

440942

24 SET. 1975

P.- 61.076

PHN 7738

Spain

HK/MC

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. H01F

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA
por VEINTE años

A nombre de N.V. PHILIPS'GLOEILAMPENFABRIEKEN

entidad holandesa

establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda

por: "UN METODO DE FABRICAR UN CUERPO MAGNETIZABLE PERMANENTE
SINTERIZADO"

CONCEDIDA

19 NOV. 1976

18-9-75

- 1 -

POOR
QUALITY

El invento se refiere a un método para fabricar un cuerpo magnetizable permanente sinterizado, que consiste esencialmente en una ferrita de fórmula $MeO,6 Fe_2O_3$, en la que Me es al menos uno de los metales bario, estroncio y plomo, alimentándose una suspensión de la ferrita en polvo en un líquido, a una o más matrices de una prensa, formándose a continuación un producto comprimido al tiempo que se retira el líquido y siendo sinterizado luego el producto comprimido.

El material de partida en este método es ferrita en polvo que esencialmente tiene la composición $MeO,6 Fe_2O_3$, en la que Me es al menos uno de los metales bario, estroncio y plomo. Dicha ferrita en polvo se obtiene por precalcificación de una mezcla de la composición de óxidos MeO y Fe_2O_3 , o de compuestos que al calentarse se convierten en dichos óxidos. La mezcla comprende usualmente un pequeño exceso de MeO debido a que ha probado tener una influencia favorable sobre las propiedades de sinterización, con cuyo propósito pueden también utilizarse algunas adiciones. La mezcla pulverizada precalcificada es a continuación molida en presencia de un líquido, usualmente agua. Dicha molienda es usualmente realizada en un molino de bolas.

Las propiedades del cuerpo magnetizable permanente sinterizado dependen también del modo en que ha sido fabricado. Por ejemplo, la remanencia del iman permanente ob-

tenido despues de magnetización es función de la densidad del cuerpo sinterizado, a saber, la remanencia es mayor cuando la densidad es mayor. La fuerza coercitiva del imán permanente es función del tamaño de las partículas del cuerpo sinterizado, a saber, la fuerza coercitiva es mayor cuando el tamaño de partículas es mayor. El tamaño de las partículas del cuerpo sinterizado viene determinado en primer término por la temperatura y duración de sinterización. Por ello, debe asegurarse exactamente durante la sinterización que no durará tanto tiempo y/o que no tendrá lugar a una temperatura tan alta que se obtenga un cuerpo sinterizado con un tamaño de partícula que dé como resultado un valor demasiado bajo de la fuerza coercitiva.

Se ha encontrado que en el procedimiento de filtrado por presión, que es la parte del metodo en que se forma un producto comprimido en la prensa partiendo de la matriz llena con la suspensión y mientras se retira el líquido, pueden distinguirse dos etapas sucesivas. En primer término tiene lugar la formación de una torta de filtro. A continuación ocurre un aumento de la densidad de la torta de filtro formada. El valor medio de la presión debe ser elegido de modo que la presión al final de la primera etapa este aún ampliamente por debajo de la presión que la prensa puede proporcionar como máximo, ya que de hecho la densidad de la torta de filtro formada ha de aumentar aún. Si se desea hacer un

uso más económico del aparato de compresión usualmente costoso, y reducir de este modo el precio de coste de los cuerpos magnetizables permanentes, se está restringido a dicho límite cuando el tiempo de compresión es reducido por un aumento de la presión de la prensa.

De acuerdo con el invento se ha encontrado ahora que es posible reducir la duración de la operación de formación de la torta por un tratamiento particular de la suspensión de la ferrita en polvo. De acuerdo con el invento, se añade un ácido a la suspensión de la ferrita en polvo en líquido, antes de que sea alimentada a una o más matrices de la prensa. Se disuelven toda clase de pequeñas partículas, por ejemplo pequeñas partículas de la ferrita, pequeñas partículas de una segunda fase formada durante la precalcificación de la mezcla de los óxidos compuestos, y pequeñas partículas de hierro originadas del aparato de molienda.

Cuanto más largo es el tratamiento con óxido utilizado o más fuerte es el grado de acidez durante el tratamiento, mayor será la parte que se disuelve de las partículas presentes en la suspensión. Desde luego no es recomendable disolver una gran parte de la ferrita, debido a que en ese caso puede fabricarse solamente un menor número de cuerpos magnetizables permanentes. Además se ha encontrado que a partir de un cierto punto, un tratamiento adicional con ácido no tiene influencia ya sobre la velocidad de formación de

la torta de filtro.

Cuando debido a la adición de ácido se, disuelve hasta aproximadamente un 10% en peso de sólido, se obtienen buenos resultados si la suspensión es lavada con agua después del tratamiento con ácido. Por ello, la suspensión después del tratamiento con un ácido es llevada en particular a un pH de 2 ó superior a 10 lavando con agua.

Cuando las partículas de ferrita resultan más pequeñas como consecuencia del tratamiento con ácido, la fuerza coercitiva del polvo aumenta. Como ya se ha observado anteriormente, sin embargo, esto no es decisivo para la fuerza coercitiva de un imán sinterizado. Además se ha encontrado que un tratamiento con ácido que sea tan ligero que la fuerza coercitiva del polvo permanezca sustancialmente invariable, produce un aumento muy favorable de la permeabilidad a los líquidos sobre la torta del filtro. El tiempo de compresión, de nominado formación de la torta de filtro, es inversamente proporcional a la permeabilidad a los líquidos de la torta de filtro.

Durante la fabricación de un cuerpo magnetizable permanente anisotrópico sinterizado, se aplica un campo magnético durante la formación del producto comprimido.

EJEMPLO:

Se formó una ferrita con una composición $SrO.nFe_2O_3$, en la que n es aproximadamente 5,8, precalcinando

una mezcla de SrCO_3 y Fe_2O_3 principalmente. El producto comprendía contaminantes y adiciones, tales como SiO_2 , hasta aproximadamente un 2% en peso. De este producto se preparo una suspensión moliendo en un molino de bolas con agua hasta un tamaño de partículas con un número de Fischer de 1,59 μm .

Una parte de dicha suspensión se sometió a un tratamiento con ácido, a saber con HCl 1N a 75°C con una relación polvo-líquido de 0,2 kilos/litro después de lo cual se tomaron muestras de la suspensión en instantes diferentes. Otra parte de la suspensión fue sometida a un tratamiento con ácido con HCl 3N a 75°C con una relación polvo-líquido de 0,4 kilos/litro, después de lo cual se tomaron muestras de la suspensión en diferentes momentos. Cada muestra se lavo con agua hasta un pH de 1 a 1,5. De esta manera se dispuso de un número de suspensiones que habían sido sometidas a diferentes tratamientos con ácido. Para comparación, además, se tomó una parte sin tratar de la suspensión original.

De todas las suspensiones, se midió la permeabilidad p a los líquidos que viene dada de acuerdo con la ecuación de Darcy:

$$v = p \frac{1}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{L}$$

en la que v es la velocidad del líquido con relación al diámetro del recipiente de filtrado, η es la viscosidad del lí

quido, ΔP la caída de presión sobre las partículas apiladas y L la altura del apilamiento de partículas. La permeabilidad a los líquidos μ ha sido medida en tortas de filtrados (diámetro 40 mm, altura aproximadamente 13 mm.) con una porosidad de aproximadamente 50% en volumen, en la que ha sido aplicado un campo magnético de 6.000 Oersted en ángulo recto a la dirección de compresión. La primera columna de la tabla indica la cantidad de material disuelto en % en peso. La segunda columna indica la permeabilidad a los líquidos $\mu \times 10^{10}$ expresada en m^2 . Se ha medido la fuerza coercitiva de cierto número de polvos que está indicada en la tercera columna y expresada en Oersteds.

Después de haberse disuelto el 6,8% en peso de material, la fuerza coercitiva del polvo es aún de 1.560 Oersted, invariada, mientras que la permeabilidad a los líquidos ha aumentado desde 1,30 a 1,59. Es evidente además por la tabla que al disolverse hasta aproximadamente el 10% en peso de material, se ha obtenido ya una considerable mejora de la permeabilidad a los líquidos. Se ha disuelto 1,5% en peso de material después de 2 minutos y medio de tratamiento con ácido 1N, mientras que se ha disuelto el 9,8% en peso de material después de diez minutos del tratamiento con ácido 3N.

TABLA

	cantidad de material disuelto en % en peso	$\rho \times 10^{10}$ m ²	Fuerza coercitiva Oersteds
5	0	1,30	1560
	1,5	1,42	
	2,5	1,45	
	6,8	1,59	1560
	9,8	1,69	1700
10	17,3	1,86	1900
	24,3	1,86	

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 17 de Septiembre de 1974, bajo el Nº 74 12288, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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

25 1ª.- Un método de fabricar un cuerpo magnetizable permanente sinterizado que consiste esencialmente en una

ferrita de fórmula $Me_{0,6}Fe_2O_3$, en la que Me es al menos uno de los metales bario, estroncio y plomo, siendo alimentada una suspensión de la ferrita en polvo en líquido a una o más matrices de una prensa, formándose a continuación un producto comprimido mientras se retira el líquido y siendo sinterizado luego el producto comprimido, caracterizado porque se añade un ácido a la suspensión de la ferrita en polvo en líquido antes de que sea alimentada a una o más matrices de la prensa.

2ª.- Un método según se ha reivindicado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque después del tratamiento con un ácido, la suspensión es llevada a un pH de 2 o superior a 10 lavando con agua.

3ª.- Un método de fabricar un cuerpo magnetizable permanente sinterizado.

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

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 SET. 1975

P.A.

Alberto de Maza
Per Fada

18-9-75

MCI