

432.203

Int. Cl.: e22e // G03 G

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: XEROX CORPORATION

RESIDENCIA: Xerox Square, ROCHESTER, New York 14644

Estados Unidos.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE

PERTICULAR DE FERRITA ESENCIALMENTE

ESFERICAS, EXENTAS DE HUECOS"

Prioridad: Patente estadounidense n.º 424.146 del 12-12-73

1

rrico, Fe_2O_3 , formados con óxidos metálicos básicos y de fórmula general $MFeO_2$ o MFe_2O_4 , donde M representa un metal monovalente o divalente y el hierro se encuentra en el estado de oxidación +3, son ferritas. Las ferritas también son denominadas ferrospinelas ya que tienen la misma estructura cristalina que el mineral espinela $MgAl_2O_4$. Sin embargo, no todas

5

las ferritas son magnéticas como, por ejemplo, $ZnFe_2O_4$ y $CdFe_2O_4$. Esta falta de propiedades magnéticas es debida a la configuración de la estructura reticular de la ferrita. Además, algunas ferritas, como la magnetobarita, $BaFe_{12}O_{19}$, que

10

presentan propiedades magnéticas permanentes, son denominadas ferritas "duras". Una ferrita "dura" es difícil de magnetizar y desmagnetizar y, por lo tanto, es el tipo de ferrita conveniente en un imán permanente. Una ferrita "blanda" tiene la

15

propiedad opuesta: es fácilmente magnetizada y desmagnetizada. Cuanto "más blando" sea el material ferrítico, más adecuado es para los diversos dispositivos eléctricos en los que la magnetización debe ser invertida muy frecuentemente por

20

unidad de tiempo. Si se representan las características de una ferrita "dura" y de una ferrita "blanda" en un gráfico en el que el campo magnético impuesto forma el eje horizontal y la magnetización total forma el eje vertical, se obtiene una curva característica que recuerda a una S gruesa, conocida como bucle de histéresis. Una ferrita "dura" tiene un bucle de his-

25

téresis ancho y una ferrita "blanda" tiene un bucle de histéresis muy estrecho. Para una ferrita "dura" el bucle de histéresis es tan ancho que el área encerrada por él es considerablemente mayor que la del área encerrada por el bucle de histéresis de una ferrita "blanda".

1 rritas "blandas" pueden caracterizarse además como materiales
cerámicos de gran resistividad, policristalinos, magnéticos,
ilustrados por las mezclas íntimas de óxidos de níquel, manga-
5 neso, magnesio, cinc, hierro u otros metales adecuados con
óxido de hierro. Por calcinación o sinterización, la mezcla
de óxidos adquiere una estructura reticular particular que
gobierna las propiedades magnéticas y eléctricas de la ferri-
ta resultante.

10 La formación y revelado de imágenes sobre la superficie
de materiales fotoconductores por medios electrostáticos es
muy conocida. El proceso básico electrostatográfico de forma-
ción de imagen, descrito por C.F. Carlson en la patente es-
tadounidense 2.297.691, consiste en colocar una carga electros-
tática uniforme sobre una capa aislante fotoconductorá, expo-
15 ner la capa a una imagen de luces y sombras para disipar la
carga sobre las áreas de la capa expuestas a la luz y revelar
la imagen latente electrostática depositando sobre la imagen
un material electroscópico finamente dividido denominado en
la técnica "virador". El virador será normalmente atraído a
20 las zonas de la capa que retienen una carga, formando con
ello una imagen de virador correspondiente a la imagen laten-
te electrostática. Esta imagen en polvo puede ser después
transferida a una superficie de soporte tal como el papel. Pos-
teriormente, la imagen transferida puede ser permanentemente
25 fijada a la superficie de soporte, por ejemplo por la acción

1 toconductor si se desea eliminar la operación de transferen-
cia de la imagen en polvo. En lugar de las operaciones ante-
5 riores de termofijado, pueden emplearse otros medios adecua-
dos de fijado tal como un tratamiento con disolvente o con
un sobre-recubrimiento.

Se conocen varios métodos para aplicar las partículas
electroscópicas a la imagen latente electrostática que ha de
ser revelada. Un método de revelado, descrito por E.N. Wise
10 en la patente estadounidense 2.618.552, es el conocido como
revelado "en cascada". En este método, un material revelador
que comprende partículas de portador relativamente grandes
con partículas de virador finamente divididas electrostática-
mente aplicadas sobre aquéllas, se envía hasta la superficie
15 que lleva la imagen latente electrostática y se hace rodar o
caer en cascada a través de la misma. La composición de las
partículas portadoras está seleccionada de manera que las par-
tículas de virador son cargadas triboeléctricamente con la
polaridad deseada. A medida que la mezcla cae en cascada o
20 rueda a través de la superficie portadora de la imagen, las
partículas de virador son electrostáticamente depositadas y
fijadas a la porción cargada de la imagen latente y no son
depositadas sobre las porciones no cargadas o de fondo de la
imagen. La mayor parte de las partículas de virador acciden-
25 talmente depositadas en el fondo son separadas haciendo rodar
el portador, debido, aparentemente, a la mayor atracción elec-
trostática entre el virador y el portador que entre el virador
y el fondo descargado. El portador y el exceso de virador son
después reciclados. Esta técnica es extraordinariamente buena
30 para el revelado de imágenes de originales lineales.

Otro método de revelado de imágenes latentes electrostáti-

1 cas es el proceso de revelado por "cepillo magnético" descri-
to, por ejemplo, en la patente estadounidense 2.874.063. En
este método, un imán soporta el material revelador que contie-
ne el virador y un portador magnético. El campo magnético del
5 imán produce la alineación del portador magnético en una con-
figuración en forma de cepillo. Este "cepillo magnético" se
pone en contacto con la superficie portadora de la imagen
electrostática y las partículas de virador son arrastradas des-
de el cepillo hasta la imagen latente por atracción electros-
10 tática. Así, puede proporcionarse una mezcla reveladora que
comprende un material virador y un material portador consti-
tuido por partículas que son magnéticamente atraíbles. En con-
secuencia, se han empleado el hierro y los materiales ferríti-
cos magnéticos como material portador en las técnicas electros-
15 tátográficas.

En el pasado, los materiales ferríticos han sido prepara-
dos en general por métodos en seco y en mojado. El método en-
seco implica la mezcla íntima de óxidos o carbonatos puros de
los constituyentes metálicos deseados y hacer reaccionar la
20 mezcla a temperaturas elevadas para formar la estructura de-
seada. Este método requiere una extensa molienda a bolas de
los óxidos o carbonatos, habitualmente dispersados en un lí-
quido, hasta que se obtiene un grado eficiente de mezclado.
Habitualmente la mezcla es después secada, granulada, pre-sin-
25 terizada para formar la estructura deseada, molida de nuevo
para conseguir una distribución adecuada de tamaños de partí-
culas, comprimida o compactada con un material ligante y final-
mente sinterizada o calcinada de nuevo a temperaturas superio-
res a la de pre-sinterización. Este método no es adecuado ya
30 que da lugar a un material ferrítico de gran tamaño de crista-

1 litos o de grano, con un elevado coeficiente térmico de per-
meabilidad o una menor estabilidad térmica. El método en moja-
do generalmente implica la formación de una mezcla íntima de
5 los componentes deseados por co-precipitación de una solu-
ción. Habitualmente, los componentes se disuelven en forma de
nitratos y se co-precipitan como hidróxidos, carbonatos u oxa-
latos. El producto, después de filtrar y lavar, es a continua-
ción pre-calcinado, molido de nuevo, clasificado, compactado
10 con un ligante y finalmente sinterizado o calcinado de nuevo
a temperaturas superiores a la de pre-sinterización. Este méto-
do también tiene el inconveniente de producir materiales ferrí-
ticos de gran tamaño de cristalitas o de grano, con un eleva-
do coeficiente térmico de permeabilidad o una estabilidad tér-
mica reducida. Tanto el método en seco como en mojado tienen
15 el inconveniente adicional de requerir la compactación del
producto con un ligante antes de la calcinación final, lo que
constituye una operación laboriosa y costosa y que limita la
temperatura de calcinación y además produce la aglomeración
de una perla con otra y la adherencia de las perlas a las su-
20 perficies del equipo de sinterización.

Se conocen otras técnicas de producción de polvo mag-
nético tales como la que consiste en preparar una aleación
pulverizada y desintegrar mecánicamente la aleación para for-
25 mar partículas magnéticas y soplar las partículas magnéticas
a través de una llama de un gas reductor a una temperatura su-
ficiente para fundir las partículas a una forma esférica y en-
fríar y recoger las partículas así obtenidas, como se descri-
be en la patente estadounidense 2.186.659. Aunque esta técnica
30 puede producir partículas esféricas, para evitar reacciones
indeseables tales como la oxidación de las partículas, general-

1 mente es necesaria una corriente gaseosa protectora tal como
hidrógeno o nitrógeno. Además, el producto procedente del mo-
lino de bolas debe ser transformado en esferas en una llama de
gas comprimido y el material esférico debe ser recogido en
5 un baño líquido. Además, el material esférico así producido
generalmente debe ser mezclado en una máquina amasadora con
un medio ligante, por ejemplo una resina artificial que pue-
da ser solidificada. Después de seco, el material debe ser
comprimido de forma adecuada.

10 Otro procedimiento de preparación de perlas de ferrita
ta ha sido descrito por A. Berg y colaboradores en la solici-
tud de patente estadounidense copendiente número de serie
160.893, presentada el 8 de Julio de 1971. En esta memoria,
el procedimiento consiste en hacer materiales ferríticos pre-
15 parando una suspensión de óxidos metálicos en un líquido, se-
cando por atomización la suspensión de óxidos metálicos para
formar perlas de óxidos metálicos y sinterizar las perlas de
óxidos metálicos para formar perlas de ferrita. Sin embargo,
se ha encontrado que una porción importante de las perlas de
20 ferrita fabricadas por este procedimiento presentan un hueco
o depresión característicos en la partícula seca mientras que
lo que se desea son perlas ferríticas de forma esférica y de
superficie continua. Los intentos anteriores para reducir o
eliminar las zonas huecas en las perlas de ferrita realizadas
25 por este procedimiento no han tenido éxito. Como los procedi-
mientos de preparación de ferrita anteriormente conocidos son
deficientes en uno o más aspectos, existe la continua necesi-
dad de un procedimiento mejorado de producción de ferrita y
de materiales ferríticos mejorados.

COMPENDIO DE LA INVENCION

1

Por lo tanto, un objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita y productos resultantes que superen las deficiencias antes citadas.

5

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita que reduce o elimina los huecos o depresiones en los materiales ferríticos preparados por secado por atomización.

10

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita que proporciona perlas de ferrita que son de forma esférica y de superficie continua.

15

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita que proporciona partículas mejoradas de ferrita de un tamaño deseado y de una distribución de tamaños controlada.

20

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita que proporciona partículas mejoradas de portador ferrítico que posee propiedades electrostatográficas más estables y uniformes.

25

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita en el que pueden prepararse materiales portadores ferríticos electrostatográficos con una forma prácticamente esferoidal, sin emplear un material ligante.

30

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de manufactura de ferrita y materiales portadores ferríticos electrostatográficos que son superiores a los procedimientos de manufactura de ferrita y a los materiales portadores ferríticos electrostatográficos conocidos.

1 Estos y otros muchos objetos resultarán más fácil-
mente evidentes en la lectura de la siguiente memoria, consi-
derada a la luz de los gráficos que la acompañan en los cuales:

5 El gráfico 4 es una perspectiva de una mezcla de óxi-
dos metálicos formadores de ferrita, secada por atomización a
partir de una suspensión con una viscosidad de unos 9000 cen-
tipoises a unos 23°C, mostrando como las perlas presentan unas
superficies discontinuas y contienen huecos en su interior.

10 El gráfico 3 y el gráfico C son perspectiva de una
mezcla de óxidos metálicos formadores de ferrita, secada por
atomización a partir de una suspensión con una viscosidad de
unos 131.000 centipoises a unos 23°C, mostrando respectivamen-
te que el interior de las perlas está exento de huecos y que
las superficies son continuas.

15 Los objetos anteriores y otros se consiguen, en tér-
minos generales, preparando una suspensión de óxidos metálicos
formadores de ferrita en un líquido donde dicha suspensión tie-
ne una viscosidad a 23°C comprendida aproximadamente entre
20 55.000 y 140.000 centipoises, secando por atomización la sus-
pensión de óxidos metálicos para formar unas perlas de óxidos
metálicos esencialmente esféricas y sinterizando las perlas
de óxidos metálicos esencialmente esféricas para formar par-
tículas de ferrita de forma esencialmente esférica, de super-
ficie continua y con un interior exento de huecos. Así, pue-
25 den prepararse materiales ferríticos con las propiedades men-
cionadas deseadas por el procedimiento de esta invención en
el que la viscosidad de la suspensión de óxidos metálicos for-
madores de ferrita a 23°C es por lo menos alrededor de 55.000
30 centipoises y puede llegar a ser de hasta 140.000 centipoises
o hasta el valor adecuado a las limitaciones prácticas del

1 equipo empleado en la preparación de los materiales ferríticos de esta invención.

Los óxidos metálicos pueden ser seleccionados en primer lugar sobre la base de las propiedades deseadas en la ferrita. En una realización preferida utilizando un mezclador de gran velocidad, los óxidos metálicos de partida son lentamente agregados a un tanque de preparación mientras se añade un defloculante de manera que los sólidos sean continuamente mojados. Generalmente se forma una suspensión lisa y homogénea después de aproximadamente 30 minutos de agitación, según la capacidad del equipo y el tamaño del lote preparado. Si la ferrita acabada ha de estar constituida por varios componentes para uso como partícula portadora electrostatográfica, habitualmente es deseable conseguir una mezcla íntima de los óxidos metálicos de partida mediante este proceso de preparación de la suspensión. El grado real de mezclado conseguido puede ser controlado mediante la elección del equipo empleado y la selección de los parámetros operativos específicos del equipo y/o de las condiciones de suspensión tales como velocidad de mezclado, tiempo de mezclado, viscosidad y temperatura. Los óxidos metálicos de partida pueden ser mezclados en forma de suspensión en uno cualquiera de los siguientes tipos de equipos tales como un molino de bolas, un molino de guijarros vibratorio, un agitador de gran velocidad con un rotor y unas paletas que giran en sentido contrario, un mezclador propulsor, un dispersador de gran velocidad y otros equipos de mezclado convencionales. Como alternativa, pueden mezclarse en seco los óxidos metálicos de partida y combinar la mezcla seca en el último momento con un medio líquido. Después de la operación de suspensión, generalmente se prefiere tamizar las suspensiones

1 antes de secar por atomización con objeto de eliminar cualquier
partícula sólida grande que pueda estar presente ya que obtu-
raría un atomizador a presión.

5 Para secar la suspensión de óxidos metálicos de par-
tida puede emplearse un secadero por atomización diseñado para
la atomización mediante una boquilla atomizadora o la atomiza-
ción mediante una máquina rociadora de disco o equivalente.

10 Un tipo especialmente deseable de máquina atomizadora es uno
constituído esencialmente por un rotor de bomba cerrado impul-
sado por un motor de velocidad variable que es comúnmente deno-
minado atomizador giratorio, disco o rueda. El sistema total
generalmente consiste en una consola de potencia-refrigerante-

15 lubricante, cables de potencia, mangueras de transporte de
fluídos y un motor de velocidad variable con un rotor cerra-
do. El rotor de gran velocidad utiliza la energía de la fuer-
za centrífuga para atomizar la suspensión. La distribución de
tamaños de partícula obtenida con esta máquina atomizadora es
generalmente estrecha. Además, las características del produc-

20 to pueden ser modificadas mediante el diseño, la velocidad y
la posición del atomizador giratorio en la cámara con respec-
to a la entrada de aire. Preferiblemente, cuando se emplea el
atomizador giratorio, el secadero por atomización debe tener
una configuración de gran diámetro para evitar la adherencia

25 de las partículas atomizadas de óxidos metálicos a las paredes
de la cámara del secadero. Las suspensiones de óxidos metáli-
cos pueden ser atomizadas utilizando boquillas de dos fluídos
donde la fuerza de atomización es aire a presión, boquillas a
presión de un solo fluido donde la fuerza de atomización es la

30 presión de la propia suspensión liberada a través de un orifi-
cio y atomización centrífuga mediante una rueda rotatoria u

1 otro método de atomización adecuado. Las presiones de atomiza-
ción, la velocidad de rotación en el caso de atomización con
rueda y los caudales de la suspensión pueden ser modificados
5 como control parcial del tamaño de partícula. También es po-
sible controlar el tamaño de partícula de las perlas de óxi-
dos metálicos secadas por atomización variando el porcentaje
de sólidos en la suspensión alimentada. La fuerza de atomiza-
ción y el caudal deben ser ajustados a la configuración, al
10 tamaño y al caudal volumétrico de aire de una cámara secadora
dada con objeto de que las partículas atomizadas no se pongan
en contacto con las superficies de la cámara secadora mientras
están todavía húmedas. De acuerdo con el procedimiento de es-
ta invención, el porcentaje de sólidos en la suspensión de
15 alimentación puede ser variado aproximadamente entre 40 y 80%
en peso de óxidos suspendidos en el medio líquido. Si se agre-
ga a la suspensión de óxidos metálicos un material deflocu-
lante, la concentración de defloculante puede ser variada apro-
ximadamente entre 0,01 y 2,0 % del peso de los óxidos sólidos.
20 Aunque existe una amplitud considerable en lo que se refiere
a los tamaños de partícula de los óxidos metálicos empleados
en la suspensión, se prefieren las partículas de óxidos metá-
licos con un tamaño de partícula medio inferior a unas 25 mi-
cras para evitar grandes velocidades de sedimentación en la
suspensión.

25 Se ha encontrado que no es necesario agregar ningún
material ligante a la suspensión de alimentación para preser-
var la forma y la integridad de las perlas de óxidos metálicos
atomizados formadas durante las operaciones de secado por ato-
mización y recogida del procedimiento de esta invención. La
30 eliminación de un material ligante en la formación de perlas

1 factorios.

5 Puede emplearse cualquier tipo adecuado de horno de sinterización en la operación de sinterización del procedimiento de esta invención. Los hornos de sinterización típicos son un horno estático, un horno rotatorio, un horno de túnel o un
10 horno de lecho agitado. El tipo de horno estático generalmente permite tiempos de permanencia más largos. El tipo de horno de túnel para la sinterización generalmente permite una reacción uniforme del producto, un tiempo de permanencia constante y una gran capacidad de producción. Durante la etapa de sinterización, puede añadirse un medio especial tal como un ingrediente promotor de la fluidez, por ejemplo óxido de aluminio, óxido de circonio u otros materiales, en combinación
15 con las perlas de óxidos metálicos, en cantidad suficiente para reducir al mínimo o evitar la aglomeración de unas perlas con otras y la adherencia de las perlas a las paredes del horno. En general, se obtienen resultados satisfactorios con una cantidad de ingrediente promotor de la fluidez del orden de 0,5 partes en peso a 2,0 partes en peso, calculado sobre el
20 peso de las perlas de óxidos metálicos. Preferiblemente, el ingrediente promotor de la fluidez se agrega a las perlas de óxidos metálicos antes de la sinterización, en una proporción aproximada de una parte en peso por cada parte en peso de perlas de óxido metálico y su tamaño es mayor que el de las perlas de óxidos metálicos secadas por atomización porque así la aglomeración de unas perlas con otras y la adherencia de las
25 perlas a las paredes del horno es prácticamente eliminada. Así, si las perlas secadas por atomización son de unas 100 micras, el ingrediente promotor de la fluidez debe ser de unas 600 micras. Además, este ingrediente promotor de la fluidez también
30

1 puede influir en las propiedades electrostatográficas del ma-
terial portador ferrítico. Además, para evitar o reducir al
mínimo todavía más la adherencia de las perlas de óxidos me-
tálicos a las paredes del horno rotatorio, puede emplearse
5 un dispositivo rascador individualmente o en combinación con
el ingrediente promotor de la fluidez. En cualquier caso, la
sinterización de las perlas de óxidos metálicos debe realizar-
se bajo condiciones controladas con objeto de mantener la for-
ma y el carácter en partículas de las perlas al mismo tiempo
10 que se proporciona un tiempo constante de permanencia en el
horno para obtener una máxima uniformidad de las perlas y las
propiedades deseadas.

15 Cuando el material ferrítico sinterizado ha de ser em-
pleado en electrostatografía, es conveniente que el material
ferrítico utilizado como portador posea ciertas propiedades
fundamentales. El portador ferrítico debe presentar propieda-
des electrostatográficas uniformes tales como la respuesta tri-
boeléctrica, la permeabilidad magnética y la conductividad
20 eléctrica, con objeto de responder a los requisitos de funcio-
namiento de la máquina. El portador ferrítico debe ser de ta-
maño prácticamente uniforme y las perlas individuales deben
ser suficientemente densas para reducir al mínimo la posible
adherencia de las perlas al fotorreceptor. El portador ferrí-
tico debe presentar características superficiales uniformes
25 con un mínimo de contaminación superficial. Finalmente, el por-
tador ferrítico debe ser de forma uniforme con una redondez
y esfericidad máximas, de superficie continua y estar exento
de huecos interiores.

30 La calcinación a temperaturas elevadas de las perlas
de óxidos metálicos secadas por atomización para inducir la

1 reacción de los componentes ferríticos se lleva a cabo gene-
ralmente a una temperatura comprendida entre 1150° y 1600°C
aproximadamente. En realidad, pueden utilizarse temperaturas
5 más bajas y más altas pero éstas vienen dictadas por el tiem-
po de transformación, los materiales de construcción del hor-
no generalmente asequibles, la formulación de la ferrita y la
resistencia resultante de la perla calcinada. Generalmente,
si un material portador ferrítico de níquel-cinc se calcina
a 1100°C durante menos de una hora, el material portador pue-
10 de carecer de resistencia mecánica y puede haberse producido
una reacción insuficiente en el estado sólido, lo que no ocu-
rrirá si se elige calcinar a una temperatura más alta, por
ejemplo de 1400° o 1500°C. Esto es especialmente importante
en lo que se refiere a la resistencia mecánica resultante del
15 material portador. Para conseguir las propiedades deseadas
del portador electrostatográfico, basándose en la calcinación,
el tiempo de calcinación, la atmósfera de calcinación y la re-
lación de temperaturas, es importante establecer las condicio-
nes mínimas de calcinación con respecto a la resistencia de
20 la perla. Se obtienen las propiedades óptimas del portador
ferrítico electrostatográfico a unas temperaturas de sinteri-
zación comprendidas aproximadamente entre 1200° y 1300°C, con
un tiempo de permanencia de unos 60 a unos 180 minutos. El in-
tervalo preferido de temperaturas de sinterización es alrede-
25 dor de 1150 a 1500°C; con un tiempo de permanencia de unos 10
a unos 180 minutos, porque los materiales ferríticos son mag-
néticos, poseen una estructura de espinela policristalina,
presentan una gran resistividad y proporcionan la máxima res-
puesta electrostatográfica. También se obtienen propiedades
30 satisfactorias del portador ferrítico electrostatográfico a

1 Unas temperaturas de sinterización comprendidas aproximadamen-
te entre 900° y 1600°C, con un tiempo de permanencia de unos
5 minutos a unas 5 horas. En cualquier caso, las condiciones
de sinterización deben ser suficientes para obtener la estruc-
5 tura ferrítica deseada de espinela policristalina.

La atmósfera de calcinación empleada también es impor-
tante ya que influye en el contenido en oxígeno y, por lo tan-
to, en el estado de oxidación de los iones metálicos presentes
en la formación de la estructura cristalina. También aquí la
10 conductividad del portador ferrítico viene influida por una
atmósfera rica o deficiente en oxígeno. Un ejemplo de la in-
fluencia de la atmósfera de calcinación aparece claramente en
la preparación de una ferrita ferroso-férrica a partir de óxi-
do férrico. Cuando el material es calcinado en una atmósfera
15 oxidante, como la atmósfera ambiente o una atmósfera rica en
oxígeno, se obtienen propiedades magnéticas inferiores mien-
tras que calcinando en una atmósfera reductora adecuada, como
la que contiene alrededor de 1 a 8 % en volumen de oxígeno,
se obtienen unas propiedades magnéticas aceptables.

20 Puede emplearse cualquier tamaño adecuado de horno de
sinterización en la etapa de sinterización del procedimiento
de la invención. Se prefieren los hornos estáticos o de túnel
porque generalmente permiten emplear un tiempo de permanencia
constante y la reacción del producto es uniforme. Así, las per-
25 las de óxidos metálicos secadas por atomización de acuerdo con
el procedimiento de esta invención pueden ser transformadas
con éxito en un horno estático de tamaño de laboratorio. Cuan-
do se emplean lotes del orden de toneladas, pueden ser transfo-
madas en un horno de túnel, calentado a gas o eléctricamente,
30 a grandes velocidades de producción. Cuando se desea pre-sinte

1 rizar, las condiciones preferidas consisten en pre-sinterizar
las perlas de óxidos metálicos secadas por atomización en un
horno a unos 900-1300°C, con un tiempo de permanencia de 10 a
25 minutos aproximadamente, porque estas condiciones aumentan
5 la resistencia y la densidad de las perlas, lo que contribuye
a preservar la forma y la integridad de las mismas durante la
operación de sinterización final. Este proceso de pre-sinteri-
zación proporciona un tiempo de reacción suficiente para ga-
rantizar las propiedades electrostatográficas y magnéticas de-
10 seadas del material portador ferrítico después de la operación
final de sinterización. Después de la sinterización, enfriando
con un tiempo de permanencia de unas 12 a 15 horas se produce
generalmente una transición desde la temperatura de calcina-
ción a la de enfriamiento final. Este método de enfriamiento
15 generalmente permite retener las propiedades electrostatográ-
ficas deseadas en los materiales portadores ferríticos. La
permeabilidad magnética, la conductividad eléctrica y la tri-
boelectricidad pueden ser controladas controlando la velocidad
de enfriamiento. Por ejemplo, la resistividad eléctrica puede
20 ser disminuída en dos o tres órdenes de magnitud mediante un
rápido enfriamiento.

Sorprendentemente, se ha encontrado que no es neces-
ario mezclar ningún material ligante ni ningún otro aditivo,
aparte del defloculante, con la suspensión de alimentación de
25 los óxidos metálicos de partida. Las perlas esféricas de óxi-
dos metálicos, secadas por atomización de acuerdo con el pro-
cedimiento de esta invención, inesperadamente retienen su for-
ma y su integridad durante las operaciones de secado por ato-
mización, recogida, clasificación y sinterización. La ausencia
30 de material ligante beneficia el proceso ya que la suspensión

1 es menos apta para obturar los orificios de la boquilla bajo
presión y asimismo, lo que es igualmente importante, la tempe-
ratura de secado no es limitada por ello. Es decir, cuando
hay presente un material ligante, la temperatura de secado
5 habitualmente es limitada para evitar la pérdida de ligante
por oxidación. Además, el uso de temperaturas de secado más
altas permite aumentar la velocidad de alimentación de suspen-
sión al secadero por atomización. Sin embargo, si se emplea
un ligante, este puede ser cualquier material formador de pe-
10 lícula fugitivo adecuado. Los ligantes formadores de película
fugitivos típicos son el alcohol polivinílico, la dextrina,
los lignosulfonatos y la metilcelulosa.

De acuerdo con el procedimiento de esta invención, se
ha encontrado beneficioso emplear un defloculante cuando se
15 prepara la suspensión de óxidos metálicos. Puede emplearse
cualquier defloculante adecuado. Los defloculantes típicos
son las sales de amonio o sodio del ácido polimetacrílico,
ácido pirogálico, ácido tánico y ácido húmico y las sales de
un ácido arilhidroxicarboxílico mixto y un ácido inorgánico
20 complejo. El defloculante preferido es la sal sódica del áci-
do polimetacrílico porque en general provoca la preparación
de una suspensión concentrada de óxidos metálicos con un conte-
nido en sólidos de hasta el 80 % en peso aproximadamente, en
agua, calculado sobre el peso total de la suspensión. Además,
25 a pesar de este contenido en sólidos notablemente elevado, la
suspensión alimentada de óxidos metálicos puede ser bombeada
al secadero por atomización y atomizada sin obturar la boqui-
lla a presión ni el atomizador de rueda. Además, cuando se de-
sean perlas de unas 50 a unas 500 micras, el alto contenido en
30 sólidos de la suspensión de óxidos metálicos contribuye a con-

1 seguir estos tamaños de partículas. Además, la gran concentra-
ción de óxidos reduce los requisitos de equipo y energía ne-
cesarios para formar las partículas.

5 Puede emplearse cualquier material virador electroscó-
pico pigmentado o teñido adecuado con los materiales porta-
dores ferríticos producidos de acuerdo con el procedimiento
de esta invención. Los materiales viradores típicos son: goma
copal, goma de sandáracó, resina de pino, resina de cumarona-
indeno, asfalto, gilsonita, resinas de fenol-formaldehído,
10 resinas de fenol-formaldehído modificadas con resina de made-
ra, resinas metacrílicas, resinas de poliestireno, resinas de
polipropileno, resinas epoxi, resinas de polietileno y mezclas
de las mismas. El material virador particular a emplear depen-
de evidentemente de la separación de las partículas de vira-
15 dor de los materiales portadores ferríticos en la serie tribo-
eléctrica. Como es sabido, debe producirse una separación su-
ficiente para permitir que el virador se adhiera electrostá-
ticamente a la superficie del portador. Entre las patentes
que describen las composiciones viradoras electroscópicas se
20 encuentran la patente estadounidense 2.659.670 de Copley; la
patente estadounidense 2.753.308 de Landrigan; la patente es-
tadounidense 3.079.342 de Insalaco; la patente estadounidense
reeditada 25.136 de Carlson y la patente estadounidense
25 2.788.288 de Reinfrank y colaboradores. Estos materiales vi-
radores generalmente tienen un diámetro medio de partícula
comprendido aproximadamente entre 1 y 30 micras. En términos
generales, se obtienen resultados satisfactorios cuando se
utiliza alrededor de 1 parte de virador con alrededor de 10 a
30 200 partes en peso de portador.

Se prefieren los materiales portadores a base de fe-

1 ferrita de níquel-cinc y de ferrita de manganeso-cinc, producidos de acuerdo con el procedimiento de esta invención, porque poseen propiedades triboeléctricas que varían entre 8 y 40 microculombios por gramo de virador, según el virador específico empleado. En general, el valor triboeléctrico de los portadores ferríticos disminuye a medida que aumenta la cantidad de óxido de hierro presente. Aumentando el contenido de hierro por encima de la cantidad estequiométrica de dos moles por mol de metal divalente y calcinando a temperaturas superiores a 1200°C, se induce la formación de hierro divalente. La presencia de hierro divalente y trivalente produce un aumento de la conductividad eléctrica de los materiales ferríticos. Así, la cantidad de hierro divalente formado y la conductividad de la ferrita y el fondo resultante de la imagen latente electrostática revelada deseado pueden ser controlados dentro de amplios límites. Por lo tanto, un material portador ferrítico con una gran conductividad eléctrica generalmente proporciona una imagen latente electrostática revelada con poco fondo.

20 Generalmente, la capacidad para retener magnéticamente un material portador ferrítico del tipo de ferrita de níquel-cinc en una configuración de cepillo magnético disminuye a medida que disminuye la relación de níquel a cinc en la composición. En las diversas condiciones de calcinación, se observa una pérdida significativa de la permeabilidad magnética a relaciones de níquel a cinc inferiores a 0,3 aproximadamente. En las evaluaciones en máquina electrostatográfica se ha encontrado que los materiales portadores de ferrita de níquel-cinc proporcionan una respuesta electrostatográfica óptima cuando hay presente una relación molar de níquel a cinc de aproximadamen-

1 te 0,3 o mayor en las formulaciones de ferrita. Además, las
ferritas representadas por la fórmula $M_1M_2Fe_xO_4$ preparadas
de acuerdo con el procedimiento de esta invención, presentan
5 propiedades electrostatográficas satisfactorias, cuando se em-
plean como portadores para reveladores electrostatográficos,
cuando M_1 y M_2 constituyen entre 0,1 y 0,9 moles aproxima-
mente de óxido metálico, tales como los descritos anteriormen-
te y M_1 y M_2 totalizan 1,0 y x está comprendido aproximadamen-
te entre 1,4 y 4,0 moles de hierro. Todos los portadores fe-
10 rríticos presentan una permeabilidad magnética adecuada para
la operación del cepillo magnético cuando se sinterizan duran-
te unos 5 minutos a unas 5 horas, a temperaturas comprendidas
entre 900° y 1600° C aproximadamente.

15 De acuerdo con el procedimiento de esta invención, es
posible formar perlas esféricas secadas por atomización de óxi-
dos metálicos, esencialmente exentas de huecos, atomizando y
secando una suspensión de óxidos metálicos de partida sin adi-
ción de un material ligante. Por lo tanto, este procedimiento
evita el requisito convencional de mezclar un material ligante,
20 tal como una resina artificial, con una suspensión de óxidos
metálicos con objeto de formar perlas de óxidos metálicos exen-
tas de huecos, de superficie continua y que retienen su forma
de partículas y su integridad después de secar por atomización
y sinterizar para convertirlas en ferritas. Además, este proce-
25 dimiento evita la operación de prensar o compactar las mezclas
de óxidos metálicos antes de la sinterización. Además, pueden
emplearse temperaturas de calcinación comprendidas aproxima-
damente entre 900° C y 1600° C en la sinterización de las perlas
de óxidos metálicos secadas por atomización sin que se produz-
30 ca una aglomeración sustancial de unas perlas con otras ya que

1 no se emplea material ligante. Este procedimiento también per-
mite el almacenamiento de las perlas de óxidos metálicos se-
cadas por atomización antes de su sinterización sin que se
5 produzcan problemas de apelmazamiento, fractura de perlas o
pérdida significativa de propiedades físicas, químicas y me-
cánicas. Además, se evita sustancialmente la adherencia de
las perlas a las superficies del equipo de sinterización.
Asimismo, se ha encontrado que los materiales ferríticos pro-
ducidos de acuerdo con este procedimiento poseen una mayor
10 uniformidad de tamaños de partícula y de distribución de tama-
ños de partícula. La uniformidad de tamaños de partícula que
puede obtenerse por el procedimiento de esta invención ha re-
sultado dar lugar a materiales portadores ferríticos que po-
sean propiedades que son extraordinariamente interesantes
15 cuando se emplean en procesos de revelado electrostatográfico.
Este procedimiento proporciona además eficacia económica y
sencillez en la producción de materiales ferríticos, evita
los problemas de aglomeración y obturación en el equipo de pro-
cesado comunes a los métodos convencionales de preparación de
20 materiales ferríticos, elimina las restricciones impuestas so-
bre los métodos convencionales de preparación de materiales
ferríticos, es capaz de producir materiales ferríticos de un
tamaño de partícula extraordinariamente pequeño y materiales
ferríticos del tamaño deseado y es especialmente ventajoso en
25 la preparación de materiales ferríticos cuyo tamaño oscila
entre 50 y 500 micras aproximadamente. Finalmente, este proce-
dimiento puede ser empleado para formar materiales ferríticos
de diversas composiciones y características.

30 DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Los siguientes ejemplos definen, describen y comparan me-

1 jor diversos métodos ilustrativos de preparación de materia-
les ferríticos de acuerdo con el procedimiento de esta invención. Las partes y porcentajes son en peso salvo indicación en
5 contrario. Los ejemplos, salvo los ejemplos de control, se des-
tinan solamente a ilustrar las diversas realizaciones preferidas de esta invención.

 En los ejemplos que siguen, la unidad empleada para
secar por atomización es un secadero por atomización de laboratorio, del tipo de torre, de Bowen, manufacturado por Bowen
10 Engineering Incorporated, North Branch, New Jersey. Esta unidad tiene una cámara colectora en la base y un solo colector
de ciclón. Esta cámara colectora tiene un diámetro de 30"
(76,2 cm) y la altura vertical de la cámara es de 6 pies
(183 cm). La atomización por boquilla se dirige hacia arriba
15 con una altura máxima vertical de la trayectoria de la partícula de unos 8 pies (244 cm). El aire entrante se calienta que-
mando gas directamente.

EJEMPLO 1

20 Utilizando un dispersador de gran velocidad, se prepara una suspensión de alimentación de óxidos metálicos pulverizados y agua, que comprende alrededor de 100 libras (45,4 kg)
de aproximadamente 62,6 % de óxido de hierro férrico con un tamaño de partícula de 0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido
25 de cinc con un tamaño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8 % de óxido de níquel con un tamaño de partícula de
unas 10 micras y alrededor de 43,2 libras (19,6 kg) de agua.
A la suspensión de óxido se añade alrededor del 0,825 % en peso, calculado sobre el peso de los sólidos, de Darvan 7 (sal
30 sódica de un ácido polimetacrílico que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Company). La suspensión mezclada contiene alre-

1 de un ácido polimetacrílico que se puede adquirir a la R.T.
Vanderbilt Company). La suspensión mezclada contiene alrede-
dor del 65 % en peso de sólidos. La suspensión se tamiza uti-
lizando tamices de 80 mallas. Se encuentra que la suspensión
5 tiene una viscosidad de unos 131.000 centipoises a unos 23°C.
Después esta suspensión se alimenta a un secadero por atomi-
zación a un caudal comprendido aproximadamente entre 45 y 55
libras (20,4 y 24,9 kg) por hora, una temperatura de entrada
del aire de secado de unos 490-500°F (254-260°C) y una tempe-
10 ratura de salida de unos 310-330°F (154-165°C). El tipo de
atomizador es una boquilla a presión para un solo fluido y
la fuerza de atomización es alrededor de 160 psig (11,2 kg/
cm² manométricos) proporcionada moviendo la bomba. Se obtie-
nen unas perlas de óxidos metálicos secadas por atomización
15 de unas 100 micras, de forma esférica. Las superficies del se-
cadero están secas. Las perlas recogidas en la cámara del se-
cadero son un polvo fluido y seco y se encuentra que su inte-
rior está exento de huecos y presentan superficies continuas
como se describe en los gráficos B y C respectivamente.

20

EJEMPLO 3

Empleando un dispersador de gran velocidad, se prepara
una suspensión de alimentación de óxidos metálicos pulveri-
zados y agua que comprende alrededor de 9600 g de aproximada-
mente 62,6 % de óxido de hierro férrico con un tamaño de par-
tícula de unas 0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido de
25 cinc con un tamaño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor
de 10,8 % de óxido de níquel con un tamaño de partícula de
unas 10 micras y alrededor de 2850 g de agua. Se añade a la
suspensión de óxidos alrededor de 0,33 % en peso, calculado
30 sobre el peso de los sólidos, de Darvan 7 (la sal sódica de ur

1 ácido polimetacrílico que se puede adquirir a la R.T. Vander-
bilt Co.). La suspensión mezclada tiene alrededor del 65 %
5 en peso de sólidos. La suspensión se tamiza empleando tami-
ces de 80 mallas. Se encuentra que la suspensión tiene una
viscosidad de unos 17.000 centipoises a unos 23°C. Después
esta suspensión se introduce en el secadero por atomización a
un caudal comprendido aproximadamente entre 45 y 55 libras
(20,4 y 24,9 kg) por hora, una temperatura de entrada del aire
de secado de unos 500°F (260°C) y una temperatura de salida
10 de unos 310-330°F (154-165°C). El tipo de atomizador es una
boquilla a presión de un solo fluido y la fuerza de atomiza-
ción es alrededor de 125 psig (8,8 kg/cm² manométricos) propor-
cionada moviendo la bomba. Se obtienen perlas de óxidos metá-
licos secadas por atomización de unas 100 micras. Las superfi-
15 cias del secadero están secas. Las perlas recogidas en la cámara
del secadero son un polvo fluido y seco pero se encuentra
que contienen huecos en el interior de las mismas y sus super-
ficies no son esféricas.

20 EJEMPLO 4

En un dispersador de gran velocidad, se prepara una
suspensión de alimentación de óxidos metálicos pulverizados y
agua que comprende alrededor de 14.000 g de aproximadamente
62,6 % de óxido de hierro férrico con un tamaño de partícula
25 de unas 0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido de cinc con
un tamaño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8 %
de óxido de níquel con un tamaño de partícula de unas 10 mi-
cras y alrededor de 4800 g de agua. Se añade a la suspensión
de óxidos alrededor de 0,28 % en peso, calculado sobre el pe-
30 so de los sólidos, de Darvan 7 (sal sódica de ácido polimeta-
acrílico que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Co.). La

1 suspensión mezclada contiene alrededor de 65 % en peso de sólidos. La suspensión se tamiza empleando tamices de 80 mallas. Se encuentra que la suspensión tiene una viscosidad de unos
5 106.000 centipoises a unos 23°C. Después esta suspensión se introduce en el secadero por atomización a un caudal comprendido aproximadamente entre 45 y 55 libras (20,4 y 24,9 kg) por hora, una temperatura de entrada del aire de secado de unos 500°F (260°C) y una temperatura de salida de unos 310-
10 355°F (154-179°C). El tipo de atomizador es una boquilla a presión de un solo fluido y la fuerza de atomización es alrededor de 175 psig (12,3 kg/cm² manométricos), proporcionada moviendo la bomba. Se obtienen perlas de óxidos metálicos secadas por atomización, de forma esférica, de unas 100 micras. Las superficies del secadero están secas. Las perlas recogidas en la cámara del secadero son un polvo fluido y seco y se encuentra que su interior está exento de huecos y su superficie es continua.

EJEMPLO 5

20 En un dispersador de gran velocidad, se prepara una suspensión de alimentación de óxidos metálicos pulverizados y agua que comprende alrededor de 5700 g de aproximadamente 62,6 % de óxido de hierro férrico con un tamaño de partícula de unas 0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido de cinc con un tamaño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8%
25 de óxido de níquel con un tamaño de partícula de unas 10 micras y alrededor de 1900 g de agua. Se añade a la suspensión de óxidos alrededor de 0,75 % en peso, calculado sobre el peso de los sólidos, de arcilla defloculante n° 5 (la sal amónica de un ácido arilhidroxicarboxílico mixto que contiene
30 una pequeña cantidad de sal sódica de un ácido inorgánico com

1 plejo, que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Co.). La
suspensión mezclada contiene alrededor del 65 % en peso de
sólidos. La suspensión se tamiza empleando tamices de 80 ma-
llas. Se encuentra que la suspensión tiene una viscosidad de
5 unos 66.000 centipoises a unos 23°C. Después esta suspensión
se alimenta al secadero por atomización a un caudal compren-
dido aproximadamente entre 45 y 55 libras (20,4 y 24,9 kg)
por hora, una temperatura de entrada del aire de secado de
unos 500°F (260°C) y una temperatura de salida de unos 310°F
10 (154°C). El tipo de atomizador es una boquilla a presión de
un solo fluido y la fuerza de atomización es alrededor de
150 psig (10,5 kg/cm² manométricos), proporcionada moviendo
la bomba. Se obtienen perlas de óxidos metálicos secadas por
atomización, de forma esférica, de unas 100 micras. Las super-
15 ficiencias del secadero están secas. Las perlas recogidas en la
cámara del secadero son un polvo fluido y seco y se encuentra
que su interior está exento de huecos y su superficie es con-
tinua.

EJEMPLO 6

20 En un molino de bolas, se prepara una suspensión de
alimentación de óxidos metálicos pulverizados y agua que com-
prende alrededor de 21.000 g de aproximadamente 62,6 % de óxi-
do de hierro férrico con un tamaño de partícula de unas 0,5 mi-
25 cras, alrededor de 26,6 % de óxido de cinc con un tamaño de
partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8 % de óxido de
níquel con un tamaño de partícula de unas 10 micras y alrede-
dor de 7.200 g de agua. Se añade a la suspensión de óxidos
alrededor de 0,33 % en peso, calculado sobre el peso de los
30 sólidos, de Darvan 7 (la sal sódica de un ácido polimetacríli-
co que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Co.). La suspen-

1 sión mezclada contiene alrededor de 64 % en peso de sólidos.
La suspensión no requiere tamizado. Se encuentra que la sus-
pensión tiene una viscosidad de unos 46.000 centipoises a
unos 23°C. Esta suspensión se introduce después en el secade-
5 ro por atomización a un caudal comprendido entre unas 45 y
55 libras (20,4 y 24,9 kg) por hora, una temperatura de entra-
da del aire de secado de unos 500°F (260°C) y una temperatura
de salida de unos 260°F (127°C). El tipo de atomizador es una
10 boquilla a presión de un solo fluido y la fuerza de atomiza-
ción es alrededor de 170 psig (11,9 kg/cm²), proporcionada
moviendo la bomba. Se obtienen perlas de óxidos metálicos se-
cadas por atomización, de forma esférica, de unas 100 micras.
Las superficies del secadero están secas. Las perlas recogidas
en la cámara del secadero son un polvo fluido y seco y se en-
15 cuentra que poseen en su interior unos huecos menores que los
obtenidos con las suspensiones de viscosidad más baja.

EJEMPLO 7

20 Empleando un molino de bolas, se prepara una suspen-
sión de alimentación de óxidos metálicos pulverizados y agua
que comprende alrededor de 21.000 g de aproximadamente 62,6 %
de óxido de hierro férrico con un tamaño de partícula de unas
0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido de cinc con un tama-
ño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8 % de
25 óxido de níquel con un tamaño de partícula de unas 10 micras y
alrededor de 7200 g de agua. Se añade a la suspensión de óxi-
dos alrededor de 0,32 % en peso, calculado sobre el peso de los
sólidos, de Darvan 7 (la sal sódica de un ácido polimetacríli-
co que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Co.). La suspen-
sión mezclada contiene alrededor del 65 % en peso de sólidos.
30 La suspensión no requiere tamizado. Se encuentra que la suspen-

1 sión tiene una viscosidad de unos 91.000 centipoises a unos
23°C. Esta suspensión se introduce después en el secadero por
atomización a un caudal comprendido aproximadamente entre 45
5 y 55 libras (20,4 y 24,9 kg) por hora, una temperatura de en-
trada del aire de secado de unos 500°F (260°C) y una tempera-
tura de salida de unos 280-340°F (138-171°C). El tipo de ato-
mizador es una boquilla a presión de un solo fluido y la fuer-
za de atomización es alrededor de 170 psig (11,9 kg/cm² mano-
métricos), proporcionada moviendo la bomba. Se obtienen per-
10 las de óxidos metálicos secadas por atomización, de forma es-
férica, de unas 100 micras. Las superficies del secadero es-
tán secas. Las perlas recogidas en la cámara del secadero son
un polvo fluido y seco y se encuentra que su interior está
exento de huecos y su superficie es continua.

15 EJEMPLO 8

Utilizando un molino de bolas, se prepara una suspen-
sión de alimentación de óxidos metálicos pulverizados y agua
que comprende alrededor de 42.000 g de aproximadamente 62,6 %
de óxido de hierro férrico con un tamaño de partícula de unas
20 0,5 micras, alrededor de 26,6 % de óxido de cinc con un tama-
ño de partícula de unas 0,1 micras, alrededor de 10,8 % de
óxido de níquel con un tamaño de partícula de unas 10 micras
y alrededor de 14.500 g de agua. Se añade a la suspensión de
25 óxidos alrededor de 0,32 % en peso, calculado sobre el peso
de los sólidos, de Darvan 7 (la sal sódica de un ácido polime-
tacrílico que se puede adquirir a la R.T. Vanderbilt Co.). La
suspensión mezclada contiene alrededor del 65 % en peso de
sólidos. La suspensión no requiere tamizado. Se encuentra que
30 la suspensión tiene una viscosidad de unos 80.000 centipoises
a unos 23°C. Después esta suspensión se introduce en el seca-

1 dero por atomización a un caudal comprendido aproximadamente
entre 45 y 55 libras (20,4 y 24,9 kg) por hora, una tempera-
tura de entrada del aire de secado de unos 500°F (260°C) y
5 una temperatura de salida de unos 310-330°F (154-165°C). El
tipo de atomizador es una boquilla a presión de un solo flui-
do y la fuerza de atomización es alrededor de 150 psig
(10,5 kg/cm² manométricos), proporcionada moviendo la bomba.
Se obtienen perlas de óxidos metálicos secadas por atomiza-
ción, de forma esférica y unas 100 micras. Las superficies del
10 secadero están secas. Las perlas recogidas en la cámara del
secadero son un polvo fluido seco y se encuentra que su inte-
rior está exento de huecos y su superficie es continua.

EJEMPLO 9

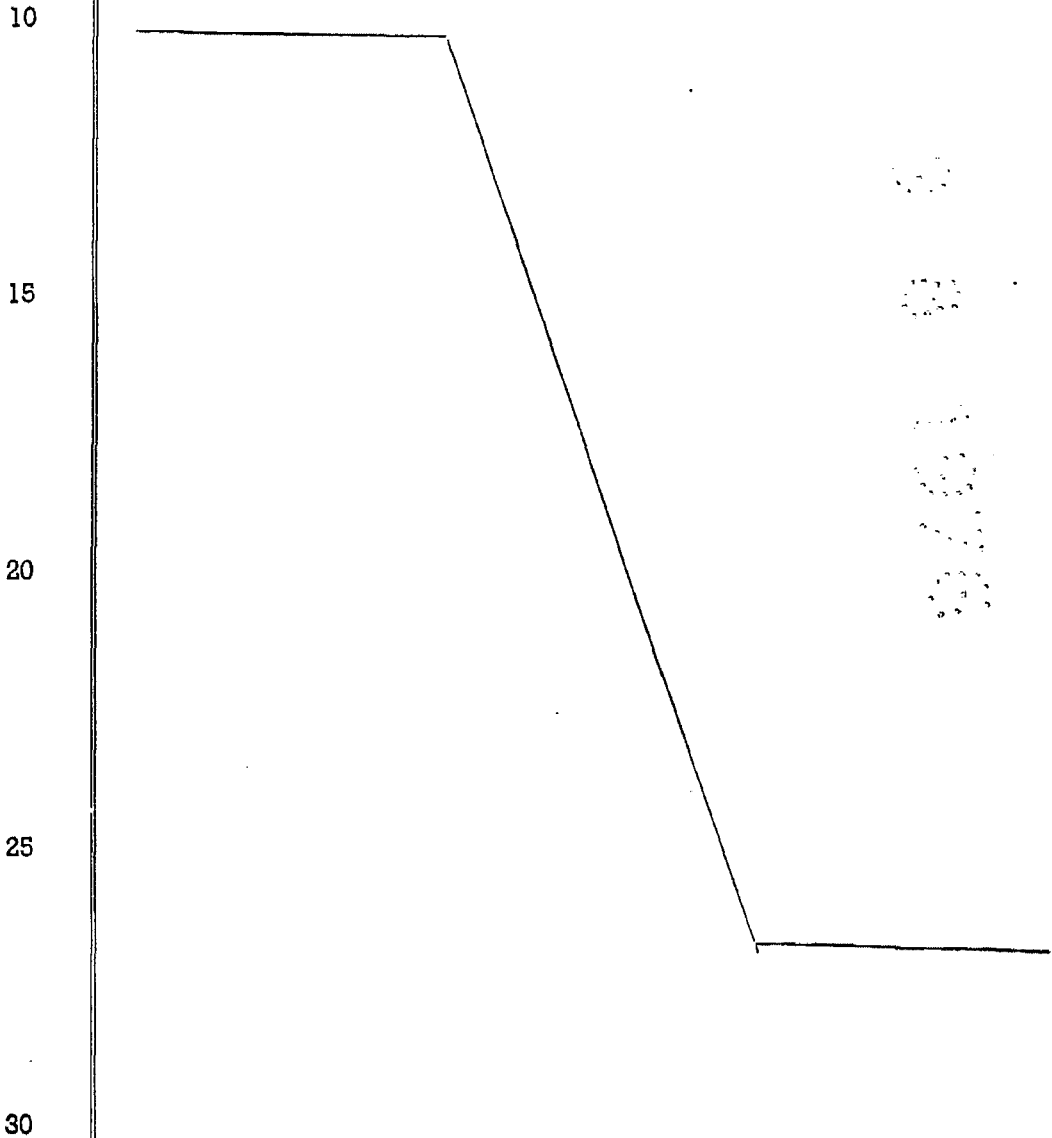
15 Unas perlas de óxidos metálicos secadas por atomiza-
ción, preparadas de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo
8, se colocan en un horno estático de calefacción eléctrica
directa. Con las perlas de óxidos metálicos se incluye alre-
dedor de 1 libra (0,454 kg) por libra (0,454 kg) de las per-
20 las de óxido metálico de partículas de óxido de aluminio con
un diámetro de 600 micras aproximadamente. La sinterización
de las perlas de óxido se realiza a una temperatura de unos
1300°C durante unas 2 horas. Después de enfriar, se examinan
las perlas sinterizadas de óxidos metálicos y se encuentra que
25 su interior está exento de huecos y su superficie es continua.

30 Aunque se han indicado materiales y condiciones espe-
cíficos en los procedimientos ilustrativos anteriores de fa-
bricación de materiales ferríticos por el procedimiento de es-
ta invención, estos se dan únicamente a título ilustrativo de
esta invención. Hay otros materiales ferríticos, disolventes,
sustituyentes y procesos similares a los descritos anteriormen

1 te que pueden emplearse en lugar de aquéllos en los ejemplos
con resultados similares.

5 Otras modificaciones de esta invención les resulta-
rán evidentes a los expertos en la técnica después de la lec-
tura de esta memoria. Se pretende que estas modificaciones
estén incluidas dentro de los límites de la invención.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes :



1

5

10



GRAFICO A

15

20

25

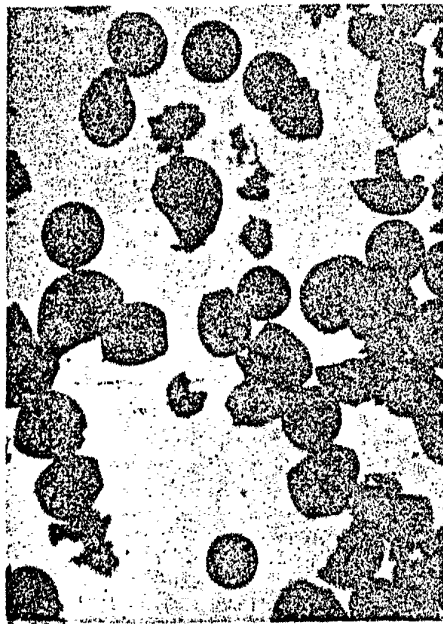


GRAFICO B

30

1
5
10
15
20
25
30

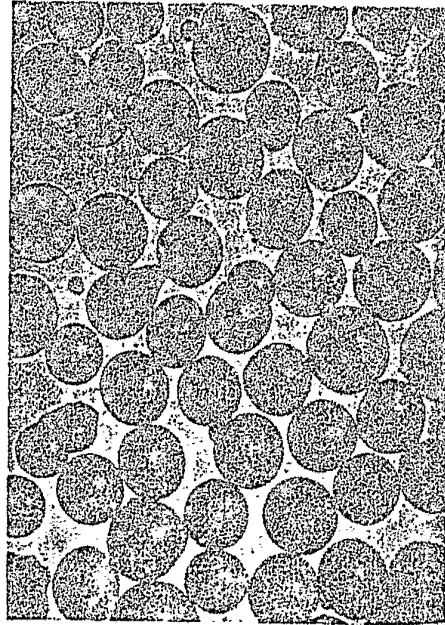
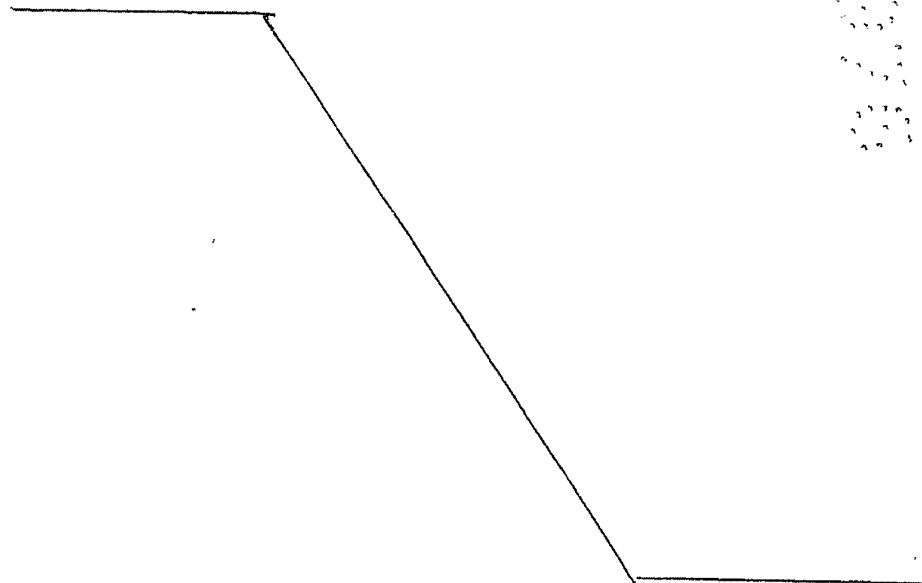


GRAFICO C



REIVINDICACIONES

1
5
10
15
20
25
30

1. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, que consiste en preparar una suspensión de óxidos metálicos formadores de ferrita en un líquido, donde dicha suspensión tiene una viscosidad a unos 23°C comprendida aproximadamente entre 55.000 y 140.000 centipoises, secar por atomización dicha suspensión de óxidos metálicos para formar perlas de óxidos metálicos esencialmente esféricas y sinterizar dichas perlas de óxidos metálicos esencialmente esféricas para formar partículas de ferrita que son de forma esencialmente esférica, de superficie continua y están exentas de huecos interiores.

2. Un procedimiento para la fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 1, que incluye la adición de un defloculante a dicha suspensión de dichos óxidos metálicos formadores de ferrita antes del secado por atomización de la citada suspensión.

3. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 2, donde el defloculante se agrega a la suspensión de óxidos metálicos formadores de ferrita a una concentración comprendida aproximadamente entre 0,01 y 2.0% en peso, calculado sobre el peso de dichos óxidos metálicos.

4. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 3, donde dicho defloculante esté constituido por la sal sódica de un ácido polimetacrílico.

1 5. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, donde se añade una mezcla seca de óxi-
dos metálicos formadores de ferrita a dicho líquido en la
5 preparación de la suspensión citada.

6. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la
Reivindicación 1, que incluye la operación de tamizar dicha
suspensión de óxidos metálicos formadores de ferrita antes
10 del secado por atomización de la suspensión.

7. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la
Reivindicación 1, donde dicha suspensión de óxidos metálicos
formadores de ferrita tiene un contenido en sólidos compres-
15 didos aproximadamente entre 40 y 80 %, calculado sobre el
peso total de dicha suspensión.

8. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la
Reivindicación 1, donde dichas partículas de ferrita tienen
20 un tamaño medio de partícula comprendido aproximadamente en-
tre 50 y 500 micras.

9. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, donde dicha suspensión de óxidos metá-
licos formadores de ferrita es suspendida en una corriente
de gas caliente hasta que dicho líquido es separado de la
suspensión.
25

10. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la
30



1 Reivindicación 1, que incluye la operación de añadir un ingrediente promotor de la fluidez a dichas perlas de óxidos metálicos antes de sinterizarlas.

5 11. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 10, donde dicho ingrediente promotor de la fluidez tiene un tamaño mayor que el de dichas perlas de óxidos metálicos.

10 12. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 10, donde dicho ingrediente promotor de la fluidez es agregado a las perlas de óxidos metálicos en cantidad suficiente para reducir al mínimo o evitar la aglomeración de unas perlas con otras y la adherencia de las perlas a las paredes del horno durante la sinterización de dichas perlas de óxidos metálicos.

15 13. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 1, que incluye la operación de pre-sinterizar dichas perlas de óxidos metálicos formadores de ferrita a una temperatura comprendida aproximadamente entre 900 y 1300°C. durante unos 10 a unos 25 minutos.

20 14. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 1, que comprende la operación de sinterizar dichas perlas de óxidos metálicos formadores de ferrita a una temperatura comprendida aproximadamente entre 900 y 1600°C, durante unos 5 minutos a unas 5 horas.

25 15. Un procedimiento de fabricación de partículas de
30

1 ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, que comprende la operación de sinteri-
zar dichas perlas de óxidos metálicos formadores de ferrita
5 a una temperatura comprendida aproximadamente entre 1150 y
1500°C, durante unos 10 a unos 180 minutos.

16. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, que comprende la operación de sinteri-
zar dichas perlas de óxidos metálicos formadores de ferrita
10 a una temperatura comprendida aproximadamente entre 1200 y
1300°C, durante unos 60 a unos 180 minutos.

17. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, que comprende la operación de sinteri-
zar dichas perlas de óxidos metálicos formadores de ferrita
15 en una atmósfera que contiene alrededor de 1 a 8 % en volu-
men de oxígeno.

18. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
20 la Reivindicación 1, que comprende la operación de enfriar
dichas perlas de ferrita durante unas 12 a 15 horas.

19. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 1, donde dichas perlas de ferrita están
25 constituidas por ferrita de níquel-cinc.

20. Un procedimiento de fabricación de partículas de
ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según
la Reivindicación 19, donde dicha ferrita de níquel-cinc pre-
senta una relación molar de níquel a cinc de aproximadamente


30

1 0,3 como mínimo.

5 21. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 19, donde dicha ferrita de níquel-cinc comprende entre alrededor de 0,1 y 0,9 moles de níquel, alrededor de 0,1 a 0,9 moles de cinc y alrededor de 1,4 a 4,0 moles de hierro.

10 22. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 1, donde dichas perlas de ferrita están constituidas por ferrita de manganeso-cinc.

15 23. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos según la Reivindicación 22, donde dicha ferrita de manganeso-cinc comprende entre alrededor de 0,1 y 0,9 moles de manganeso, alrededor de 0,1 y 0,9 moles de cinc y alrededor de 1,4 y 4,0 moles de hierro.

20 24. Un procedimiento de fabricación de partículas de ferrita esencialmente esféricas, exentas de huecos, según la Reivindicación 1, donde dicha suspensión de óxidos metálicos formadores de ferrita está esencialmente exenta de material ligante.

25 25. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PARTICULAS DE FERRITA ESENCIALMENTE ESFERICAS, EXENTAS DE HUECOS.


30

