

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

75 316

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 80b, 8/092

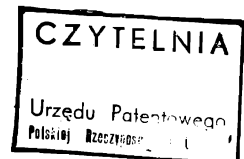
Zgłoszono: 31.03.1972 (P. 154444)

Pierwszeństwo: _____

MKP C04b 35/26

Zgłoszenie ogłoszono: 31.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 10.02.1975



Twórcy wynalazku: Sławomir Gąsiorek, Andrzej Leśniewski, Joletta Pawlica
Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakład Materiałów Magnetycznych „Polfer”,
Warszawa (Polska)

Sposób obniżania zawartości plastyfikatorów przy granulowaniu mas ferrytowych w suszarkach rozpyłowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób obniżania zawartości plastyfikatorów przy granulowaniu mas ferrytowych w suszarkach rozpyłowych.

Znane metody przygotowania mas ferrytowych do formowania metodą prasowania z granulatów tych proszków, polegają – w przypadku stosowania jako urządzenia granulującego suszarek rozpyłowych – na wprowadzeniu do wodnych zawiesin proszków ferrytowych plastyfikatora, który składa się z polialkoholu winylowego jako substancji wiążącej, substancji powierzchniowo-czynnych, substancji poślizgowych i substancji pianogaszących i na podaniu tej ciągle mieszanej zawiesiny do urządzenia granulującego, gdzie zawiesina ta zostaje odwodniona i zgranulowana. Produktem końcowym tej operacji są granulki proszku ferrytowego o kształcie zbliżonym do kulistego, zawierające pełną ilość, wprowadzonych do zawiesiny wodnej plastyfikatorów i wykazujące pewną zawartość wilgotności. Otrzymany w ten sposób granulat winien wykazywać się dobrymi właściwościami prasowniczymi, dużym współczynnikiem poślizgu proszku prasowniczego względem matrycy prasowniczej, odpowiednią sypkością, małą zawartością pyłu lub granulatu o za małej średnicy (ϕ_{gr} winno być $\geq 160 \mu m$). Kształtki prasowane z takiego granulatu winny wykazywać odpowiednio wysoką wartość gęstości pozornej oraz dużą wytrzymałość na ściskanie, wykruszanie i inne narażenia mechaniczne. Wymagania te powodowały, że ilość wprowadzonych plastyfikatorów, których głównym składnikiem jest polialkohol winylowy, musiała być stosunkowo duża i w dotychczasowych rozwiązaniach wahała się od 2,0 do 3% wagowych plastyfikatora w stosunku do suchej masy ferrytowej. Tak wysoka zawartość plastyfikatorów (które są substancjami organicznymi) w proszku prasowniczym powodowała, że w przypadku kształtek grubościennych – takich jak rdzenie transformatorowe wysokiego napięcia i dzielonego pierścienia cewek odchylających odbiorników telewizyjnych i rdzenie typu E – dla całkowitego usunięcia (wypalenia) plastyfikatora, bez pozostałości w rdzeniach koloidalnych cząstek węgla, należało proces wypalania plastyfikatora zachodzący w 300–600°C przed ostatecznym spiekaniem rdzeni w temperaturach 1100–1400°C, prowadzić bardzo długo, z wolnym podnoszeniem temperatury albo przeprowadzać ten proces w osobnych urządzeniach. W pierwszym przypadku powodowało to znaczne zmniejszenie wydajności urządzeń do syntezy, jakimi są piece tunelowe, w drugim przypadku

powodowało konieczność instalowania nowych urządzeń, np. pomocnicze piece tunelowe a w obu przypadkach prowadzono do znacznego podrożenia procesu wytwarzania i pogorszenia efektów ekonomicznych produkcji. Celem wyanalizacji jest opracowanie metody granulowania rozpyłowego mas ferrytowych ze zmniejszoną do minimum zawartością plastyfikatora, przy zachowaniu parametrów użytkowych proszku prasowniczego na niezmienionym, dobrym poziomie.

Cel ten został osiągnięty przez wprowadzenie do zawiesziny wodnej proszków ferrytowych w ilości 0,02–0,20% wagowych w stosunku do suchego proszku ferrytowego metylohydroxyetyloceluozu, (znanego pod nazwą handlową „Tyloza MH–300”) zamiast ośmiokrotnie większej ilości alkoholu poliwinylowego, tak, że sumaryczna ilość plastyfikatora nie przekracza 1,5% wagowych w stosunku do suchej masy ferrytowej, zgranulowanego znanymi sposobami tak przygotowanej zawiesziny wodnej proszku ferrytowego, prasowaniu z granulatorem użytkowego żądanych kształtek grubościennych. Kształtiki te po wysuszeniu są spiekane w temperaturach do tychczas stosowanych, przy czym czas ich spiekania jest skrócony o około 30% — w tym samym stosunku wzrosła też wydajność urządzeń spiekalniczych i zostały znacznie obniżone koszty wytwarzania. Zalety wytwarzania zgranulowanego proszku prasowniczego o obniżonej zawartości plastyfikatora sposobem według wynalazku, najlepiej obrazuje poniższy przykład.

Przykład. Partię wielkości 3500 kg, sferytyzowanej i przemielonej w młynach kulowych, typu Attritor, z ferrytu manganowo-cynkowego rozdzielono na dwie części, po 1750 kg każda. Masę tą wprowadzono do 2 zbiorników mieszadłowych i uzupełniono wodą do wymaganej przepisem technologicznym ilości. Do zbiornika I wprowadzono wstępnie plastyfikator w proporcji i ilości wymaganej obowiązującą technologią, do zbiornika II wprowadzono metylohydroxyetyloceluoz w ilości 0,082% wagowych, znacznie zmniejszoną ilość polialkoholu winylowego oraz środki powierzchniowoczysne, pianogaszące w ilości identycznej jak dla zbiornika I — sposobem według wynalazku.

Składy wagowe zawieszin wodnych były więc następujące:

Zbiornik I		Zbiornik II	
proszek ferrytowy	(% wagowe)	70	0,35
polialkohol winylowy	(% wagowe)	1,05	0,35
metylohydroxyetyloceluoz	(% wagowe)	—	0,082
poliglokol etylenowy	(% wagowe)	0,35	0,35
polimetakrylon amonu	(% wagowe)	0,07	0,07
olej metylosilikonowy	(% wagowe)	0,002	0,002
woda dejonizowana	(% wagowe)	reszta	reszta

Sumaryczna zawartość plastyfikatora w przeliczeniu na suchy proszek ferrytowy wynosiła więc:

w przypadku zbiornika I — 2,084% wagowych (reszta proszek ferrytowy)

w przypadku zbiornika II — 1,250% wagowych (reszta proszek ferrytowy)

Zawartość obu zbiorników poddano następnie kolejno procesowi granulowania rozpyłowego, uzyskując w obu przypadkach zawartość wilgoci w zgranulowanych masach równą 0,6% wagowych. Wydajność procesu, jak i własności prasowalnicze obu typu proszków były prawie identyczne — masa wykonana sposobem według wynalazku wykazała jednak około 13% lepszy współczynnik podłożu proszku względem matrycy prasowniczej, a kształtki wyprasowane według obowiązującej technologii wykazywały dla masy wykonanej sposobem według wynalazku około 70% większą gęstość pozorną ($3,1 \text{ g/cm}^3$) i około 5% większą wytrzymałość na ściskanie (132 kg/cm^2). Sprasowane kształtki z obu mas — rdzenie typu 2xU — spiekano następnie w tej samej temperaturze w piecach tunelowych z atmosferą ochronną, stosując w przypadku rdzeni wykonanych z masy ze zbiornika I, szybkość przesuwu i płytką/30 minut, zgodnie z obowiązującą technologią a w przypadku rdzeni z masy ze zbiornika II, wykonanej sposobem według wynalazku, szybkość przesuwu i płytką/20 minut.

Własności spiekanych i przygotowanych do pomiaru rdzeni były następujące:

Rdzenie wykona-
ne z masy ze
zbiornika II
sposobem według
wynalazku
materiał
materiał
materiał

Właściwości
materiał
materiał
materiał

Wytrzymałość na rozrywanie (kg/cm^2)
Przenikalność amplitudowa przy indukcji 200 mT w temp. 23°C (—)
Straty mocy w temperaturze 23°C (mW/cm^3)
Straty mocy w temperaturze 100°C (mW/cm^3)

(mW/cm^3)

Widać stąd, że niezależnie od prawie 35% wzrostu wydajności urządzeń spiekalniczych, parametry rdzeni ze zgranulowanej masy wykonanej sposobem według wynalazku są zdecydowanie lepsze.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób obniżenia zawartości plastyfikatora przy granulowaniu mas ferrytowych w suszarkach rozpyłowych z zawiesiny wodnej proszków ferrytowych w obecności plastyfikatorów, zawierających jako środki wiążące polialkohol winylowy oraz substancje poślizgowe, substancje powierzchniowo czynne i substancje pianogaszące wprowadzane w czasie ciągłego mieszania zawiesiny, znamienny tym, że do plastyfikatora wprowadza się metylohydroxyetylocelulozę w ilości 0,02 do 0,20% wagowych korzystnie 0,125% wagowych w stosunku do suchego proszku ferrytowego, a następnie zawiesinę poddaje się procesowi granulowania w suszarkach rozpyłowych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że sumaryczna ilość wprowadzonego do zawiesiny wodnej proszku ferrytowego, plastyfikatora, zawierającego środki poślizgowe, wiążące, powierzchniowoczynne i pianogaszące i metylohydroxyetylocelulozę, nie przekracza 1,5% wagowych w stosunku do suchego proszku ferrytowego.