

AÑO 1957

Expediente núm.

23 807



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por **VEINTE** años, en España

a favor de

INTERNATIONAL TELEPHONE AND TELEGRAPH CORPORATION, de nacionalidad francesa domiciliado en 67, Broad Street, Nueva York, Estados Unidos de América. ~~XXXX~~

por:

METODO DE FABRICACION DE UN MATERIAL FERROMAGNETICO

Nº 4342

Agente Sr. ELZABURI

- 3 MAR. 1958

Rehecha I.



238907

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

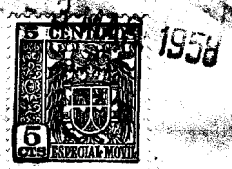
por VEINTE años

a nombre de INTERNATIONAL TELEPHONE AND TELEGRAPH CORPORATION,
entidad norteamericana, establecida en 67, Broad Street, Nueva
York, Estados Unidos de América, por:

"METODO DE FABRICACION DE UN MATERIAL FERROMAGNETICO".-

5 La presente invención se refiere a materiales ferromagné-
ticos del tipo de la ferrita, que poseen ciclos de histéresis
esencialmente rectangulares, y a métodos de fabricación de di-
chos materiales. Los materiales de este género pueden utilizar
se en dispositivos de registro magnético conocidos con los nom-
bres de "dispositivos de memoria", órganos de control magnéti-
co, amplificadores magnéticos, etc. En tales aplicaciones, es-
tos materiales son utilizados en forma de núcleos, generalmen-
te de forma toroidal o al menos de forma cerrada, sin entrehie-
10 rro.

Ya eran conocidos los materiales con ciclo de histéresis
de forma rectangular, especialmente aleaciones de hierro o de



238907

hierro y silicio, cuyas propiedades magnéticas, del modo más frecuente, se hacen anisotrópicas ya sea por laminado en frío o por tratamiento térmico bajo campo magnetizante. Estos materiales, hablando en términos generales, tienen elevados momentos magnéticos en saturación, y reducidas intensidades de campo coercitivo.

El gran inconveniente de estos materiales metálicos, a pesar de su en general elevado momento magnético en saturación, es el reducido valor de su resistividad, que da lugar a considerables pérdidas por corrientes parásitas. Estas elevadas pérdidas dan por resultado un aumento del tiempo de respuesta y una deformación del ciclo de histéresis, que pierde entonces su característica de rectangularidad tan pronto como aumenta la frecuencia. Si se deseara emplear estos núcleos a frecuencias de varios megaciclos por segundo, deberían obtenerse en forma muy delgada, del orden de unas pocas micras, y su precio resultaría inmediatamente prohibitivo.

Antes de explicar la presente invención, se dan algunas notaciones y definiciones de las magnitudes magnéticas que vienen empleadas en lo que sigue, y se especifica que los valores del momento magnético en gauss, es el producto de multiplicar por 4π el valor del momento magnético expresado en unidades electromagnéticas CGS.

Un ciclo de histéresis esencialmente rectangular, trazado para un campo magnético que prácticamente alcance la saturación, viene definido por los siguientes coeficientes:

- I_s : momento a saturación, en gauss;
- I_r : momento remanente correspondiente el ciclo a saturación, en gauss;
- H_o : campo coercitivo correspondiente al ciclo a



238907

$\beta = \frac{I_r}{I_s}$: saturación, en oersted; razón o cociente entre el momento remanente y el momento a saturación;

5 Además, los coeficientes que siguen corresponden a un ciclo de trabajo, que va desde un campo magnetizante máximo positivo (+ H_m) al campo negativo máximo (- H_m):

I_m : momento correspondiente al campo H_m , en gauss;

B_m : inducción correspondiente al campo H_m , en gauss;

10 B_{rm} : inducción remanente, en gauss;

B_{dm} : valor final de la inducción, alcanzado cuando se hace pasar el campo magnetizante desde un valor H_m comprendido entre H_{cm} y $2H_{cm}$ al valor (- $H_m/2$);

15 H_{cm} : campo coercitivo, en oersted;

$\beta_m = \frac{B_{rm}}{B_m}$ o "coeficiente de rectangularidad",

$R_m = \frac{B_{dm}}{B_m}$ o "relación de rectangularidad".

20 Es también posible, en ciertos casos, evaluar las pendientes de los costados esencialmente verticales y horizontales del ciclo de histéresis.

Las cantidades:

$$P_h = \left(\frac{\Delta I}{\Delta H} \right)_h, \text{ y}$$

25
$$P_v = \left(\frac{\Delta I}{\Delta H} \right)_v,$$

en las que ΔI y ΔH son pequeñas variaciones del momento y del campo magnetizante en las proximidades de un punto dado, y están respectivamente definidas en las proximidades de la intersección de la curva representativa del ciclo de histéresis con los ejes de coordenadas, correspondiendo P_h a un campo cero y

30



238907

P_v a un momento cero.

Para un ciclo rectangular ideal, los valores de P_h y P_v tenderían respectivamente hacia cero y hacia infinito.

5 La permeabilidad μ viene definida como permeabilidad inicial en el estado de desmagnetización.

Los coeficientes de pérdidas magnéticas empleados son los coeficientes de Jordan; al considerar solamente la contribución de las pérdidas por corrientes parásitas a la resistencia R_p de pérdidas, por consiguiente, el coeficiente de pérdidas por corrientes parásitas viene definido por la relación de Jordan:

$$F_n = \frac{R_p}{L} \cdot \left(\frac{800}{f} \right)^2,$$

siendo R_p la resistencia de pérdidas, expresada en ohmios,

f la frecuencia, expresada en ciclos por segundo, y

L la inductancia, expresada en henrios.

15 El coeficiente de pérdidas por corrientes parásitas F_n , expresado en ohmios por henrio, para la frecuencia $f = 800$ c/s. se mide entre 100 y 200 kc/s, para un campo de 2 milioerstedes y a una temperatura de alrededor de 202 C, para circuitos magnéticos cuya sección cm^2 es de unos 0,3 cm^2 .

20 El punto de Curie O_c será en todo lo que sigue, por convención, la temperatura expresada en grados centígrados, por encima de la cual el material deja de ser ferromagnético.

25 Los efectos de magnetostricción pueden estar caracterizados por el valor del coeficiente de magnetostricción en saturación λ_s , obtenido por extrapolación, para el estado de desmagnetización, de la curva relativa de variación $\Delta l/l$, en el sentido del campo aplicado, de la longitud l de la muestra, trazada para intensidades de campo muy elevadas.

Otra importante característica es la variación de B_m ó de



33907

I_B en función de la temperatura; viene definida por un coeficiente de variación de la inducción, en tanto por ciento por grado:

$$\alpha_B = \frac{1}{B_m} \cdot \frac{\Delta B_m}{\Delta t} \cdot 10^2,$$

siendo B_m el valor de la inducción a 20° C,

ΔB_m la variación de la inducción entre 20° y 80° C, y

5 Δt la correspondiente diferencia de temperatura, es decir, en el presente caso, $\Delta t = 60^\circ \text{C}$.

Las inducciones B_m corresponden a un valor particular de campo H_m que es claramente más elevado que H_c .

10 El "tiempo de respuesta" viene definido considerando dos arrollamientos de constantes de tiempo insignificantes, colocados sobre un núcleo hecho del material magnético en cuestión, el cual núcleo se somete a los campos magnetizantes H_m comprendidos entre H_{cm} y $2H_{cm}$, y después al campo ($-H_m/2$); luego se aplica a uno de los arrollamientos un impulso de corriente cuyo tiempo

15 de subida es muy breve. Se utilizan dos arrollamientos, uno de los cuales (N_1) consta de tres espiras y el otro (N_2) de una sola espira. Las dimensiones del núcleo sobre el cual se colocan estos arrollamientos son: diámetro exterior: 2mm; diámetro interior: 1,2 mm; altura: 0,88 mm. Se hace pasar entonces una serie

20 de cinco impulsos a través del arrollamiento N_1 en la forma siguiente: un impulso positivo de I ; un impulso negativo I ; dos impulsos positivos de valor $I/2$; un impulso negativo de I . El intervalo entre impulsos es de 50 microsegundos, siendo el tiempo de subida de cada impulso de 0,3 microsegundos. La respuesta dada

25 en el arrollamiento N_2 al segundo impulso es entonces la que se tiene en cuenta. El tiempo de respuesta τ se toma como tiempo, en microsegundos, necesario para que la tensión o voltaje producido en el arrollamiento N_2 , empezando desde un décimo del máximo, pase por el máximo y vuelva al 10% del valor de este má-



238907

ximo.

El objeto de la invención es producir materiales magnéticos del tipo de la ferrita que tengan, por una parte,

ciclos de histéresis esencialmente rectangulares,
5 y por la otra parte,

elevadas resistividades ρ , iguales al menos a 10^3 ohmios centímetro.

La rectangularidad del ciclo se obtiene empezando con materiales del tipo de la ferrita, con un coeficiente de magnetotriación negativo, y sometiéndolos a esfuerzos. Conforme a una
10 forma de la invención, estos materiales son sometidos a esfuerzos naturales obtenidos mediante un tratamiento térmico con el cual se produce una considerable contracción lineal, de al menos un 8% y que puede llegar hasta el 30%. Por este medio puede
15 obtenerse un ciclo de un coeficiente de rectangularidad β_m igual al menos a 0,8.

También según la invención, los materiales magnéticos del género mencionado, además de a los esfuerzos naturales obtenidos durante el tratamiento térmico, pueden ser sometidos, en la forma de núcleo ya acabado, a esfuerzos mecánicos artificiales
20 externos. Se ha comprobado que de este modo la rectangularidad del ciclo se mejora aún más; obteniéndose un coeficiente de rectangularidad β_m igual a menos a 0,95 y, lo que es particularmente notable, una relación de rectangularidad R_m mayor de 0,9, lo que
25 es un valor inigualado hasta ahora.

Los esfuerzos mecánicos artificiales externos mencionados pueden obtenerse por procedimientos ya conocidos, hidráulicos (estando el núcleo colocado en un receptáculo en el cual se obliga a entrar aceite o agua a presión) o mecánicos en los que

30 (a) el núcleo está rodeado por una banda de goma o similar,



238907

y el conjunto colocado en un dispositivo de aprieto que comprime la banda;

(b) la superficie exterior del núcleo se recubre de un esmalte, el cual se somete a endurecimiento; o

5 (c) el núcleo bobinado es incrustado en una resina que, por compresión o preferiblemente por polimerización, ejerce al enfriarse un esfuerzo considerable.

Pueden ser tratadas así todas las formas de núcleo que presenten un circuito magnético cerrado sin entrehierro.

10 Este esfuerzo mecánico artificial es aplicado al núcleo después del tratamiento térmico, y el esfuerzo aplicado se mantiene durante el uso.

En vista de su elevada resistividad, estos materiales tienen unas pérdidas por corrientes parásitas insignificantes, que permiten el empleo de los mismos en alta frecuencia con un reducido tiempo de respuesta ($\tau \leq 10$ microsegundos).

15 Los materiales conforme a la invención tienen coeficientes de rectangularidad β_m y relaciones de rectangularidad al menos iguales a los valores indicados más arriba. Además presentan inducciones en saturación (B_s) del orden de 1.500 a 4.500 gauss a 202 C., coeficientes de variación de la inducción (α_B) en función de la temperatura iguales todo lo más a 0,5, y puntos de Curie θ_c superiores a los 2002 C.

25 Los materiales ferromagnéticos objeto de la presente invención son materiales ferromagnéticos del tipo de la ferrita, con ciclo de histéresis esencialmente rectangular, fabricados por compresión de una mezcla homogénea de óxidos metálicos en polvo muy fino a una presión de 0,5 a 15 toneladas por centímetro cuadrado y sometiendo a los núcleos obtenidos de dicha mezcla a un tratamiento térmico consistente en caldeo en oxígeno a una temperatu-

30



238907

ra comprendida entre 9002 C y 1.3002 C, seguido de enfriamiento durante unas 15 horas; consistiendo dicha mezcla en óxido férri-
co y, facultativamente, óxidos de metales trivalentes del grupo
que comprende al aluminio y al cromo, óxidos de al menos dos me-
tales bivalentes del grupo que contiene al níquel y al cobre, y,
5 facultativamente, óxidos de metales bivalentes del grupo que com-
prende al cinc y al cadmio; caracterizados por el hecho de que
en dicha mezcla la suma de los porcentajes moleculares de los óxi-
dos de los metales trivalentes está comprendida entre 47 y 50,
10 siendo la suma de los porcentajes moleculares de los óxidos de
los metales trivalentes distintos del hierro igual o menor que
2; la suma de los porcentajes moleculares de los óxidos de los
metales bivalentes del grupo que incluye al níquel y al cobre es
15 tá comprendido entre 3 y 13; la suma de los porcentajes molecu-
lares de los óxidos de metales bivalentes del grupo que incluye
al cinc y al cadmio es a lo sumo igual a 25.

A continuación se describe la invención con mayor detalle,
para ferritas cuyas composiciones de comienzo satisfacen la fór-
mula:

20 $x \text{ Fe}_2\text{O}_3, u \text{ NiO}, v \text{ CuO}, s \text{ ZnO}, y \text{ T}_2\text{O}_3,$
en la que T puede ser uno o más metales trivalentes tales como
el aluminio y el cromo, mientras x, y, u, v y s designan los por-
centajes moleculares que satisfacen las relaciones siguientes:

$$x + y + u + v + s = 100,$$

$$25 \quad 47 \leq x + y \leq 50,$$

$$0 \leq y \leq 2,$$

$$25 \leq u + v \leq 53,$$

$$3 \leq v \leq 15, \quad y$$

$$0 \leq s \leq 25.$$

30 En todo el resto de la descripción, las composiciones in-



238907

dicadas son las composiciones de comienzo, antes de la molienda. El aumento del contenido de hierro debido al desgaste del molidor, siendo, para un molino normal o medio, de aproximadamente 0,8 moléculas de Fe_2O_3 por cien moléculas de material molido, es preciso incrementar en esta cantidad los porcentajes dados de Fe_2O_3 después de la molienda; si se utilizara un molino de desgaste más lento o más rápido habría que efectuar las oportunas correcciones.

Es bien sabido que la magnetostricción de un material mixto de ferrita depende de la magnetostricción de cada una de las ferritas de que está compuesto. De todas las ferritas, solamente la ferrita de hierro u óxido magnético de hierro $FeO.Fe_2O_3$ (esto es, Fe_3O_4) presenta un coeficiente positivo de magnetostricción.

Conforme a la invención, es necesario, para obtener un material de ciclo de histéresis esencialmente rectangular, formar una ferrita que contenga poco o ningún hierro bivalente. Ahora bien, siendo el máximo porcentaje molecular de óxido de hierro igual a 50, existirá solamente muy poco hierro bivalente, o incluso ninguno en absoluto, y las condiciones necesarias para que el material tenga un coeficiente negativo de magnetostricción quedarán, por tanto, plenamente satisfechas.

A continuación se describe la invención más detalladamente y con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales:

- la figura 1 representa un ciclo de histéresis esencialmente rectangular.

- la figura 2 representa un diagrama triangular indicador de compuestos de materiales conforme a la invención;

- la figura 3 representa unas curvas de variación de la inducción B_m , en función del porcentaje molecular de Fe_2O_3 ;

- la figura 4 representa curvas de variación del coeficiente de rectangularidad β_m en función del porcentaje molecu-



238907

lar de Fe_2O_3 ;

- la figura 5 representa curvas de variación de la inducción B_m , en función del porcentaje molecular de Al_2O_3 o de Cr_2O_3 en un compuesto definido;
- 5 - la figura 6 representa curvas de variación del coeficiente de rectangularidad β_m en función del porcentaje molecular de Al_2O_3 o de Cr_2O_3 en un compuesto definido;
- la figura 7 representa la variación de la inducción B_m en función de H_m para un compuesto definido;
- 10 - la figura 8 representa la variación de R_m , y de β_m en función de H_m para un compuesto definido;
- la figura 9 representa la variación de la inducción B_m en función de la temperatura, para dos compuestos definidos;
- la figura 10 representa las variaciones del campo coercitivo H_{om} , en función de la temperatura, para dos compuestos definidos.
- 15 - la figura 11 representa la variación de la relación de rectangularidad β_m , en función de la temperatura, para dos compuestos definidos;
- 20 - las figuras 12 a 16 representan ciclos de histéresis de material conforme a la invención;
- las figuras 17 y 18 representan cada una, en sección horizontal y vertical, un núcleo envuelto en una resina de poliéster; y
- 25 - la figura 19 representa, para diferentes intensidades de campo, unos ciclos de histéresis para un núcleo magnético no envuelto, y para el mismo envuelto en resina de poliéster.

En la figura 1, que representa un ciclo rectangular de histéresis correspondiente a un campo H_m , están indicadas la inducción $B_m = OR$, la inducción remanente $B_{rm} = OF$, la inducción

30



1958

238907

B_{dm} = OS correspondiente al campo $(-H_m/2)$, y también el campo coercitivo H_{cm} .

El "coeficiente de rectangularidad" es

$$\beta_m = \frac{B_{rm}}{B_m} = \frac{OP}{OR}$$

para la "relación de rectangularidad":

$$R_m = \frac{B_{dm}}{B_m} = \frac{OS}{OR}$$

5 y, para la relación K_m :

$$K_m = \frac{B_{rm} + B_m}{B_{rm} - B_{dm}} = \frac{OP + OT}{OP - OS}$$

La figura 2 representa un diagrama triangular, correspondiente a un material conforme a la invención, cuyos tres componentes son: la suma de los porcentajes moleculares de los óxidos de metales trivalentes Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , Al_2O_3 ; la suma de los porcentajes moleculares de los óxidos de metales bivalentes NiO y CuO; y la suma de los porcentajes moleculares de los óxidos de metales bivalentes ZnO y CdO. El punto figurativo de la composición de ciclo de histéresis rectangular, conforme a la invención, debe estar situado dentro de la zona sombreada 1, 2, 3, 4, que aparece en forma de paralelogramo alargado. Por encima del límite 3-2 puede haber también composiciones que satisfagan la condición de rectangularidad $\beta_m \geq 0,80$, pero el punto de Curie θ_c va bajando al crecer el contenido molecular de ZnO, y la condición $\alpha_B < 0,50$ deja de estar garantizada.

20 En todo lo que sigue, las características del ciclo de histéresis han sido marcadas en el medidor de flujo sobre núcleos toroidales de las dimensiones aproximadas siguientes:

diámetro exterior: 34,3 mm.,

diámetro interior: 27,3 mm. y

altura: 11 mm.



238907

devanados con 100 espiras de hilo de cobre de 0,30 mm. de diámetro para el arrollamiento de "campo" y 200 espiras de hilo de cobre de 0,15 mm. de diámetro para los devanados de "inducción".

La figura 3 representa unas curvas de variación de la inducción B_m , marcada a $H_m = 10$ oersteds, en función del porcentaje molecular de Fe_2O_3 . En todos estos compuestos, el porcentaje molecular de CuO era de 5, y cada curva corresponde a una familia de compuestos de contenido molecular de ZnO constante; estos porcentajes moleculares de ZnO correspondientes a las cuatro curvas son respectivamente 0, 5, 10 y 15. Todos estos compuestos han sido tratados en las mismas condiciones; en particular, han sido sinterizados a 1200°C en oxígeno durante dos horas. Se observará que cuando el porcentaje molecular de ZnO crece, el máximo de B_m se desvía hacia la derecha, es decir, hacia mayores porcentajes moleculares de Fe_2O_3 , y que este máximo alcanza un valor más alto.

En la figura 4 se representan unas curvas de variación del coeficiente de rectangularidad β_m , para $H_m = 10$ oersteds, en función del porcentaje molecular de Fe_2O_3 . Todos los compuestos comparados son los mismos que aquellos cuyas propiedades están representadas en la figura 3, y se hallan agrupados de la misma manera. Se observará que el máximo de β_m ocurre aproximadamente para el mismo porcentaje molecular de Fe_2O_3 que el que da el máximo de B_m . El valor del máximo de β_m es adyacente a 0,90.

La figura 5 representa la variación de la inducción B_m , marcada a 10 oersteds, para una familia de compuestos:

(49 — y) Fe_2O_3 , y T_2O_3 , 36 NiO, 5 CuO, 10 ZnO, en función de y ; la curva C_1 se refiere al caso en que R representa aluminio, y la curva C_2 se refiere al caso en que T representa cromo. Es claro que la sustitución de moléculas de Al_2O_3 ó



238907

de Cr_2O_3 por un número igual de moléculas de Fe_2O_3 en el compues-
to:

49 Fe_2O_3 , 36 NiO, 5 CuO, 10 ZnO,

tiene el efecto de reducir el máximo de inducción.

5 En la figura 6 se representa la variación del coeficiente
de rectangularidad β_m marcado a 10 cersteds, para la misma fa-
milia de compuestos correspondiente a la figura 5, en función
del porcentaje molecular de Al_2O_3 (curva O_3) e en función del
10 porcentaje molecular de Cr_2O_3 (curva C_4). Todos estos compues-
tos han sido tratados en las mismas condiciones y, en particular,
han sido sinterizados a 1.200°C en oxígeno durante dos horas.
El coeficiente de rectangularidad β_m decrece ligeramente al cre-
cer el contenido molecular de Cr_2O_3 o de Al_2O_3 . Como puede ver-
se, además, en ambos casos la influencia del Cr_2O_3 es más marca-
15 da que la del Al_2O_3 .

Con referencia a las figuras 7 y 8 es posible examinar la
influencia del campo de trabajo H_m sobre las características;
los resultados que se han representado son los obtenidos con la
composición de ferrita que sigue:

20 49 Fe_2O_3 , 36 NiO, 5 CuO, 10 ZnO,

sinterizada a 1.200°C en oxígeno durante dos horas.

La figura 7 representa la curva de variación de la induc-
ción B_m , en función de la intensidad de campo H_m ; en realidad es
la curva de primera magnetización.

25 La figura 8 representa las curvas de variación del coefi-
ciente de rectangularidad β_m y de la relación de rectangulari-
dad R_m en función del campo H_m . Como se verá, β_m crece muy rá-
pidamente al principio, pasa por un ligero máximo, del orden de
0,93, a los 5 cerstedes y luego decrece muy lentamente. La cur-
30 va de R_m por otra parte presenta un máximo clarísimo para $H_m=3,4$



238907

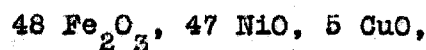
oersteds, llegando a valer $R_m = 0,745$; la parte situada a la derecha del máximo decrece con gran rapidez.

5 Las curvas de la figura 8, representadas para un ejemplo de una determinada composición, son bastante características y presentan aproximadamente la misma apariencia para las otras composiciones conforme a la invención; en particular, se verá que el valor aceptable de R_m es obtenido para una zona bastante estrecha del campo de trabajo; en el presente caso;

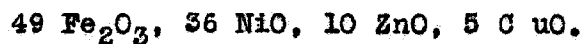
$$R_m \geq 0,7, \text{ para } 3,2 \text{ oersteds} < H_m < 3,6 \text{ oersteds.}$$

10 La influencia de la temperatura se indica a continuación con referencia a las figuras 9, 10 y 11.

En estas tres figuras, las curvas C_5 , C_7 y C_9 se refieren a la ferrita de la siguiente composición molecular:



15 y las curvas C_6 , C_8 , C_{10} se refieren a la ferrita de la composición molecular que sigue:



20 Estos dos compuestos han sido tratados en las mismas condiciones y, en particular, sinterizados a 1.200°C en dos horas, en una atmósfera de oxígeno.

La figura 9 representa la variación de la inducción máxima B_m , marcada a $H_m = 10$ oersteds, entre -40°C y +100°C; al considerar el margen comprendido entre 20°C y 80°C, es posible deducir del mismo lo que sigue;

25 $\alpha_B = -0,99$ para el compuesto 48 Fe_2O_3 , 47 NiO, 5 CuO y

$$\alpha_B = -0,13 \text{ para el compuesto } 49 \text{ Fe}_2\text{O}_3, 36 \text{ NiO}, 10 \text{ ZnO},$$



30 La figura 10 representa la variación del campo coercitivo H_{cm} para un ciclo marcado a $H_m = 10$ oersteds, entre -40°C y +100°C; al considerar el margen comprendido entre los 20°C y los 80°C,



3 MAR. 1954

238907

es posible deducir del mismo lo que sigue:

$\alpha_{H_{cm}} = -0,02$, para el compuesto 48 Fe_2O_3 , 47 NiO, 5 CuO;

$\alpha_{H_{cm}} = -0,12$ para el compuesto 49 Fe_2O_3 , 36 NiO, 10 ZnO,
5 CuO.

5 La figura 11 representa la variación del coeficiente de rectangularidad β_m , para un ciclo marcado a $H_m = 10$ oersteds, entre $-40\% C$, y $+100\% C$; al considerar el margen comprendido entre $20\% C$, y $60\% C$, es posible deducir del mismo lo que sigue;

$\alpha_{\beta_m} = -0,02$ para el compuesto 48 Fe_2O_3 , 47 NiO, 5 CuO;

10 $\alpha_{\beta_m} = -0,09$ para el compuesto 49 Fe_2O_3 , 36 NiO, 10 ZnO,
5 CuO.

Así, pues, como puede verse, estos materiales tienen unos coeficientes de variación, en función de la temperatura, notablemente reducidos en comparación con los obtenidos normalmente en otros tipos de ferritas, aun cuando la adición de un determinado porcentaje de ZnO tiene el efecto de aumentar dichos coeficientes de variación.

METODO DE FABRICACION:

Composición y naturaleza de los óxidos empleados:

20 Para estas mezclas se utilizan un óxido férrico Fe_2O_3 , óxido de cobre CuO, óxido de níquel NiO y, si es necesario, óxido de cinc ZnO, óxido de aluminio Al_2O_3 y óxido crómico Cr_2O_3 .

Estos óxidos deben ser puros, y la mezcla no debe contener más de un 0,5% de impurezas.

25 La sílice (SiO_2), el óxido de bario (BaO), el óxido de plomo (PbO), el óxido de estroncio (SrO), etc., son particularmente perjudiciales, porque estas impurezas redondean los ángulos del ciclo de histéresis.

30 El contenido de cada una de estas impurezas debe ser menor del 0,05% en peso.



238907

Pulverización:

La mezcla de óxidos se muele en un molino de hierro con bolas de acero, usualmente durante 12 a 48 horas, con un peso de agua destilada esencialmente igual al doble del peso de la mezcla de óxidos.

Frensado:

La influencia de la presión de estampación es importante, Dicha presión debe ser bastante elevada, de modo que el momento en saturación del producto terminado pueda ser suficientemente alto y por otra parte, lo bastante reducido para que la contracción durante la sinterización pueda ser grande.

Ha dado buenos resultados una presión de unas 3 toneladas por cm^2 , correspondiente a contracciones lineales de alrededor de un 15%; siendo posible utilizar de 0,5 a 15 toneladas/ cm^2 .

Tratamiento térmico:

Para obtener las óptimas propiedades, la temperatura de recocido debe ajustarse experimentalmente para cada composición; en términos generales, cuanto más cobre contenga la ferrita, más necesario es reducir la temperatura de recocido. La atmósfera de recocido será de oxígeno puro.

EJEMPLOS:

Las figuras 12, 13, 14, 15 y 16 representan los ciclos de histéresis, trazados en corriente continua, para un campo máximo de 10 oersteds y para otro campo menor si es necesario. En este último caso, la figura comprende dos ciclos, estando el re presentado para un campo inferior a 10 oersteds dentro del otro.

La molienda se realiza durante 48 horas, con un molino de bolas de hierro, de una capacidad de 16 litros, conteniendo unos 3 kilogramos de mezcla, unos 6 litros de agua y 20 kilogramos de



238907

bolas.

El recocido se realiza a 1.200^o C, durante 2 horas, en oxígeno.

5 Las propiedades obtenidas se resumen en la Tabla I que sigue:

T A B L A I

Figura núm.	Composición molecular %					Características magnéticas							
	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	NiO	Cuo	ZnO	H _m Oe	R _m Gauss	H _{cm} Oe	δ _m	R _m	P _h	P _v	P _n
12	48	0	47	5	0	10	2040	3.1	0.91	-	40	2000	0.02
13	49	0	30	5	10	10 3.4	3100 2340	2.5 2.2	0.89 0.905	- 0.745	80 80	5000 4000	0.02
14	48	1	36	5	10	10	2790	2.8	0.88	-	50	2000	0.02
15	49	0	31	5	15	10 3	3410 2770	1.6 1.3	0.88 0.90	- -	60 150	6000 5000	0.02
16	47,5	0	32,5	15	5	10	2630	2.0	0.87	-	80	5000	1.0

238907



1950



- 3 MAR 1950

238907

METODOS DE APLICACION DE LOS ESFUERZOS

Los materiales magnéticos de las composiciones indicadas anteriormente, y sometidos a los procesos de pulverización, prensado y tratamiento térmico descritos, se someten después a esfuerzos por medio de uno de los métodos conocidos indicados, de modo no limitativo, anteriormente. Como ejemplo, entre otros, para obtener los esfuerzos de compresión, se recurre a recubrir el núcleo con una resina termoendurecible que permite una considerable contracción (del 10 al 15% después de la polimerización) y no se abre.

Como ejemplo no limitativo, utilizamos;

1. - Una resina de moldeo que endurece al enfriarse y que es una combinación, con baja viscosidad, de resinas de poliéster no saturado y monoestireno que puede solidificarse por polimerización, con liberación de calor y una considerable contracción en estado no cargado.

2. - Un acelerador de cobalto; en principio: naftenato u octoato de cobalto disuelto en un disolvente tal como los conocidos comercialmente con los nombres de White Spirit o de estirelino.

3.- Un catalizador de pasta de peróxido de benzoilo.

Proporciones:

resina. 50 g.

catalizador 5 g.

acelerador. 2 gotas.

Las ventajas obtenidas aplicando estos ingredientes se explican luego para el caso particular del recubrimiento del material magnético mediante resina de poliéster.

La figura 17 representa un núcleo de material magnético 1 completamente recubierto de resina de poliéster 2, habiéndolo

238907



se dispuesto un agujero 3 para evitar que la resina se abra al contraerse. La figura 18 representa el mismo núcleo 1 envuelto exteriormente por una banda de resina poliéster 4.

5 En lugar de recubrir cada núcleo individualmente, es posible hacer una matriz simulada recubriendo una placa perforada o recubriendo un grupo de núcleos regularmente dispuesto en una placa, con resina poliéster.

E J E M P L O:

10 La figura 19 representa los ciclos de histéresis, para diferentes valores del campo H_m , de un núcleo de material magnético cuya composición de partida, en porcentaje molecular, es:

48 Fe_2O_3 , 47 NiO, 5 CuO

Las condiciones de sinterización son:

2 horas a 1200°C, en oxígeno.

15 En todo lo que sigue, las características del ciclo de histéresis han sido marcadas en el medidor de flujo, sobre núcleos toroidales de las dimensiones aproximadas siguientes:

Diámetro exterior: 34,7 mm.

Diámetro interior: 27,2 mm. y

20 Altura : 8,8 mm.

denavado con 200 espiras de hilo de cobre de 0,30 mm. de diámetro para el arrollamiento de "campo" y 200 espiras de hilo de cobre de 0,15 mm. de diámetro para el arrollamiento de "inductancia".

25 Los ciclos a, b y c corresponden al núcleo sin recubrir, y los ciclos d, e, f, g y h, al núcleo recubierto con resina de poliéster.

Las características obtenidas se dan en la tabla siguiente:



238907

Núcleo	Curvas	t _{OC}	H _m O _{GE}	B _m G _{GE}	B _m G _{GE}	H _m O _{GE}	B _m	R _m	K _m	P _h	P _v
No sometido a esfuerzos mecánicos internos.	a	20	10	1.540	1.200	4.0	0.78	-	-	110	470
	b	20	5	567	454	3.1	0.80	0.30	3.5	60	310
	c	20	2	40	-	-	-	-	-	20	-
Recubier- to con re- sina poli- éster	d	23	10	2580	2.540	2.4	0.98	-	-	4	∞
	e	23	5	2500	2450	2.4	0.98	-	-	10	∞
	f	23	3	2260	2240	2.4	0.98	0.98	150	7	∞
	g	23	27	1200	1180	2.4	0.98	0.92	30	7	∞
	h	23	2.4	0	-	-	-	-	-	0	-

El tiempo de respuesta, τ para el ejemplo considerado y con la definición y las dimensiones antes dadas, se halla comprendido entre 1,0 y 1,5 ms.

Valores de las intensidades respectivas:

- 5 Impulsos completos : 500 mA
- Impulsos parciales : 250 mA

Para un núcleo sin recubrir:

Señal útil (respuesta dada por el núcleo después del segundo impulso 90 mV

10 Señal de interferencia (respuesta dada por



238907

el núcleo después del último impulso). : 42 mV

Relación señal útil/señal de interferen-

cia; 2,1

Para un núcleo recubierto, conforme a las figuras 17 ó

5 18, se obtiene;

Señal útil 105 mV

Señal de interferencia 30 mV

Relación señales útil/interferencia. . . 3,5

Tiempo de respuesta. entre 1 y 1,5
us para los mis-
mos valores rela-
tivos de intensi-
dad de corriente.

10

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Francia, el 14 de Diciembre de 1956, bajo el núm. 727.692 y 18 de Septiembre de 1957, bajo el núm. 747.548, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20

1a. - Método de fabricación de un material ferromagnético del tipo de ferrita, con un ciclo de histéresis esencialmente rectangular, compuesto de entre 47 y 50 mol. % de óxido férrico, entre 3 y 15 mol. % de óxido de cobre (CuO) y el resto de óxido de níquel, sometiéndose dicho material a un tratamiento térmico que da lugar a esfuerzos mecánicos en el material.

25

2a. - Método conforme a la reivindicación 1, en el que hasta 2 mol. % de óxido férrico se sustituye por óxidos de metales



238907

trivalentes escogidos de entre el grupo consistente en óxido de aluminio y óxido crómico.

5 32. - Método conforme a la reivindicación 1, según el cual el material ferromagnético tiene un coeficiente de magnetostricción negativo, y se hace partiendo de un material de una composición conforme a la fórmula $x\text{Fe}_2\text{O}_3$ $y\text{T}_2\text{O}_3$ $u\text{NiO}$ $v\text{CuO}$ $sz\text{ZnO}$, en la que T se escoge del grupo consistente en aluminio y cromo, $x+y$ está comprendido entre 47 y 50, y está comprendido entre 0 y 2, z entre 3 y 13, $u + v$ entre 25 y 53 y s entre 0 y 25.

10 42. - Método conforme a las reivindicaciones anteriores, que comprende las siguientes fases: preparar una mezcla homogénea de óxidos conforme a la fórmula $x\text{Fe}_2\text{O}_3$ $y\text{T}_2\text{O}_3$ $u\text{NiO}$ $v\text{CuO}$ $sz\text{ZnO}$, en la que T se escoge de entre el grupo consistente en aluminio y cromo, $x + y$ está comprendido entre 47 y 50, y entre 0 y 2, z entre 3 y 15, $u + v$ entre 25 y 53 y s entre 0 y 25; el prensado de dicha mezcla en forma de núcleo; y el calentamiento del núcleo prensado a una temperatura comprendida entre 900° C y 1.300° C en oxígeno, seguido de un enfriamiento durante un período de 15 horas.

15 52. - Método conforme a la reivindicación 4, en el que después del tratamiento térmico se aplican al núcleo esfuerzos mecánicos artificiales y se mantienen durante el uso.

20 62. - Método conforme a la reivindicación 5, en el que dichos esfuerzos mecánicos artificiales se aplican por recubrimiento del núcleo, después de la aplicación de un arrollamiento, de modo que queda envuelto en una resina polimerizable o condensable, que se contrae a la condensación o polimerización, y polimerizando o condensando dicha resina haciendo que se contraiga.

238907



72. - Método conforme a la reivindicación 5, en el que dichos esfuerzos mecánicos artificiales se aplican colocando el núcleo en un receptáculo lleno de un fluido a presión.

5 82. - Método conforme a la reivindicación 5, en el que dichos esfuerzos mecánicos artificiales se aplican colocando una banda elástica alrededor del núcleo y apretando dicha banda.

92. - Método de fabricación de un material ferromagnético.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

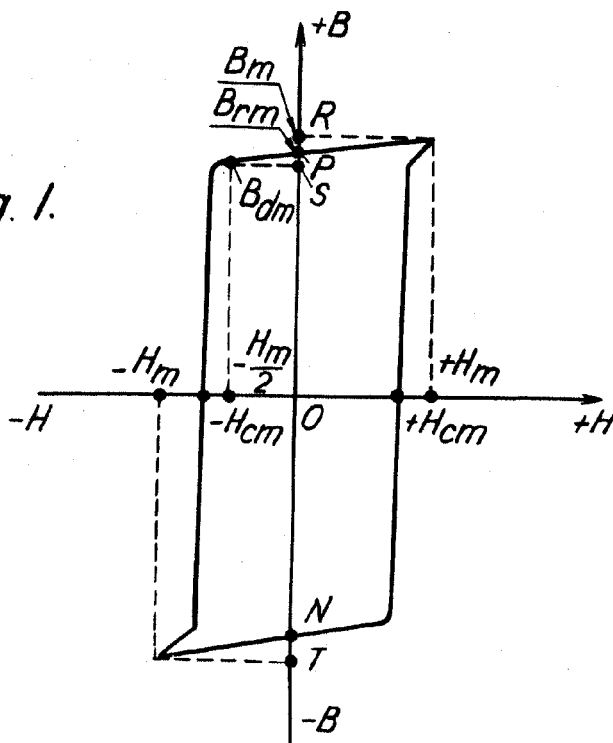
- 3 MAR 1958
P.A.

Alberto de Elizaga
Alberto de Elizaga

2 DIC. 19

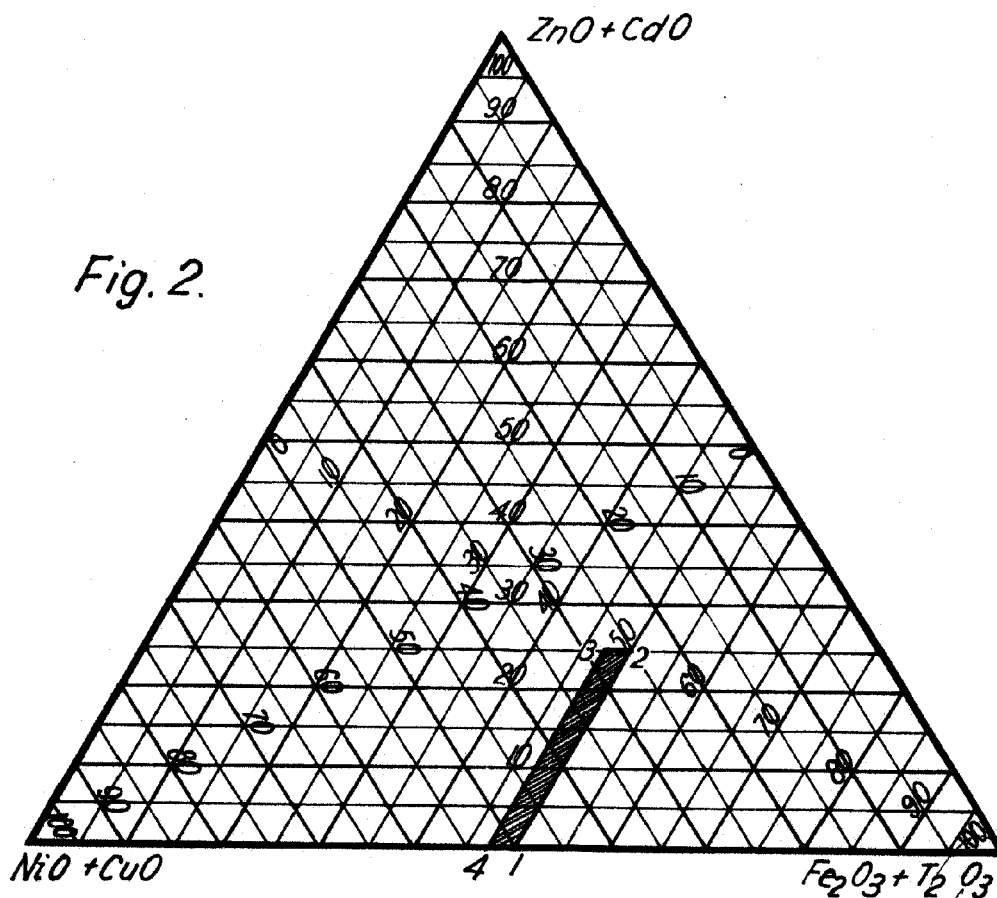


Fig. 1.



238907

Fig. 2.



[Handwritten signature]



Fig. 3.

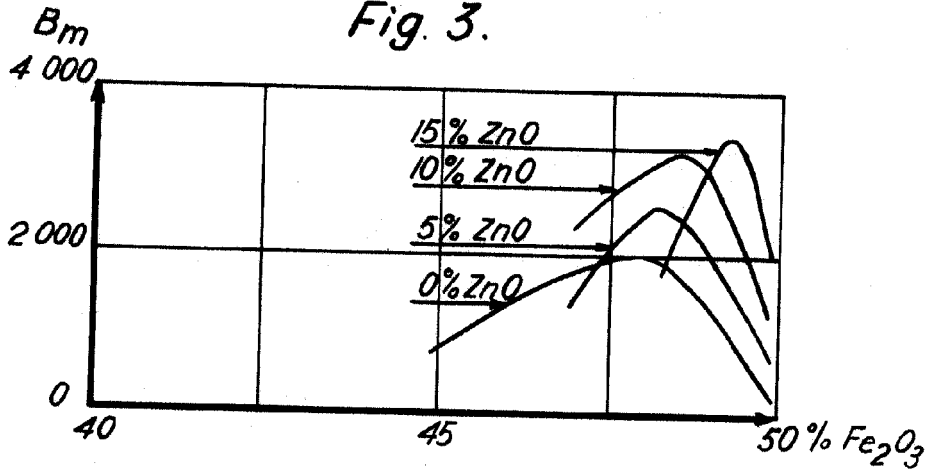


Fig. 4.

238907

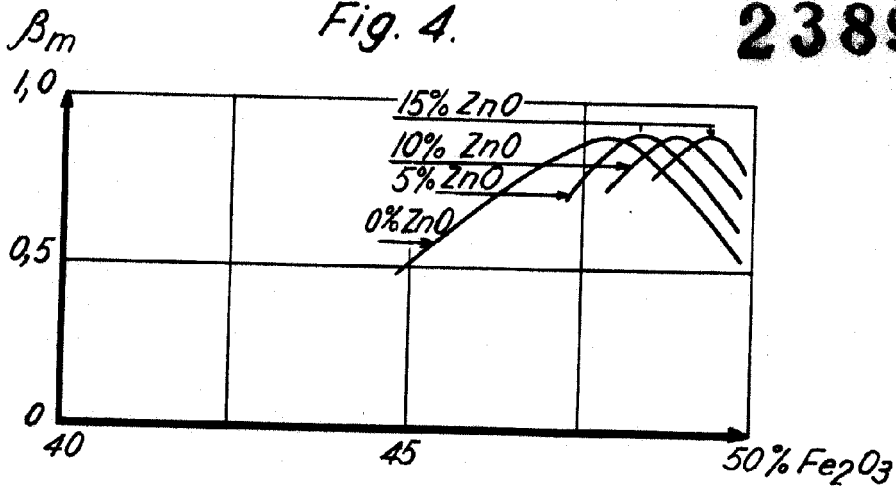
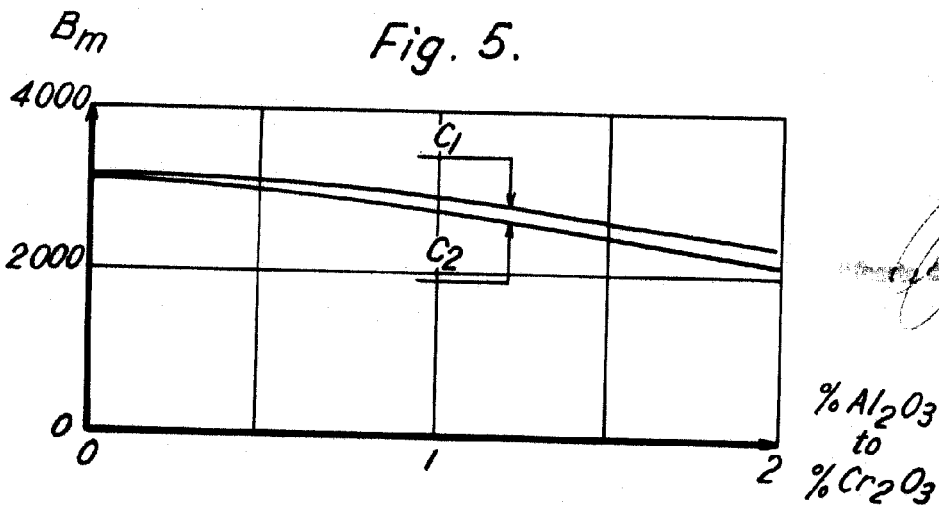


Fig. 5.



Handwritten signature



Fig. 6.

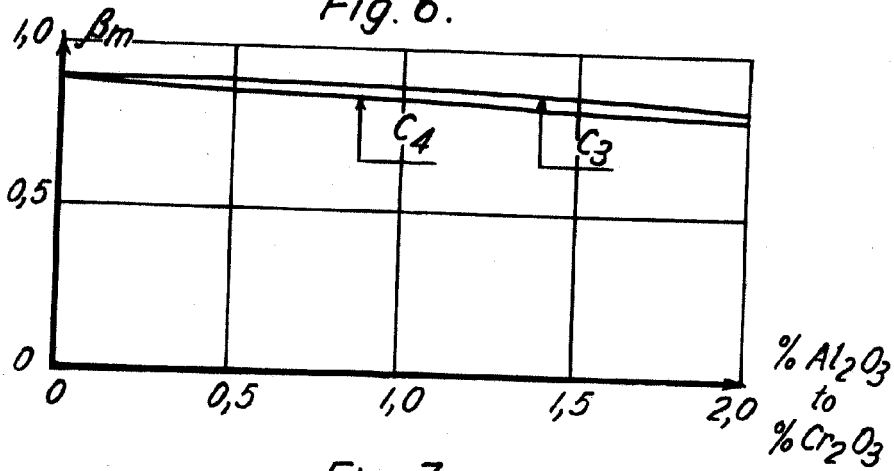
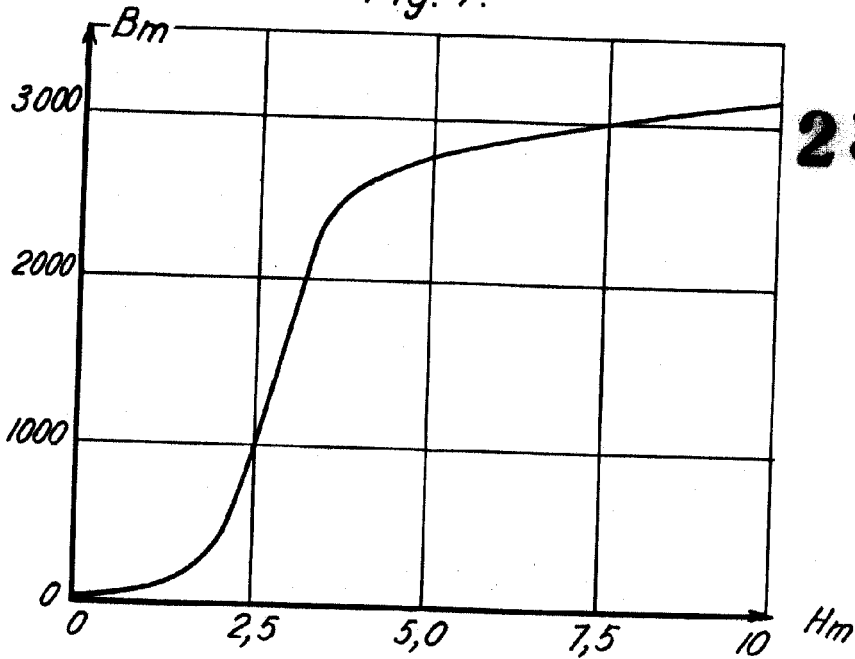
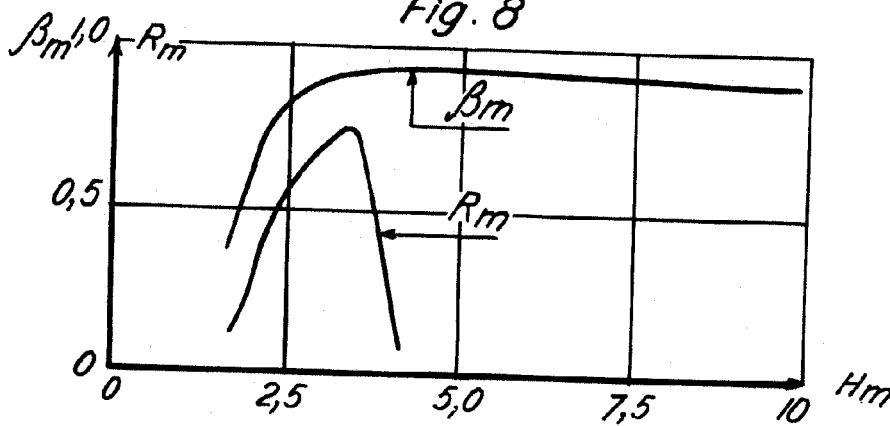


Fig. 7.



238907

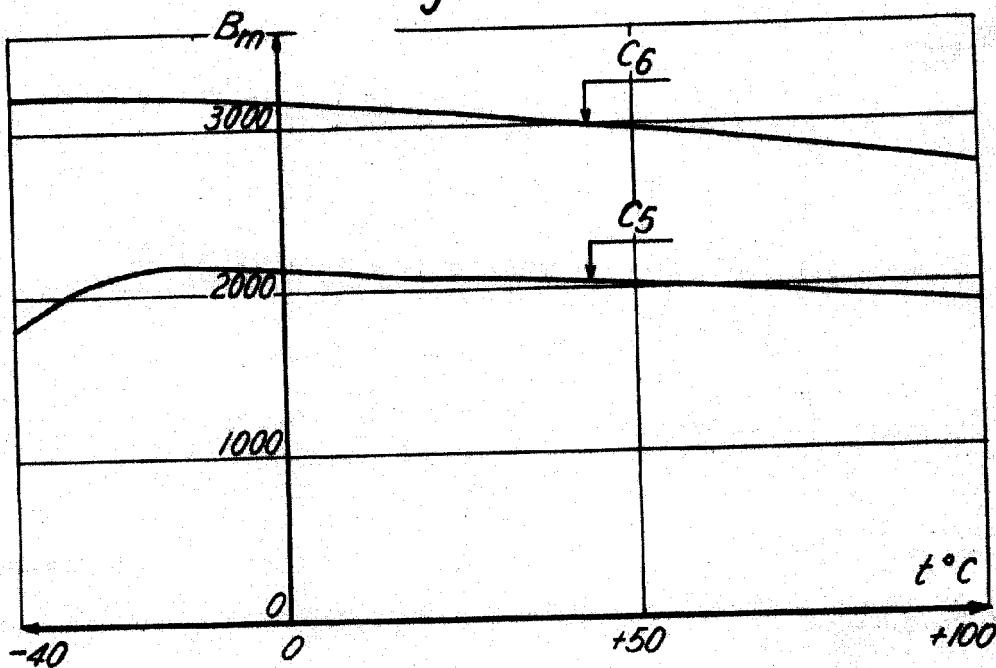
Fig. 8.



[Handwritten signature]



Fig. 9.



238907

Fig. 10

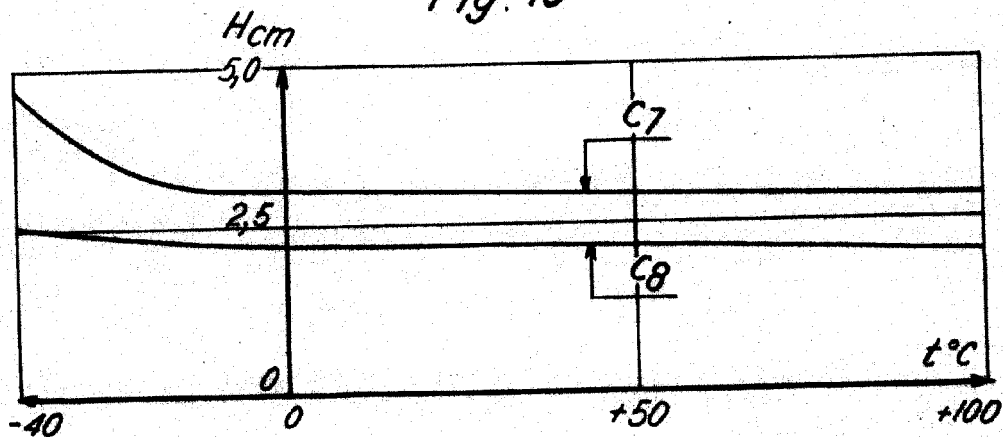
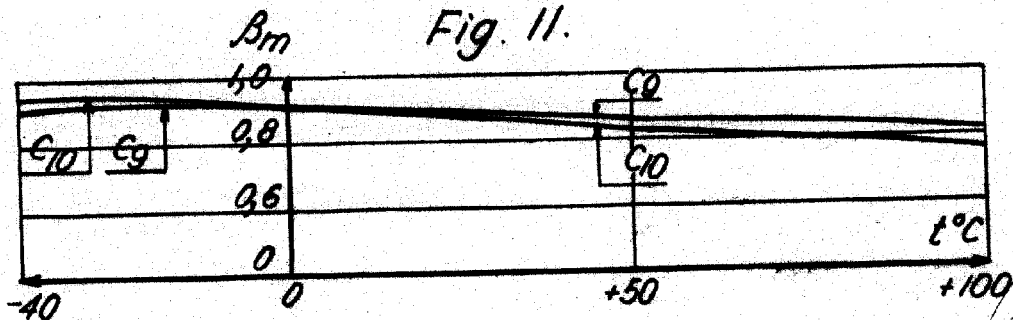


Fig. 11.



[Handwritten signature]



Fig. 12.

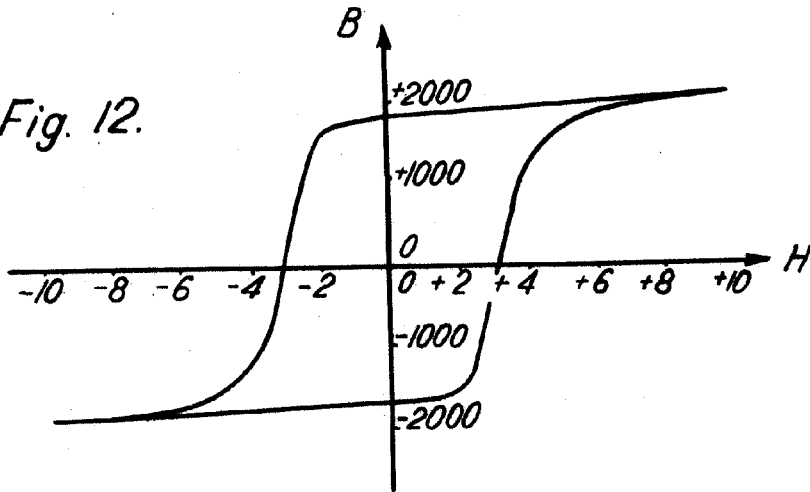
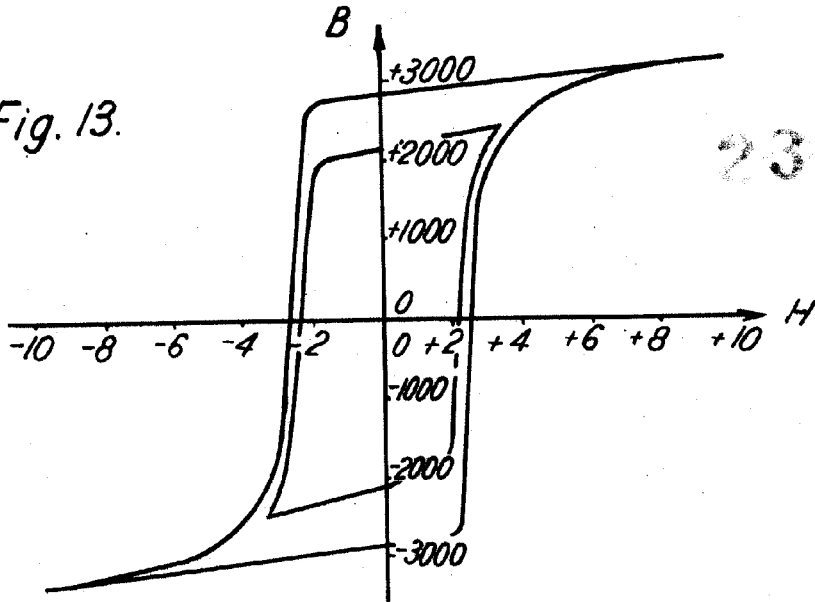
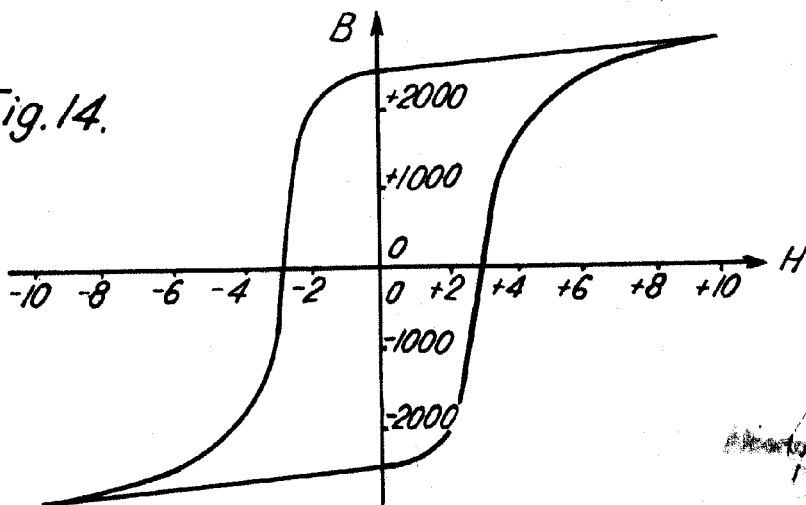


Fig. 13.

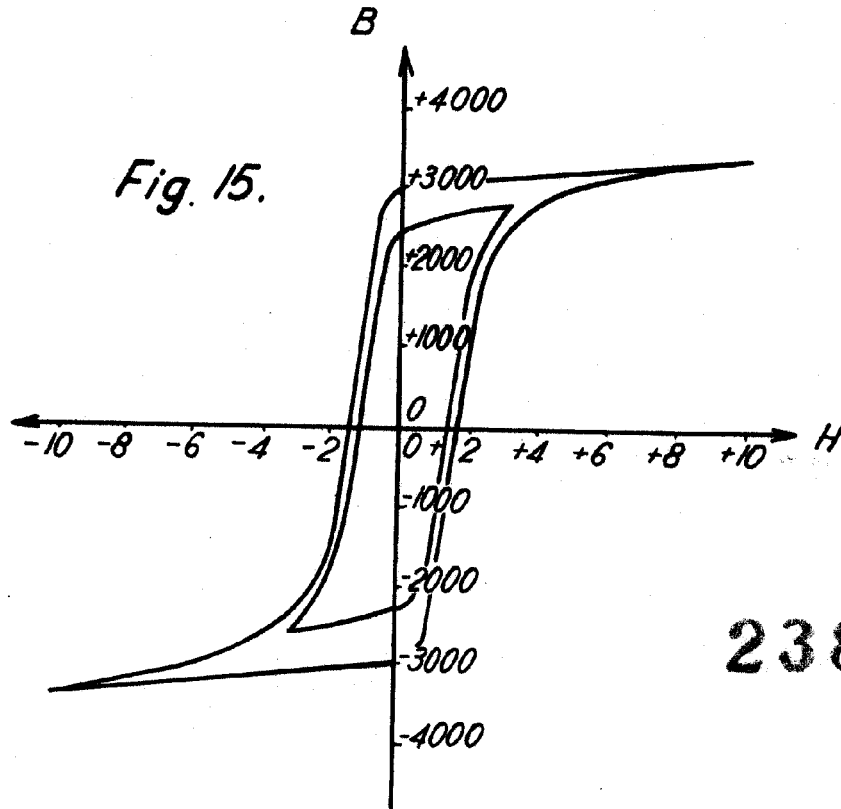


238907

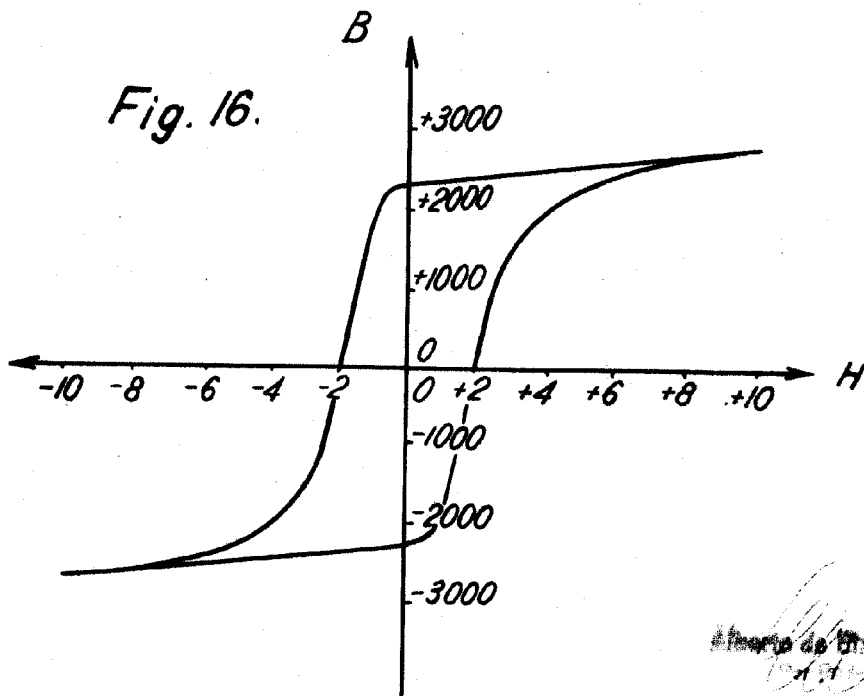
Fig. 14.



[Handwritten signature]



238907



[Handwritten signature]
Director de Estudios



FIG. 17.

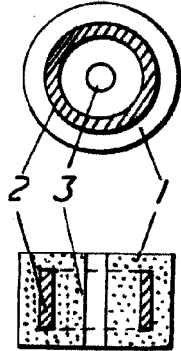
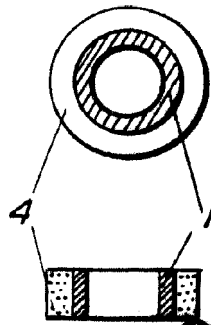


FIG. 18.



238907

