

(19)



REPUBLIKA SLOVENIJA
Urad RS za intelektualno lastnino

(10) **SI 20689 A**

(12)

PATENT

(21) Številka prijave: **200000244**

(51) MPK: **C04B 35/20**, C04B 35/634,
H01B 3/12, F16L 59/02

(22) Datum prijave: **09.10.2000**

(45) Datum objave: **30.04.2002**

(72) Izumitelj: **OBERŽAN Martina, 1420 Trbovlje, SI;**
IMPERL Vlasta, 1412 Kisovec, SI

(73) Imetnik: **ETI ELEKTROELEMENT d.d., Obrezija 5, 1411 Izlake, SI**

(74) Zastopnik: **Patentna pisarna d.o.o., Čopova 14 p.p. 1725, 1001 Ljubljana, SI**

(54) **STEATITNI MATERIAL IN POSTOPEK ZA NJEGOVO IZDELAVO**

(57) Opisan je sestavek za steatitni material, ki vsebuje v mas.% glede na maso celotnega sestavka od 68 do 75% mikrokristaliničnega talka, ki vsebuje manj kot 0,6% CaO in manj kot 1% Fe₂O₃; od 10,5 do 12% barijevega karbonata, ki vsebuje več kot 98% BaCO₃; od 7,5 do 9,0% kaolina, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃, manj kot 0,3% K₂O in manj kot 0,1% Na₂O; od 6,0 do 8,0% fino pomletega cirkonijskega silikata, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃ in manj kot 0,3% Na₂O; od 1,5 do 2,5% bentonita, ki vsebuje

manj kot 3% Fe₂O₃, manj kot 2% CaO, manj kot 2% Na₂O in manj kot 2% K₂O; kombinacijo 0,2 do 0,4% srednje polimeriziranega polivinil alkohola in 0,3 do 0,6% visoko polimeriziranega polietilen glikola kot plastifikatorja; in deflokulant, običajen za steatitne suspenzije. Uporaben je za izdelavo steatitnih izdelkov z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi za naprave, kjer se ne smejo pojavljati odvodni tokovi, in kot nadomestek za običajno razpoložljive steatitne materiale.

SI 20689 A

Steatitni material in postopek za njegovo izdelavo

Področje tehnike

Predloženi izum se nanaša na nov steatitni material z nizkimi dielektričnimi izgubami in na postopek za njegovo izdelavo.

Tehnični problem

Obstajala je potreba po steatitnem materialu, ki bi bil zaradi svoje sestave in enostavnega tehnološkega postopka izdelave primernejši za področje visokofrekvenčne elektrotehnike in toplotne tehnike in ne dražji kot običajni nizkoalkalni steatiti, po sintranju pa bi imel prav tako izvrstne mehanske lastnosti kot omenjeni keramični material za enake namene, hkrati pa nižji faktor dielektričnih izgub in nižje odvodne tokove pri povišani temperaturi.

Stanje tehnike

Električna keramika vključuje široko območje sestavkov in struktur. Večina keramičnih materialov se lahko uporablja kot električni izolatorji ali za druge električne namene.

Steatitni sestavki so splošen razred dielektrikov, ki vsebujejo kot glavno sestavino steatit ali talk. Steatit je masiven podmikroskopski agregat talka, ki je zelo cenjen v keramični industriji zaradi svojega nizkega krčenja med žganjem. Steatitni sestavki se na široko uporabljajo za visokofrekvenčne izolatorje zaradi svoje dobre trdnosti, relativno visoke dielektrične konstante in nizkih dielektričnih izgub.

Večina komponent ali surovin za izdelavo steatitnih materialov je naravnega izvora in so zato relativno poceni v primerjavi z dielektričnimi sestavki na osnovi sintetičnih materialov. Steatitni sestavki za visokofrekvenčne izolatorje in električne izolatorje za povišane temperature (izolatorji grelcev, nosilci termostатов, nosilci priključnih

elementov v toplotni tehniki) običajno vključujejo kot komponente za izdelavo naravne surovine, npr. talk, glino, bentonit, in sintetični barijev karbonat. Ker našteje surovine vsebujejo določen delež alkalij, kalcijevega oksida in železovega oksida, imajo steatitni sestavki po sintranju sorazmerno tem vsebnostim višjo vrednost faktorja dielektričnih izgub in manjšo volumsko upornost, izraženo v Ωm , pri povišani temperaturi.

Steatitne izdelke običajno izdelujejo s tehnologijo suhega stiskanja granulata iz sušilno-razpršilnega stolpa. V procesu razprševanja in sušenja na sušilno-razpršilnem stolpu iz suspenzije odpari voda in se oblikujejo granule, katerih velikost je odvisna od lastnosti suspenzije, števila razpršilnih šob in pritiska na šobah. Suspenzije steatitnih sestavkov z bentoniti imajo povečane viskoznosti, zato se običajni plastifikatorji na osnovi srednje in visoko polimeriziranih polivinil alkoholov, dodani v količini več kot 0,4 mas.%, vmešavajo v suspenzijo po končanem mletju v krogličnih mlinih v obliki raztopin. Za vmešavanje raztopin plastifikatorjev se uporabljajo energetske moči intenzivni mešalniki, ker plastifikatorji na osnovi polivinil alkohola, še posebej srednje in visoko polimeriziranega, zgoščujejo suspenzijo. Uvedba plastifikatorja v suspenzijo omogoča izdelavo plastificiranega granulata s povečano trdnostjo in boljšo sipkostjo, kar je potrebno v avtomatiziranih veliko serijskih proizvodnjah stiskanih izdelkov in za izdelavo tistih izdelkov, ki se po stiskanju vrtajo ali stružijo.

Opis rešitve tehničnega problema

Izum rešuje problem selekcije surovin in aditivov, ki se uporabljajo za izdelavo steatita v obliki granul, tako da se z enostavnimi tehnološkimi postopki izdelata plastificiran steatitni granul, iz katerega se s tehnologijo stiskanja, ki mu sledi sintranje v oksidacijski atmosferi pri temperaturi 1220 do 1290°C, izdelajo steatitni izdelki. Material ima po sintranju nizek faktor dielektričnih izgub in nizke odvodne tokove pri povišani temperaturi.

Prvi predmet izuma je sestavek za steatitni material, označen s tem, da vsebuje v mas.% glede na maso celotnega sestavka

od 68 do 75% mikrokristaliničnega talka, ki vsebuje manj kot 0,6% CaO in manj kot 1% Fe₂O₃;

od 10,5 do 12,0% barijevega karbonata, ki vsebuje več kot 98% BaCO₃;

od 7,5 do 9,0% kaolina, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃, manj kot 0,3% K₂O in manj kot 0,1% Na₂O;

od 6,0 do 8,0% fino pomletega cirkonijskega silikata, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃ in manj kot 0,3% Na₂O;

od 1,5 do 2,5% bentonita, ki vsebuje manj kot 3% Fe₂O₃, manj kot 2% CaO, manj kot 2% Na₂O in manj kot 2% K₂O;

kombinacijo 0,2 do 0,4 % srednje polimeriziranega polivinil alkohola in 0,3 do 0,6% visoko polimeriziranega polietilen glikola kot plastifikatorja; in

deflokulant, običajen za steatitne suspenzije.

Vse sestavine so dostopne na tržišču.

Iz zgoraj navedenih sestavin, selekcioniranih v smislu izuma, dobimo v končni sintrani črepinji nizko vsebnost alkalij in železa ter kalcija, hkrati pa povišano vsebnost barija in cirkonija, kar v procesu sintranja tvori steatit z nizkimi dielektričnimi izgubami, vodovpojnostjo 0,0 % in z visokimi mehanskimi trdnostmi.

Drugi predmet izuma je postopek za izdelavo steatitnega granulata, označen s tem, da v mlinu v vodi razpustimo deflokulant, kaolin, bentonit in barijev karbonat, za kratek čas zavrtimo mlin, nato dodamo talk in kombinacijo plastifikatorjev v trdnem stanju v obliki kosmičev in meljemo do suspenzije do pomletve od 0,4 do 1,5 % ostanka na situ 0,063 mm, nato pa suspenzijo razpršilno sušimo, pri čemer nastane granulata.

Za razliko od znanega postopka, kjer se običajni plastifikatorji na osnovi srednje polimeriziranega polivinil alkohola v količini nad 0,3 mas.% vmešavajo v suspenzijo po končanem mletju, in sicer v obliki raztopin, se pri predloženem izumu uporablja navedena kombinacija plastifikatorjev v trdnem stanju v obliki kosmičev. Zato odpade močno naknadno mešanje, ki je sicer potrebno pri znanem postopku. Torej pri postopku v smislu izuma izvedemo mletje in homogenizacijo vseh sestavin samo v eni stopnji. Dodamo pa lahko precej več plastifikatorja, kar je zelo zaželeno, vendar doslej ni bilo ekonomsko upravičeno zaradi kompliciranega vodenja postopka.

Postopek izvedemo tako, da doziramo vse surovine in vodo v mlin, npr. mlin s keramičnimi krogli in keramičnimi oblogami, pred pričetkom mletja. Po končanem mletju suspenzijo prečrpamo v bazen pod sušilno-razpršilnim stolpom in osušimo v granule. Ostanek na situ se določa v keramični tehnologiji po običajnem postopku z izpiranjem z vodo.

Naslednji predmet izuma so steatitni izdelki z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi, označeni s tem, da so pripravljeni iz steatitnega granulata v smislu izuma.

Predmet izuma je tudi postopek za pripravo steatitnih izdelkov z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi, označen s tem, da steatitni granulati v smislu izuma suho stiskamo in nato sintramo v oksidacijski atmosferi pri temperaturi 1220 do 1290°C. Granulati zaradi njihove sestave v smislu izuma torej žgemo pri nižjih temperaturah v primerjavi s stanjem tehnike. Strokovnjaki na tem področju bo na osnovi svojega splošnega znanja določil temperaturo sintranja glede na stisnjeno gostoto.

V naslednji tabeli 1 podajamo nekatere lastnosti tržno razpoložljivega steatita z nizkimi izgubami iz skupine steatitov C 221 (mednarodni standard EN 60 672, Part 3, opredeljuje nizkoalkalne steatite pod oznako C221) v primerjavi s steatitnim materialom v smislu izuma (z oznako NW - 12).

Tabela 1

	Lastnosti	Simbol	Enota	C 221	NW - 12
1	odprta poroznost	p_a	vol. %	0,0	0,0
2	volumska gostota	p_a	Mgm^{-3}	2,7	2,92
3	upogibna trdnost	σ_{ft}	MPa	140	140
4	srednji linearni razteznostni koeficient	α (30°C do 300°C) α (30°C do 600°C) α (30°C do 1000°C)	10^{-6} K^{-1} 10^{-6} K^{-1} 10^{-6} K^{-1}	7 - 9 7 - 9 8 - 10	5,9 6,9 7,9
5	relativna dielektrična konstanta	ϵ_t		6	7,1
6	faktor dielektričnih izgub pri 1 MHz, maksimalno	$\tan \delta_{1M}$	10^{-3}	1,2	0,7
7	Odvodni tokovi (240°C, 1260W)		mA	1,2 - 1,6	0,67 - 0,92

Kot je razvidno iz tabele 1, ima novi material v smislu izuma v primerjavi s tržno razpoložljivim steatitnim materialom enake mehanske lastnosti, nižji razteznostni koeficient in zato večjo odpornost na temperaturne spremembe, nižji faktor dielektričnih izgub in nižje odvodne tokove pri povišani temperaturi.

Nadaljnji predmet izuma je uporaba steatitnih izdelkov z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi za naprave, kjer se ne smejo pojavljati odvodni tokovi, npr. za izolacijo grelcev in gasilnih komor, in kot nadomestek za običajno razpoložljive steatitne materiale.

Izum pojasnjujemo z naslednjimi izvedbenimi primeri, ki pa ga nikakor ne omejujejo.

*Primer 1***Priprava steatitnega granulata**

Uporabljene sestavine, ki vsebujejo naravno vlago: drobljen avstralski talk (1402 kg), velikost zrn 0 do 15 mm, kaolin z nizko vsebnostjo alkalij (184,8 kg), sintetični barijev karbonat (236 kg), cirkonijski silikat 325 mesh (146 kg), bentonit z nizko vsebnostjo alkalij, Ca in Fe (53,9 kg), za steatitne suspenzije običajni deflokulant (28,7 kg), srednje polimeriziran polivinil alkohol (7 kg) in visoko polimeriziran polietilen glikol (9 kg).

V mlin s krogli iz 82% Al_2O_3 doziramo vodo, deflokulant, kaolin, bentonit in barijev karbonat. Mlin zavrtimo za približno 5 minut, nato dodamo talk in plastifikatorja. Vodo doziramo tako da je masno razmerje surovin brez vlage proti vodi 61,5/38,5. Masno razmerje surovin brez vlage proti korundnim krogam je 1/2,1. Meljemo 20 ur oz. do pomletosti pred iztakanjem v bazen: suh ostanek 0,4-0,6% na situ z mrežo 0,063 mm.

Po mletju se suspenzija iztoči v bazen z mešalom preko vibracijskega sita z mrežico 0,350 mm. V bazenu se suspenzija pred razprševanjem stara ob počasnem mešanju najmanj en dan, konkretno 2 dni. Suspenzija se osuši v granule pod 0,630 mm po običajnem postopku v sušilno-razpršilnem stolpu. Delež granul pod 0,1 mm je manjši od 0,5%. Vlaga granulata po razprševanju je pod 2%.

V naslednji tabeli 2 je podana tipična kemijska sestava (oksidi v %) surovin na osnovi ICP (inductive coupled plasma) analize.

Tabela 2

Suro- vina	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	BaO	ZrO ₂	LOI*
1) avstra- lski talk	59,03	0,99	0,78	32,03	0,47	0,08	0,10	0,03			6,4
2) kaol- in	55,31	29,74	0,3	0,18	0,2	0,01	0,17	0,16			13,4
3) bari- jev kar- bonat Solvay									76,14		21,9
4) cirko- njev silikat 325 mesh	30,38	1,27	0,2		0,17	0,19	0,06	0,10		66,01	0,7
5) ben- tonit	56,7	22,92	2,33	2,54	1,75	1,60	1,10	0,22			10,4

*LOI = žaroizguba

V tabeli 3 je podana tipična kemijska sestava steatitnega granulata v smislu izuma za suho stiskanje, izdelanega iz sestavin v smislu izuma, po ICP analizi.

Tabela 3

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	BaO	ZrO ₂	LOI
granulat	52,26	3,87	0,64	21,19	0,36	0,14	0,07	0,07	8,09	3,85	9,4

*Primer 2***Priprava sintranega izdelka**

Na enoosni stiskalnici za suho stiskanje se oblikujejo izdelki (tablete, ploščice, skozniki, perle) s stiskanjem granulata v jekleni matrici. Stisnjena gostota izdelkov je 2,15 do 2,20 g/cm³.

Granulat iz primera 1 sintramo pri temperaturi 1240°C v električnih ali plinskih pečeh 60 minut v oksidacijski atmosferi.

Fizikalne lastnosti dobljenega sintranega steatita so:

dielektrične lastnosti pri 1 MHz:

- C (kapaciteta) = 9,1 pF
- k' (relativna dielektričnost) = 7,1
- $\tan\delta = 7 \cdot 10^{-4}$

odvodni tokovi (240°C, 1260 W): od 0,7 - 0,9 mA

volumska gostota = 2,92 g/cm³

Za

ETI ELEKTROELEMENT d.d.:

PATENTNA PISARNA, d.o.o.
LJUBLJANA, ČOPOVA 14

PATENTNI ZAHTEVKI

1. Sestavek za steatitni material, označen s tem, da vsebuje v mas.% glede na maso celotnega sestavka

od 68 do 75% mikrokristaliničnega talka, ki vsebuje manj kot 0,6% CaO in manj kot 1% Fe₂O₃;

od 10,5 do 12,0% barijevega karbonata, ki vsebuje več kot 98% BaCO₃;

od 7,5 do 9,0% kaolina, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃, manj kot 0,3% K₂O in manj kot 0,1% Na₂O;

od 6,0 do 8,0% fino pomletega cirkonijskega silikata, ki vsebuje manj kot 0,4% Fe₂O₃ in manj kot 0,3% Na₂O;

od 1,5 do 2,5% bentonita, ki vsebuje manj kot 3% Fe₂O₃, manj kot 2% CaO, manj kot 2% Na₂O in manj kot 2% K₂O;

kombinacijo 0,2 do 0,4 % srednje polimeriziranega polivinil alkohola in 0,3 do 0,6% visoko polimeriziranega polietilen glikola kot plastifikatorja; in

deflokulant, običajen za steatitne suspenzije.

2. Postopek za izdelavo steatitnega granulata s sestavo, navedeno v zahtevku 1, označen s tem, da v mlinu v vodi razpustimo deflokulant, kaolin, bentonit in barijev karbonat, za kratek čas zavrtimo mlin, nato dodamo talk in kombinacijo plastifikatorjev v trdnem stanju v obliki kosmičev in meljemo do suspenzije do pomletve od 0,4 do 1,5 % ostanka na situ 0,063 mm, nato pa suspenzijo razpršilno sušimo, pri čemer nastane granulati.

3. Steatitni izdelek z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi, označen s tem, da je pripravljen iz steatitnega granulata, dobljenega po zahtevku 2.
4. Postopek za pripravo steatitnih izdelkov z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi, označen s tem, da steatitni granulati, dobljeni po zahtevku 2, suho stiskamo in nato sintramo v oksidacijski atmosferi pri temperaturi 1220 do 1290°C.
5. Uporaba steatitnih izdelkov z nizkim faktorjem dielektričnih izgub in nizkimi odvodnimi tokovi za naprave, kjer se ne smejo pojavljati odvodni tokovi, in kot nadomestek za običajno razpoložljive steatitne materiale.

Za

ETI ELEKTROELEMENT d.d.:

PATENTNA ISARNA, d.d.
Ljubljana, Slovenija

