente invention, L'utilisation de l'eau de ville comme une source des impuretés de faibles concentrations (nitrates, Fluore, Manganèse, Cuivre, Bore, et Baryum) et la positivation de ces impuretés (mentionnées ci-dessus) dans un procédé bien étudié permet la fabrication des ferrites spinels ayant les propriétés demandées par les industriels du marché de l'électronique.

Le tableau 1 montre la teneur d'un litre de l'eau de ville des éléments chimiques (exprimés en mg) et les quantités correspondantes pour un volume de 20ml de l'eau de ville.

La technique de fabrication, qui fait l'objectif de cette invention, peut être effectuée en six étapes :

- Pesée des précurseurs (ZnO, MnO et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) en proportions stœchiométriques.
- Mélange des précurseurs, et broyage sec avec un micro-broyeur à vibration pulveristte à billes en agate. Le broyage était fait pendant 30 minutes avec une amplitude de vibration de 1,5.
- Séchage de la poudre obtenue et calcination à 900 °C pendant 90 minutes pour permettre une réaction en phase solide. Lors de cette étape, Nous cherchons à avoir une poudre homogène chimiquement sans tenir compte de la taille des grains.
- Broyage humide de la poudre calcinée pendant 20 minutes en utilisant un broyeur planétaire pulveristte avec 200 rpm. Deux procédés ont été considérés par la suite ; un premier procédé (proc1) dont le broyage humide est réalisé en utilisant 20ml de l'eau de ville. Dans le deuxième procédé (proc2), 20ml de l'eau distillée est utilisé lors du broyage humide.
- Centrifugation des deux échantillons (proc1 et proc2), pendant 5 minutes avec 5000 rpm pour la séparation de la poudre.
- Séchage des deux poudres séparées et calcination à 1200 °C pendant 120 min. Les poudres obtenues en utilisant l'eau de ville et l'eau distillée seront référenciés par proc1 et proc2, respectivement.

#### **Description des tableaux et des figures :**

**Le tableau 1** donne la composition chimique de l'eau de ville selon le Secrétariat d'Etat auprès du Ministère de l'Energie, des Mines, de l'Eau et de l'Environnement, chargé de l'Eau et de l'environnement.

**Le tableau 2** donne les propriétés magnétiques des deux matériaux synthétisés à partir de l'eau de ville et l'eau distillée à la température ambiante. Les valeurs obtenues montrent l'augmentation de l'aimantation de saturation et de l'aimantation rémanente en utilisant l'eau de ville avec une diminution du champ coercitif, ce qui est très demandé dans les applications des matériaux doux.

**La figure 1** montre un schéma de principales étapes de fabrication des ferrites spinelles. Le procédé de fabrication avec utilisation de l'eau de ville sera référencié par proc1 alors que le procédé de fabrication en utilisant l'eau distillée aura comme référence proc2.

La **figure 2** montre la granulométrie laser des deux matériaux fabriqués en utilisant l'eau de ville (proc1) et l'eau distillée (proc2). On voit clairement que l'utilisation de l'eau de ville au lieu de l'eau distillée a une petite influence sur la distribution de taille des particules, en comparant la distribution dans l'intervalle de 10 à 100  $\mu\text{m}$ .

La **figure 3** montre le cycle d'hystérésis des deux matériaux synthétisés à partir de l'eau de ville (proc1) et l'eau distillée (proc2) à la température ambiante. La figure montre que les deux méthodes donnent lieu à la fabrication de matériaux doux magnétiquement à la température ambiante avec une augmentation de l'aimantation de saturation du matériau fabriqué par le procédé dont l'objectif de cette invention par rapport au matériau ferrite spinelle  $\text{Mn}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  fabriqué à partir de la méthode conventionnelle avec utilisation de l'eau distillée.

**Liste des tableaux :**

Eléments	Eau de ville (1l)	Eau de ville (20ml)
Zn (mg)	50	1
Mn (mg)	0,1	0,002
Fe dissous (mg)	0,3	0,006
F (mg)	1.5	0,03
Cu (mg)	1	0,02
B (mg)	1	0,02
Ba (mg)	1	0,02

**Tableau 1**

Code	Ms (emu/g)	Mr (emu/g)	Mr/Ms	Hci (KOe)	Br (G)
Proc1	33,42	0,83	0,02	9,72	52,15
Proc2	20,72	0,56	0,03	31,78	35,20

**Tableau 2**

**Revendications :**

1. Procédé de fabrication des matériaux Zn-Mn ferrites spinelles caractérisé en ce qu'on utilise l'eau de ville lors de la phase du broyage humide afin d'avoir une distribution de tailles originales comprenant 12% des grains uniques de taille entre 20 et 40  $\mu\text{m}$  par rapport à la distribution standard.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on applique une vitesse de broyage humide de l'ordre de 200 rpm pendant 20 minutes.
3. Procédé selon les revendications 1 et 2 nous permet d'obtenir des matériaux ferrites avec une aimantation à saturation entre 30 et 50 emu/g.
4. Procédé selon les revendications 1 et 3 nous permet d'obtenir des matériaux ferrites avec une aimantation rémanente entre 0,8 et 2 emu/g.
5. Le procédé de fabrication selon les revendications 1 à 4 nous permet d'obtenir des matériaux ferrites avec un champ coercitif entre 8 et 10 KOe.
6. Le procédé de fabrication selon les revendications 1 à 5 nous permet d'obtenir des matériaux ferrites avec une densité de flux entre 50 et 70 G.

1/2

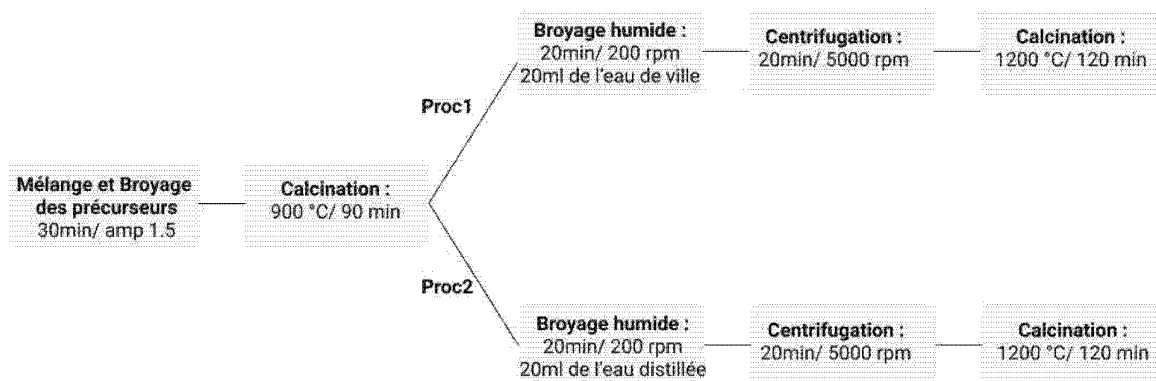


Fig. 1

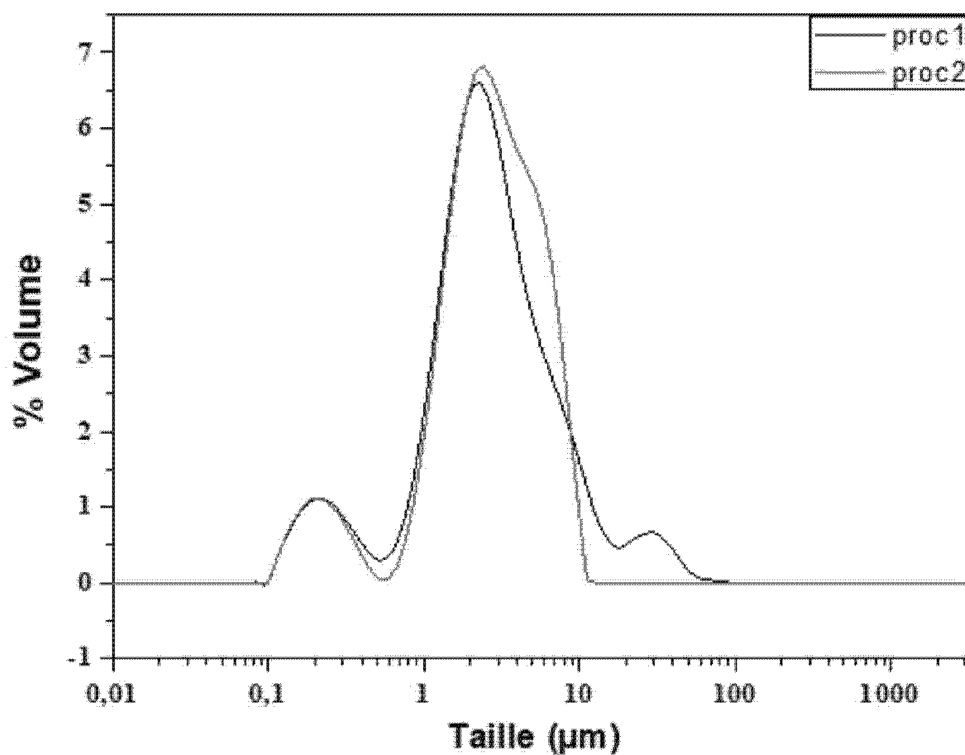


Fig. 2



2/2

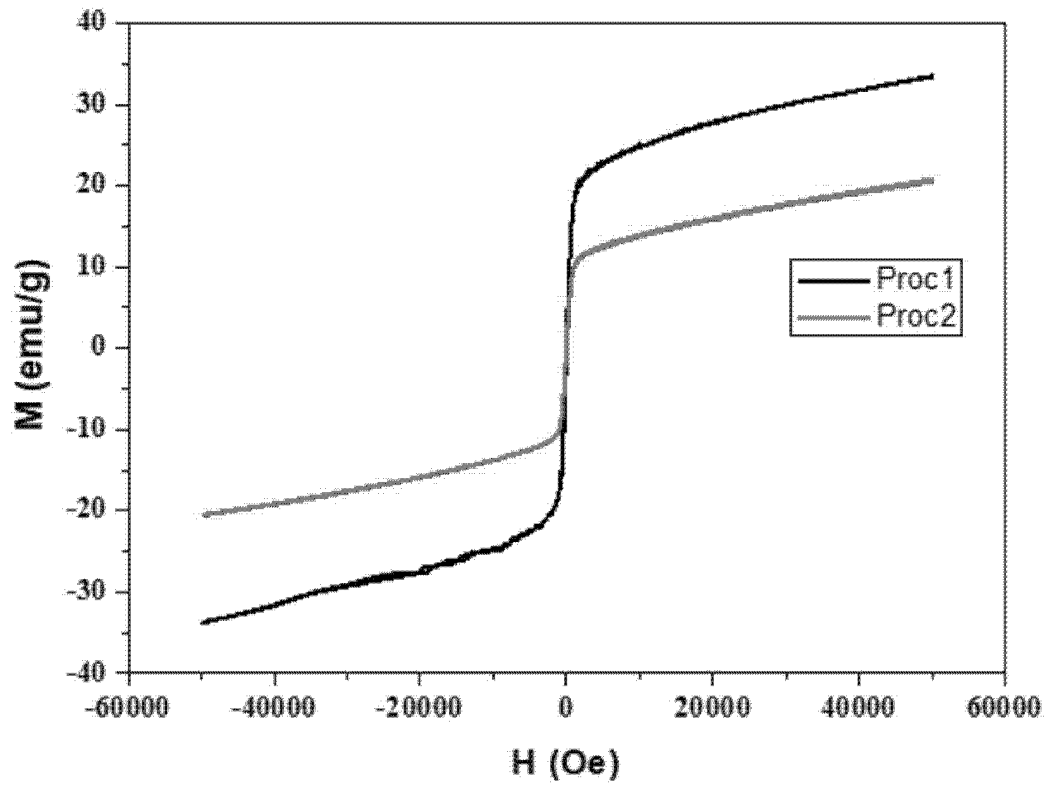


Fig.3

**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 telle que modifiée et complétée  
par la loi 23-13)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 51966	Date de dépôt : 30/12/2020
Déposant : MOROCCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION AND RESEARCH (MAScIR)	
Intitulé de l'invention : Procédé de fabrication des matériaux ferrites spinelles pour application dans le domaine de télécommunication.	
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 brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site <a href="http://worldwide.espacenet.com">http://worldwide.espacenet.com</a> , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
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 forme et de clarté	
<input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: Abdelfettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 19/04/2021
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

**Partie 1 : Considérations générales****Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description  
4 Pages
- Revendications  
6
- Planches de dessin  
2 Pages

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C04B35/26, H01F1/34

CPC : C04B35/26, H01F1/34

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
A	CN101996727A • 2011-03-30 • SHANGHAI KANGSHUN MAGNETIC COMPONENTS FACTORY Revendications	1-6
A	CN102044320A • 2011-05-04 • SHANGHAI KANGSHUN MAGNETIC COMPONENTS FACTORY Revendications	1-6
A	CN107337447A (B) • 2017-11-10 • HENGDIAN GROUP DMEGC JSC LTD Revendications	1-6

**\*Catégories spéciales de documents cités :**

-« 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  
 -« 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  
 -« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent  
 -« 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  
 -« 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

**Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité****Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté***- Remarques de clarté*

L'objet des revendications 3-6 manque de clarté conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, car l'objet de la protection demandée n'est pas clairement défini. Les dites revendications tentent de définir l'objet par le résultat recherché. Cette formulation n'est pas acceptable en l'espèce, puisqu'il semble possible de définir l'objet en des termes plus concrets, c'est-à-dire en exposant comment l'effet peut être obtenu.

**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 1-6 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications 1-6 Revendications aucune	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-6 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 : CN101996727A

D2 : CN102044320A

D3 : CN107337447A

**1. Nouveauté**

Aucun document ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-6, par conséquent, l'objet des revendications 1-6 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

**2. Activité inventive**

Le document D1 considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue un procédé de préparation d'un matériau magnétique doux en ferrite de manganèse-zinc avec une force d'induction magnétique à saturation élevée, caractérisé en ce que le broyeur à sable de l'étape (4) adopte un broyage humide et utilise de l'eau pure comme milieu.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que l'étape de broyage utilise l'eau de ville.

Le problème à résoudre par la présente demande est la fourniture d'un matériau ferrite spinelle à propriétés améliorées.

Le tableau 2 et la figure 3 montre que le problème est résolu par l'objet de la revendication 1. La solution proposée par la présente demande peut être considérée comme inventive, vu que l'homme de métier ne trouve aucune incitation des documents D1, D2 ou D3 seuls ou combinés lui permettant d'utiliser l'eau de ville au lieu de l'eau pure lors de l'étape de broyage tout en espérant que les propriétés magnétiques vont être améliorées.

Par conséquent, l'objet des revendications 1-6 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

### **3. Application industrielle**

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.