

19 DIC 1963

P- 24.940

PH 17.905
Spain
vDo/HJ



REHECHA I

290826

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA FABRICACION DE CUERPOS DE FERRITO POLICRISTALINO"

=====

La presente invención se refiere a cuerpos de ferrito policristalino para usos electromagnéticos y a métodos de fabricación de tales cuerpos. Por "ferrito" debe entenderse en la presente una substancia sólida magnéticamente dulce, que consiste principalmente de cristales con la estructura de la espinela mineral $MgAl_2O_4$, y compuesta de óxidos metálicos entre los cuales está siempre presente el óxido de hierro trivalente Fe_3O_5 .

Ya era conocido obtener cuerpos de ferrito del tipo precedentemente descrito que se distinguen por una densidad

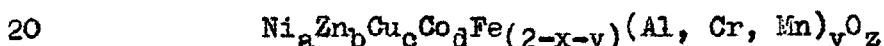


que es sólo muy poco menor que la densidad teórica, llamada a veces "densidad absoluta" o "densidad de rayos X". Si la porosidad p expresada en porciento del volumen total del cuerpo de ferrito es definida como

$$p = \frac{d - d_s}{d_r} \times 100$$

fórmula en que por un lado, d_s es la densidad aparente, es decir el cociente $\frac{w}{v}$ del peso w en gramos y el volumen externo v en cm^3 y, por otro lado, d_r es la "densidad de rayos X", en la literatura técnica ya se han mencionado cuerpos de ferrito de magnesio que tienen una porosidad p de 0,6% en volumen. Sin embargo, estos cuerpos de ferrito de magnesio, tienen un contenido bastante elevado de hierro bivalente y por lo tanto tienen una resistividad bastante baja, una condición que, naturalmente, restringe considerablemente sus posibilidades de uso a frecuencias elevadas.

Los cuerpos de ferrito policristalinos de acuerdo con la invención se caracterizan en primer lugar por una composición química de acuerdo con la fórmula:



fórmula en que:

- 0 ≤ a ≤ 1
- 0 ≤ b ≤ 1
- 0 ≤ c ≤ 0,2
- d = 1 - (a+b+c)
- 0 ≤ x ≤ 0,08
- 0 ≤ y ≤ 0,25
- y 3,8 ≤ z ≤ 4

en segundo lugar por una porosidad p , de acuerdo con la definición precedentemente mencionada, menor que 1% en volumen



4 y en tercer lugar por una resistividad mayor que 10^{20} ohm.cm.
Tales cuerpos se distinguen por varias propiedades favora-
bles, tales como un factor de acoplamiento magnético ele-
vado (una propiedad que, como es sabido, es de particular
5 importancia para el uso de los cuerpos en cuestión como con-
versores magneto-mecánicos) y/o una fuerza coercitiva muy
baja y/o una resistencia grande al desgaste con respecto a
las fuerzas mecánicas ejercidas sobre ellos. Los cuerpos
de ferrito del tipo descrito en la presente y que tienen
10 una gran resistencia al desgaste son muy fácilmente adecua-
dos como cabezales magnéticos para la grabación y reproduc-
ción de sonido.

Un factor de acoplamiento magnético elevado se pre-
senta especialmente en aquellos casos en que en la fórmula
15 química precedente $b = 0$. Por otro lado, una resistencia
elevada al desgaste se destaca en los cuerpos de ferrito con
composiciones en que $a \leq 0,5$ y $d = +$ en la fórmula química
precedente.

La invención se refiere también a un método especial
20 de fabricación de cuerpos de ferrito que cumplen las exigen-
cias precedentes. Como es sabido, los cuerpos de ferrito
para uso electromagnético usualmente son fabricados de la
manera siguiente. Una mezcla finamente dividida de óxidos
metálicos (si fuera deseable pueden ser reemplazados por los
25 correspondientes carbonatos del metal o por otros compues-
tos del metal correspondiente que pueden ser convertidos
en los óxidos metálicos cuando son intensamente calentados)
es granulada por medio de un ligante, comprimida en la for-
ma deseada y luego sinterizada a una temperatura superior
30 a 1.000°C , a menudo aún superior a 1.200°C . Antes de la



conformación final, la mezcla usualmente es primero pre-
sinterizada, calentandola durante algún tiempo a una tem-
peratura menor que la temperatura requerida para la sin-
terización final. De acuerdo con la duración y la inten-
5 sidad del calentamiento durante la presinterización, ya
se forma una cantidad más o menos grande de ferrito en la
mezcla de partida en esta fase del proceso de fabricación.
De acuerdo con la invención, se ha encontrado que para lo-
10 gar el proposito aquí mencionado, es importante presinte-
rizar la mezcla de partida a una temperatura que no es su-
perior a 950°C, en cualquier caso a una temperatura a la
cual la formación de ferrito tiene lugar en un grado com-
parativamente bajo. La temperatura de presinterización más
favorable, depende, naturalmente, de la condición de la mez-
15 cla de partida finamente dividida. Por ejemplo, existe una
gran diferencia si la mezcla tiene la forma de una masa com-
primida o un así llamado "lecho fluido".

En relación con la invención es además importante par-
tir de materias primas que son químicamente puras en grado
20 elevado. La expresión "materias primas químicamente puras"
debe ser entendida en la presente como significando mate-
rias primas que substancialmente no contienen constituyen-
tes que no contribuyen a la formación de un cuerpo de fe-
rrito que tiene una composición química dentro del rango
25 definido por medio de la fórmula química precedente. Se
encontró que la presencia de iones sulfato en las materias
primas, aún en cantidades muy pequeñas, resulta desventa-
josa para la fabricación de los presentes cuerpos de ferri-
to. Para obtener cuerpos de ferrito con una porosidad p
30 menor que 0,5% en volumen, la mezcla de partida por lo tanto,

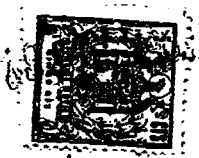


no debería contener más de 0,1% en peso de iones sulfato.

Al llevar a la práctica la invención, la finura de la mezcla de partida también juega un papel importante. Las partículas que sobrepasan de 0,5 micrones tienen una influencia desfavorable. Si deben obtenerse cuerpos de ferrito con una porosidad p menor que 0,5% en volumen, debería evitarse tanto como sea posible, aún la presencia de partículas mayores que 0,1 micrón en la mezcla de partida.

Debe prestarse especial atención al proceso de crecimiento de los granos cristalinos durante la formación del cuerpo de ferrito en la etapa final de la fabricación. Un crecimiento demasiado rápido de los granos cristalinos resulta en la excesiva formación de espacios intergranulares. Por "espacios intergranulares" debe entenderse en la presente los espacios que están ubicados dentro de los granos cristalinos. La formación excesiva de tales espacios tiene una influencia desfavorable sobre las propiedades deseadas antes citadas de los cuerpos de ferrito policristalinos en cuestión. Aparentemente con un crecimiento comparativamente lento de los granos, las burbujas gaseosas microscópicamente pequeñas ya presentes en los granos, aún pueden encontrar un camino de salida, mientras que en el caso de un crecimiento de granos demasiado rápido ellas son rodeadas por una capa densa de ferrito y quedan encerradas en los granos.

La razón de crecimiento de los granos está estrechamente relacionada con la composición química y la reactividad de la mezcla de partida presinterizada. A título de comprobación puede mencionarse que por ejemplo la presencia



de compuestos de cobre en la mezcla de partida aumenta considerablemente la razón de crecimiento de los granos. Además, pueden observarse diferencias bastantes grandes en la reactividad entre las distintas preparaciones de óxido de hierro. Como ya se ha mencionado, la forma de pre-sinterización influye también considerablemente sobre la reactividad del material sometido a la sinterización final. Determinada la composición y reactividad de la mezcla de partida, la duración y temperatura de sinterización, consecuentemente deberán ser elegidas de modo que la razón de crecimiento de los granos permanezca por debajo de límites determinados.

Si el material que debe ser sinterizado contiene aglomerados duros es aconsejable desaglomerar o desmenuzar el material (seco) en un dispositivo mezclador a propulsión. En este caso no es necesario realizar la granulación que es usada comunmente en los métodos normales de fabricación y que precede las etapas de compresión y sinterización. El polvo seco desaglomerado es comprimido bajo una presión de al menos 0,2 ton/cm². De acuerdo con la invención, esta compresión es usualmente realizada isostaticamente, preferentemente bajo una presión de al menos 1 ton/cm². Por "compresión isostática" del polvo debe entenderse en la presente el ejercicio de una presión sobre todos los lados del polvo, por ejemplo sumergiendo una bolsa de goma que contiene el polvo en agua y comprimiendo la masa de agua (la así llamada compresión "hidrostática"). El polvo preferentemente es precomprimido en una matriz antes de efectuarse la compresión isostática.

Las mayores densidades de los presentes cuerpos de

290826



ferrito fueron alcanzadas realizando la sinterización y el subsiguiente enfriamiento en una atmósfera gaseosa con un elevado contenido de oxígeno, por ejemplo, en oxígeno substancialmente puro. De esta manera se lograron aún densidades que no se desviaban de manera notable de las densidades determinadas radiográficamente.

A fin de que la invención pueda ser fácilmente llevada a la práctica, la misma será descripta a continuación más detalladamente, a título de ejemplo, con referencia a los ejemplos siguientes:

EJEMPLO I:

Una mezcla de 18 mol. % de NiO, 32 mol. % de ZnO y 50 mol. % de Fe₂O₃ se usa como material de partida. El NiO es pesado en un carbonato de níquel básico que contiene menos de 0,01% en peso de impurezas. El ZnO contiene menos de 0,01% en peso de impurezas. En lo que al Fe₂O₃ se refiere, éste contiene 0,1% en peso de NiO; además, contiene menos de 0,02% en peso de impurezas, mientras que el contenido de iones sulfato es menor que 0,01% en peso. La preparación de Fe₂O₃ consiste de partículas que tiene un tamaño de aproximadamente 0,1 micrón. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después de filtrado y secado, la mezcla es presinterizada en un crisol a una temperatura de 900°C durante 60 minutos. El producto presinterizado es pulverizado y molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. El tamaño promedio de partículas del producto resultante es aproximadamente 0,4 micrones.

Después de filtrar y secar el producto molido se mezcla una cantidad del polvo resultante en un mortero con 12%



en peso de agua. El producto húmedo es hecho pasar a través de un tamiz con 20 mallas por centímetro de superficie y el material granulado resultante es comprimido para formar bloques en una matriz de acero bajo una presión de 1 ton/cm². Uno de estos bloques es calentado a una razón de 130°C por hora y luego sinterizado a una temperatura de 1220 a 1230°C en una atmósfera de oxígeno durante 48 horas.

La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,312 gr por cm³. Considerando que la densidad absoluta del cuerpo sinterizado es 5,336 gr por cm³, la porosidad p es 0,45% del volumen. El cuerpo sinterizado está formado de cristales que tienen dimensiones comprendidas entre 20 y 45 micrones. La resistividad del cuerpo sinterizado es $1,4 \times 10^7$ Ohm.cm, la permeabilidad magnética inicial es 1440 y la fuerza coercitiva 0,1 Oersted.

EJEMPLO II:

Como material de partida se usa un polvo obtenido de la manera descrita en el Ejemplo I por presinterización, molienda en un molino de bolas, filtrado y secado. Una cantidad del polvo así obtenido es post-tratada en un dispositivo mezclador a propulsión y luego conformado en briquetas en una matriz de acero. Esta briqueta es transferida a una bolsa de goma. La bolsa de goma es evacuado y comprimida en un recipiente de compresión hidrostática bajo una presión de 1 ton/cm². Luego la briqueta es calentada a una razón de 130°C por hora y subsecuentemente sinterizada en una atmósfera de oxígeno a una temperatura de 1230°C durante 48 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,336 gr por cm³, que corresponde

2 3326



a la densidad absoluta. También de una investigación microscópica de un corte transversal pulido del cuerpo de ferrito resulta que, substancialmente, no han quedado poros en él. El cuerpo esta formado de cristales con dimensiones comprendidas entre 40 y 60 micrones. La resistividad del cuerpo es $1,4 \times 10^7$ Ohm.cm, la fuerza coercitiva es 0,065 Oersted y la permeabilidad magnética inicial 1620.

EJEMPLO III:

Una briqueta obtenida como se describe en el Ejemplo II es calentada en aire a aproximadamente 1000°C en un periodo de aproximadamente 16 horas, luego calentada a una razón de 200°C por hora hasta una temperatura de 1230°C y calentada en aire a esta temperatura durante 24 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,326 gr por cm^3 , lo que significa que la porosidad p es de 0,19% en volumen. El tamaño de los cristales de que está formado el cuerpo sinterizado es aproximadamente 10 micrones. La resistividad del cuerpo sinterizado es 4×10^6 Ohm.cm, la permeabilidad magnética inicial es 1260 y la fuerza coercitiva 0,136 oersted.

EJEMPLO IV:

A fin de investigar la influencia de la razón de calentamiento, un número de briquetas obtenidas de la manera descrita en el Ejemplo II son calentadas a varias razones en hornos diferentes hasta una temperatura de 1230°C y mantenidas a esta temperatura durante 3 horas. El calentamiento y la sinterización se realizan en una atmósfera de oxígeno. De la tabla que sigue resulta la influencia de la razón de crecimiento sobre las propiedades de los

233028



cuerpos sinterizados resultantes.

| Razón de calentamiento, °C por hora | 30 | 50 | 130 | 260 | 350 | 600 |
|---------------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Densidad aparente gr/cm ³ | 5.302 | 5.314 | 5.316 | 5.310 | 5.230 | 5.311 |
| 5 Porosidad p, % en volumen | 0.64 | 0.41 | 0.38 | 0.49 | 0.30 | 0.47 |
| Resistividad, Ohm, cm | 6x10 ⁷ | 2x10 ⁸ | 5x10 ⁸ | 1x10 ⁶ | 4x10 ⁷ | 7x10 ⁴ |
| Permeabilidad inicial /u ₀ | 1320 | 1150 | 1380 | 1460 | 1200 | 1500 |

EJEMPLO V:

10 Una mezcla de 18,367 mol% de NiO, 32,53 mol% de ZnO y 48,98 mol% de Fe₂O₃ se usa como material de partida. El NiO es pesado como carbonato de níquel básico con menos de 0,01% en peso de impurezas. El ZnO contiene menos de 0,1% en peso de impurezas. En lo que se refiere al Fe₂O₃, este contiene menos de 0,01% en peso de impurezas, entre ellas menos de 0,01% en peso de iones sulfato. El tamaño de partículas de la preparación de Fe₂O₃ está comprendido entre 0,1 micrón y unos pocos micrones. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas, luego separada por filtrado, secada y presinterizada en un crisol durante 60 minutos a una temperatura de 900°C. El producto presinterizado es pulverizado y luego molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después de filtrado y secado, el producto molido es hecho pasar a través de un tamiz que tiene 10 mallas por cm de superficie y luego es molido a fondo nuevamente en un molino vibrante durante 48 horas. El tamaño promedio de partículas del producto molido resultante es aproximadamente 0,4 micrones.

25 Después de filtrado y secado, una cantidad del producto molido es conformada en una briqueta como se describe

230320



en el Ejemplo II. La briqueta es calentada a una razón de 130°C por hora y sinterizada a una temperatura de 1240°C en una atmósfera de oxígeno durante 48 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,291 gr/cm³, lo que corresponde a una porosidad de 0,84% en volumen. El tamaño de los cristales de los que está formado el cuerpo sinterizado es de 15 micrones como promedio. La resistividad del cuerpo sinterizado es 10³ Ohm.cm, la permeabilidad magnética inicial 1280 y la fuerza coercitiva 0,0935 Oersted.

EJEMPLO VI:

Una mezcla de 18 mol% de NiO, 32 mol% de ZnO y 50 mol% de Fe₂O₃ se usa como material de partida. El NiO es pesado como carbonato de níquel básico con menos de 0,08% en peso de impurezas. El ZnO contiene menos de 0,01% en peso de impurezas. La preparación de Fe₂O₃ contiene 0,1% en peso de Cr₂O₃ y 0,4% en peso de CuO. Además, ella contiene menos de 0,02% en peso de impurezas, entre ellas menos de 0,01% en peso de iones sulfato. El tamaño de partículas del Fe₂O₃ es aproximadamente 0,08 micrones. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas.

Después de filtrado y secado, una cantidad del polvo resultante es conformado en una briqueta como se describe en el Ejemplo II. Esta briqueta es calentada a una razón de 200°C por hora y luego sinterizada por calentamiento a 1225°C en una atmósfera de oxígeno durante 21 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,061 gr/cm³, que corresponde a una porosidad p de 5,15% en volumen. La permeabilidad magnética inicial del cuerpo sin-



terizado es 1130, la fuerza coercitiva es 0,19 Oersted.

El resto del polvo es presinterizado en un crisol a una temperatura de 900°C durante 60 minutos. El producto presinterizado es molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. El tamaño promedio de partículas del producto molido resultante es aproximadamente 0,4 micrones. Después de filtrado y secado, parte del producto molido es conformado en una briqueta de la manera descrita en el Ejemplo II y luego sinterizado como se describe en el párrafo precedente. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,320 gr/cm³, que corresponde a una porosidad de 0,30% en volumen. El tamaño de los cristales de que esta formado el cuerpo sinterizado es 30 micrones en promedio. La resistividad del cuerpo sinterizado es 4,5 x 10⁸ Ohm,cm, la permeabilidad magnética inicial del mismo es 1240, y la fuerza coercitiva es 0,13 Oersted.

EJEMPLO VII:

Una mezcla de 48,6 mol% de NiO, 1,4 mol% de CoO y 50 mol% de Fe₂O₃ se usa como material de partida. El NiO es pesado como carbonato de níquel básico con menos de 0,01% en peso de impurezas. El CoO es pesado como carbonato de cobalto con menos de 0,1% en peso de impurezas no contando impurezas de aproximadamente 0,2% en peso de Fe₂O₃ y aproximadamente 0,2% en peso de NiO. El contenido de impurezas de la preparación de Fe₂O₃ es menor que 0,02% en peso, no contando 0,1% en peso de NiO. El contenido de iones sulfato en la preparación de Fe₂O₃ es menor que 0,01% en peso. El tamaño de partículas de la preparación de Fe₂O₃ es aproximadamente 0,1 micrón. La



mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después del filtrado y secado, el polvo es hecho pasar a través de un tamiz que tiene 10 mallas por cm de superficie y presinterización en un crisol durante una hora a una temperatura de 900°C en oxígeno. El producto presinterizado es pulverizado y luego molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. El tamaño promedio de partículas del producto molido resultante es aproximadamente 0,4 micrones. Después de filtrado y secado, el producto molido es conformado en una briqueta de la manera descrita en el Ejemplo II. La briqueta resultante es calentada a una razón de 130°C por hora y sinterizada en oxígeno a una temperatura de 1240°C durante 48 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,321 gr/cm³. Dado que la densidad absoluta del cuerpo sinterizado es 5,366 gr/cm³, el cuerpo tiene una porosidad p_v de 0,84% en volumen. La resistividad del cuerpo sinterizado es 10⁴ Ohm.cm, la fuerza coercitiva del mismo es 2,25 Oersted.

De la briqueta sinterizada se perforaron anillos con un diámetro interno de 20 mms, un diámetro externo de 28 mms y una altura de 4 mms. Se midieron los siguientes factores de acoplamiento piezomagnético de estos anillos.

Para vibración longitudinal $K_{33} = 0,50$

Para oscilación torsional $K_{15} = 062$

siendo la temperatura de las mediciones, en ambos casos, aproximadamente 33°C.

EJEMPLO VIII:

El material de partida es una mezcla de 39,28 mol% de NiO, 9,82 mol % de CuO, 0,90 mol% de CoO y 50 mol %



de Fe_2O_3 . En relación al grado de pureza del compuesto de níquel, el compuesto de cobalto y el compuesto de hierro, se hace referencia al Ejemplo VII. El contenido de impurezas de la preparación de CuO es menor que 0,03% en peso. La mezcla es tratada, de la manera descrita en el Ejemplo VII para formar una masa presinterizada molida, siendo conformada esta masa, también de la manera descrita en el Ejemplo VII, en una briqueta. Esta briqueta es calentada a una razón de 200°C por hora y sinterizada a una temperatura de 1100°C en una atmósfera de oxígeno durante 48 horas.

La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es $5,366 \text{ gr/cm}^3$ que, a una densidad absoluta medida de $5,376 \text{ gr/cm}^3$ significa que la porosidad del cuerpo es solamente 0,19% en volumen. La resistividad es $7 \times 10^3 \text{ Ohm.cm}$, la fuerza coercitiva 1,6 Oersted.

De la briqueta sinterizada se perforaron anillos con un diámetro interno de 20 mm, un diámetro externo de 28 mm y una altura de 4 mm. De estos anillos se midió para el factor de acoplamiento piezomagnético (vibración longitudinal) un valor $k = 0,455$ a 18°C .

EJEMPLO IX

El material de partida es una mezcla de 40 mol. % de NiO , 5 mol % de ZnO , 5 mol% de CuO , 2,5 mol.% de Mn_2O_3 y 47,5 mol.% de Fe_2O_3 . El NiO es pesado como óxido de níquel con un contenido de impurezas menor que 0,03% en peso. El contenido de impurezas de la preparación de ZnO es menor que 0,01% en peso. La preparación de CuO tiene un contenido de impurezas menor que 0,03% en peso. El Mn_2O_3 es pesado como carbonato de manganeso con un conte-



nido de impurezas menor que 0,04% en peso. La preparación de Fe_2O_3 , que consiste en partículas de un tamaño de aproximadamente 0,1 micron, contiene una cantidad de 0,2% en peso de NiO. Sin contar esta cantidad, el contenido de las restantes impurezas de la preparación de Fe_2O_3 es menor que 0,05% en peso, mientras que el contenido de iones sulfato, en particular, es menor que 0,01% en peso. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después de filtrado y secado, la mezcla es presinterizada en un crisol a 900°C durante 60 minutos. El producto presinterizado es pulverizado y luego molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas.

El producto molido es filtrado y secado. De la manera descrita en el Ejemplo II, una cantidad del producto molido seco es conformada en una briqueta. Esta briqueta es calentada a una razón de 50°C por hora y sinterizada en oxígeno a una temperatura de 1240°C durante 48 horas. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,351 gr/cm³. Siendo la densidad absoluta del cuerpo 5,366 gr/cm³, la porosidad p del cuerpo es 0,28% en volumen. El cuerpo está formado de cristales con un tamaño promedio de aproximadamente 75 micrones. La resistividad del cuerpo es 3×10^7 Ohm.cm.

EJEMPLO I

El material de partida es una mezcla de 24,375 mol.% de NiO, 24,375 mol.% de ZnO, 1,25 mol.% de CoO y 50 mol.% de Fe_2O_3 . El NiO es pesado como óxido de níquel con un contenido de impurezas menor que 0,03% en peso. La preparación de ZnO contiene menos de 0,01% de impurezas. El CoO es pesado como carbonato de cobalto que contiene aproxima-



damente 0,2% en peso de Fe_2O_3 y aproximadamente 0,2% en peso de NiO, mientras que el contenido de las restantes impurezas es menor que 0,1% en peso. La preparación de Fe_2O_3 que tiene un tamaño de partículas de aproximadamente 0,1 micron contiene, además de aproximadamente 0,2% en peso de NiO, menos de 0,05% en peso de impurezas. El contenido de iones sulfato en la preparación de Fe_2O_3 es menor que 0,01% en peso. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después de filtrado y secado, la mezcla es presinterizada a una temperatura de 900°C durante 60 minutos. El producto presinterizado es pulverizado y luego molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas.

El producto molido es filtrado y secado, después de lo cual de la manera descrita en el Ejemplo II, una cantidad del producto molido seco es conformado en una briqueta. La briqueta es calentada a una razón de 180°C por hora a la temperatura de sinterización, que es 1245°C. Esta última temperatura es mantenida durante 30 minutos. La sinterización se realizada en una atmósfera de oxígeno. El cuerpo sinterizado es enfriado a una razón de 130°C por hora. La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,33 gr/cm³, la densidad absoluta 5,34 gr/cm³, de modo que la porosidad p es aproximadamente 0,2% en volumen. La resistividad del cuerpo sinterizado es 7×10^8 Ohm.cm.

EJEMPLO XI

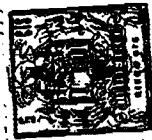
El material de partida es una mezcla de 16,192 mol.% de NiO, 34,408 mol.% de ZnO y 49,4 mol.% de Fe_2O_3 . El NiO es pesado como carbonato de níquel con un contenido de



impurezas de aproximadamente 0,15% en peso. El contenido de impurezas de la preparación de ZnO es inferior a 0,01% en peso. La preparación de Fe₂O₃ contiene aproximadamente 0,2% en peso de NiO. En lo demás, ella contiene menos de 0,05% en peso de impurezas, siendo el contenido de iones sulfato inferior a 0,01% en peso. El tamaño de partículas de la preparación de Fe₂O₃ es aproximadamente 0,1 micron. La mezcla es molida en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Después de filtrado y secado, la mezcla es presinterizada a 600°C durante 60 minutos. El producto presinterizado es luego molido en un molino de bolas con alcohol durante 16 horas. Así se obtiene un producto molido con un tamaño promedio de partículas menor de 0,2 micrones. Después de filtrado y secado, el producto molido es conformado en una briqueta de la manera descripta en el Ejemplo II. La briqueta es calentada a una razón de 130°C por hora hasta una temperatura de 1100°C y mantenida a esta temperatura durante 47 horas y media. Luego la temperatura es elevada a una razón de 100°C por hora hasta 1.300°C, siendo mantenida esta última temperatura durante aproximadamente 60 minutos. La sinterización se realiza en una atmósfera de oxígeno. Después de la sinterización, el producto es enfriado lentamente.

La densidad aparente del cuerpo sinterizado resultante es 5,317 gr/cm³, la densidad absoluta 5,341 gr/cm³, siendo la porosidad p , por lo tanto, aproximadamente 0,45% en volumen. La resistividad del cuerpo sinterizado es 8×10^8 Ohm.cm, la permeabilidad magnetica inicial 2070 y la fuerza coercitiva 0,60 Oersted.

290826



La presente solicitud que corresponde a la presenta-
da en Holanda, con fecha 16 de Agosto de 1.962, bajo el
número 282.192, se acoge a los beneficios del artículo 51
del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

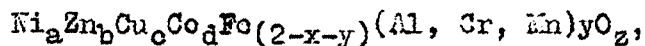
N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presen-
tan para que sean objeto de la presente solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-
tes:

10

1. Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos
de ferrito policristalino, caracterizadas por que los mis-
mos tienen una composición química de acuerdo con la fór-
mula

15



fórmula en que

20

| | | | | | |
|---|-----|-----------|---|------|---|
| 0 | ≤ | a | ≤ | 1 | |
| 0 | ≤ | b | ≤ | 1 | |
| 0 | ≤ | c | ≤ | 0,2 | |
| d | = | 1-(a+b+c) | | | |
| 0 | ≤ | x | ≤ | 0,08 | |
| 0 | ≤ | y | ≤ | 0,25 | |
| y | 3,8 | ≤ | z | ≤ | 4 |

y tienen una porosidad menor que 1% en volumen y una re-
sistividad que excede de 10² Ohm.cm.

25

2. Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, carac-
terizadas por que la porosidad es menor que 0,5% en volu-
men.

3. Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos
de ferrito policristalino de acuerdo con una de las reivin-
dicaciones 1 ó 2, en particular para ser usados como elementos

30

290826



convertidores magneto-mecánicos, caracterizadas por que en la fórmula mencionada en la reivindicación 1, $b = 0$.

5 4. Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos de ferrito policristalino de acuerdo con la reivindicación 2, en particular para ser usados como cabezales magnéticos para grabar y reproducir sonidos, caracterizadas por que $a < 0,5$ y $d = 0$ en la fórmula mencionada en la reivindicación 1.

10 5. Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos de ferrito policristalino de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas por que un material de partida presinterizado a una temperatura que no excede de 950°C y que consiste de óxidos y/o carbonatos, que son químicamente puros en grado elevado, de los metales elegidos como constituyentes del cuerpo que debe ser fabricado, en relaciones mutuas en peso en el rango de las composiciones químicas descritas en la reivindicación 1, mezcla de partida que substancialmente no contione partículas mayores que 0,5 micrones, es sinterizada de modo que la formación de ferrito ocurre a un crecimiento de granos comparativamente lento.

15 6. Mejoras de acuerdo con la reivindicación 5 para la fabricación de cuerpos de ferrito policristalino de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizadas por que la mezcla de partida substancialmente no contione partículas mayores que 0,1 micrones.

25 7. Mejoras de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 y 6, caracterizadas por que la mezcla de partida contione menos de 0,01% en peso de iones sulfato.

30 8. Mejoras de acuerdo con una de las reivindicaciones



6 a 7, caracterizadas por que la mezcla de partida de óxidos y/o carbonatos de los metales elegidos como constituyentes del cuerpo que debe ser fabricado, mezcla que es presinterizada a una temperatura que no excede de 950°C, es desmenuzada en un dispositivo mezclador a propulsión antes de la sinterización final.

9. Mejoras de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 a 8, caracterizadas por que la mezcla de partida de los óxidos y/o carbonatos de los metales elegidos como constituyentes del cuerpo que debe ser fabricado, mezcla que es presinterizada a una temperatura que no excede de 950°C, es comprimida isostáticamente bajo una presión de al menos 0,2 ton/cm² antes de la sinterización final y, como puede ser el caso, después del desmenuzamiento en un dispositivo mezclador a propulsión.

10. Mejoras de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizadas por que la mezcla de partida es primero pre-comprimida en una matriz antes de ser comprimida isostáticamente.

11. Mejoras de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 a 10, caracterizadas por que la sinterización se lleva a cabo en una atmósfera gaseosa con un elevado contenido de oxígeno, como puede ser el caso, en oxígeno puro.

12. Mejoras introducidas en la fabricación de cuerpos de ferrito policristalino.

290826



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de 21 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

19 DIC. 1963

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.

290826

DBF.