

Warszawa, dnia 24 lipca 1951 r.



HO1f 3/08

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34141

Kl. 21 a⁴, 68

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken
 (Eindhoven, Niderlandy)

Rdzeń ferromagnetyczny do cewek samoindukcyjnych oraz sposób wytwarzania ferrytu na takie rdzenie

Udzielono z mocą od dnia 30 grudnia 1947 r.

Pierwszeństwo: 27 marca 1946 r. (Niderlandy)

Wynalazek dotyczy rdzenia ferromagnetycznego cewek samoindukcyjnych, na wielkie częstotliwości, przewyższające 1000 kc, szczególnie dla celów radiowych, zawierającego materiał magnetyczny o siatce sześcienniej ferrytu, jako też dotyczy również sposobu wytwarzania ferrytu na takie rdzenie.

Z francuskiego patentu nr 887083 wynika, że przy wytwarzaniu ferrytu należy uważać, by zawierał on dostateczną ilość tlenu. W ten sposób można uzyskać ferryty, nadające się szczególnie dobrze do cewek samoindukcyjnych, mających zastosowanie do obwodów drgań w zakresach częstotliwości do 1000 kc i wykazujących przy tym nadzwyczaj małe straty. Dla tego zakresu częstotliwości można osiągnąć współczynnik stratności $\tan \delta$ mniejszy od 6%. Jeżeli jednak opisane ferryty mają być użyte w cewkach, w których występuje wyższa częstotliwość, np. do obwodów drgań w układach radiowych albo transformatorach wielkiej częstotliwości, to

straty magnetyczne wzrastają przy tych częstotliwościach znacznie.

Wynalazek umożliwia dzięki zastosowaniu takiego ferrytu budowę cewki, która również i przy częstotliwościach, przekraczających 1000 kc, posiada bardzo dobre właściwości, jeżeli chodzi o straty magnetyczne.

Zgodnie z wynalazkiem wykorzystuje się jako materiał magnetyczny o siatce sześcienniej ferryt, posiadający elektryczny opór właściwy co najmniej 100 Ω cm. który wystarczająco uległ przemianie chemicznej, posiada punkt Curiego co najmniej 75°C i początkową przenikalność magnetyczną μ wynoszącą od 20 do 150.

Dla lepszego zrozumienia wynalazku należy zauważyć, że polega on na stwierdzeniu tego, że wysokiej początkowej przenikalności magnetycznej spiekanego rdzenia ferrytowego towarzyszą również znaczne straty przy częstotliwościach przekraczających 100 kc, nawet wtedy, gdy zawartość tlenu jest znaczna. Podczas gdy zazwyczaj dąży się do wysokiej przenikalności magne-

tycznej, stwierdzono niespodziewanie według wynalazku, że korzystne jest ograniczyć się do niższej przenikalności. Godne uwagi jest przy tym to, że przenikalność magnetyczna μ wynosząca od 20 do 150 jest znacznie wyższa niż przenikalność rdzeni żelaznych z materiału sproszkowanego, przeznaczonych do cewek w zakresach wielkich częstotliwości, przekraczających 1000 kc, których przenikalność magnetyczna μ wynosi około 10.

Dotychczas nie było wiadome, że wielkość początkowej przenikalności magnetycznej wywiera bezpośredni wpływ na wielkość strat magnetycznych. Z francuskiego patentu Nr 887083 było wprawdzie wiadome, że uzyskanie wysokiej przenikalności magnetycznej może być do pewnego stopnia w sprzeczności z osiągnięciem małych strat. Przypisywano to jednak zjawiskom pobocznym, a mianowicie temu, że warunki sprzyjające osiągnięciu wysokiej przenikalności początkowej, np. stosowanie wysokiej temperatury spiekania w celu uzyskania jednorodnego ferrytu, utrudniają osiągnięcie dostatecznej zawartości tlenu. Przez uzyskanie inną drogą wielkiej jednorodności materiału ferrytu np. przez to, że przy wytwarzaniu ferrytu wychodzi się ze związków szczególnie silnie reagujących, można tym trudnościom zapobiec i można osiągnąć wysoką przenikalność w połączeniu z małymi stratami, przynajmniej w zakresach częstotliwości poniżej 1000 kc.

Stwierdzono jednak, że wielkość przenikalności magnetycznej ma istotny związek ze stratami, i że w zakresach częstotliwości, przekraczających 1000 kc, korzystne jest ograniczyć się do niższej przenikalności magnetycznej.

Prawdopodobnie miarodajną jest wielkość iloczynu $\lambda \delta$ oraz wielkość anizotropii kryształu, wpływająca w ten sam sposób na przenikalność co $\nu \delta$ zazwyczaj jednak wywiera tylko niewielki wpływ. Jak wiadomo początkowa przenikalność magnetyczna materiału magnetycznego, nie biorąc pod uwagę anizotropii kryształu, wyrażona

jest wzorem $\mu_0 = \frac{I^2 \max}{\lambda \delta}$ w której $I \max$

oznacza nasycenie magnetyczne, λ magnetostrykcję, a δ średnią wielkość naprężeń w materiale (patrz Becker i Döring: Ferromagnetismus 1939 str. 155). W tym przypadku byłaby wysoka wartość $\lambda \delta$ korzystna do zapewnienia małych strat przy wielkich częstotliwościach przekraczających 1000 kc. Wielkie $\lambda \delta$ oznacza jednak niskie μ .

Ażeby początkowa przenikalność magnetyczna miała jeszcze przy wielkim $\lambda \delta$ maksymalną wartość korzystne jest, gdy nasycenie magnetyczne jest niewielkie. Zgodnie z wynalazkiem osią-

ga się to w ten sposób, że używa się ferryty o punkcie Curiego co najmniej 75°C . Najlepiej stosować punkt Curiego co najmniej 250°C . Jest to korzystne albowiem magnetostrykcja i anizotropia kryształu ferrytu, wzrastają wraz z oddaleniem się od punktu Curiego. Wysoki punkt Curiego jest więc korzystny dla małych strat przy częstotliwościach powyżej 1000 kc. Pod określeniem „punkt Curiego” rozumie się w dalszym ciągu tę temperaturę, przy której początkowa przenikalność magnetyczna opadła aż do 10% wartości maksymalnej, inaczej mówiąc, przy której magnetyczny materiał przechodzi w stan, który z punktu widzenia praktycznego zastosowania należy uważać jako niemagnetyczny.

W celu uzyskania wielkiego $\lambda \delta$, a przynajmniej niskiej przenikalności początkowej w połączeniu z zamierzonymi małymi stratami przy częstotliwości powyżej 1000 kc, stosuje się zgodnie z pewnym szczególnym sposobem wykonania wynalazku, ferryt o składzie zawierającym mniej niż 50% molowych tlenku żelaza.

W celu zapewnienia małych strat magnetycznych, jest poza tym konieczne, by wynaleziony ferryt o ile możliwości uległ całkowicie przemianie chemicznej, tj. ażeby użyte do wyrobu ferrytu związki metalowe przekształciły się całkowicie w jednorodny ferryt, jakkolwiek racjonalny przebieg reakcji ułatwia powstanie wysokiej przenikalności.

Jednorodność można ocenić według zależności początkowej przenikalności magnetycznej od temperatury w pobliżu punktu Curiego, albowiem ferryt, który niedostatecznie uległ przemianie chemicznej, wykazuje mniej wyraźny spadek przenikalności w pobliżu punktu Curiego niż ferryt, w którym reakcja przebiegła całkowicie. Jak najbardziej całkowity przebieg reakcji można spowodować w ten sposób, że wychodzi się z jak najbardziej rozdrobnionej mieszaniny albo też spieka się ją kilkakrotnie, przy czym przed każdym kolejnym spiekaniem miele się drobno mieszaninę spieczoną poprzednio. Oba te środki można również zastosować równocześnie. Ostatnie spiekanie należy przeprowadzać przy wyższej temperaturze niż poprzedzające, a to w celu zapewnienia dostatecznej zwięzłości. Najlepiej by każde spiekanie było przeprowadzone w temperaturze wyższej niż poprzednia. W tym przypadku należy uważać, by najwyższa temperatura spiekania nie była tak wielką, by ferryt odszczepiał tlen i przy następującym ochładzaniu nie mógł pobrać dostatecznej ilości tlenu. Zawartość tlenu musi być w każdym razie tak wielką, by opór właściwy wynosił co najmniej 100 Ω cm, ażeby straty prądów wirowych były bez znacze-

nia. Najlepiej by spiekanie odbywało się w temperaturze poniżej 1300°C.

Ażeby przy niskiej temperaturze spiekania w przeciągu odpowiedniego czasu uzyskać dobrze przereagowany ferryt poleca się przy wytwarzaniu ferrytu wyjść z mieszaniny tworzącej ferryt, zawierającej aktywny tlenek żelaza. W ten sposób można nawet przy temperaturach spiekania, leżących poniżej 1100°C, wytworzyć wyrób dobrze przereagowany. Można na przykład wyjść z mieszaniny, która została utworzona przez równoczesne strącenie metalowych składników ferrytu z roztworu. Taka mieszanina może już częściowo wykazywać strukturę ferrytową.

Zgodnie z wynalazkiem uzyskuje się cewkę samoindukcyjną o bardzo dobrych właściwościach przy częstotliwościach powyżej 1000 kc, jeżeli zastosować w niej rdzeń, zawierający jako materiał magnetyczny ferryt nikłowo-cynkowy. Pod określeniem ferryt nikłowo-cynkowy należy rozumieć taki ferryt, który jest utworzony zasadniczo z tlenku niklu, tlenku cynku i tlenku żelaza. Ferryt nikłowo-cynkowy o żądanych właściwościach powstaje w ten sposób, że bardzo drobno zmieloną mieszaninę związków niklowych, cynkowych i żelazowych, o wielkości ziarna poniżej 1 mikrona, najlepiej mieszaninę tlenków, zawierającą aktywny tlenek żelaza, ogrzewa się w atmosferze zawierającej tlen i następnie ochładza się w takiejże atmosferze w kilku stopniach.

Stosunek zmieszania składników, z których utworzony jest ferryt, obiera się najlepiej w ten sposób, że ferryt zawiera co najmniej 10% molowych tlenku niklu, co najmniej 10% molowych tlenku cynku i 40 — 60% molowych tlenku żelaza. Bardzo małe straty można osiągnąć przy składzie 34 — 36% molowych tlenku niklu, 15 — 18% molowych tlenku cynku i 48 — 50% molowych tlenku żelaza.

Przy zastosowaniu wynalezionej ferrytu nikłowo cynkowego można osiągnąć dla $\frac{tg \delta}{\mu_0}$ wartości, wynoszące mniej niż 1,10⁻³ przy 10 Mc. W wzorze tym $tg \delta$ równa się $\frac{R}{\omega L}$, gdzie R jest oporem strat, mierzonym z pominięciem oporów dielektrycznych i omowych, L jest samoindukcją cewki nawiniętej na pierścieniowym rdzeniu, i ω częstotliwością cykliczną.

Zgodnie z drugim sposobem wykonania wynalazku, wykorzystuje się w cewce samoindukcyjnej ferryt manganowo-cynkowy. Pod określeniem ferryt manganowo-cynkowy należy rozumieć taki ferryt, który zasadniczo jest utworzony z tlenku manganu, tlenku cynku i tlenku żelaza. Ferryt ten zawiera najlepiej co najmniej 10% molowych tlenku manganu, co najmniej 10% mo-

lowych tlenku cynku i 40 — 60% molowych tlenku żelaza.

Przy wytwarzaniu wynalezionej ferrytu manganowo-cynkowego, należy postępować z wielką dokładnością, gdyż stwierdzono, że przy takim ferrycie jest bardzo ważne dokładne dawkowanie zawartości tlenu, a przy nadmiernej ilości dawkowania powstaje łatwo ferryt w gorszym gatunku. Prawdopodobnie należy to przypisać tej okoliczności, że mangan występuje w różnych wartościowościach i może przejść w związek o większej wartościowości przez dobranie tlenu, co niekorzystnie wpływa na magnetyczne właściwości. Uwzględniając to, ważne jest przeprowadzać spiekanie ferrytu w takiej temperaturze oraz spiekanie i oziębianie przeprowadzać w atmosferze, zawierającej tlen o takim cząstkowym ciśnieniu, by następowało możliwie jak najmniejsze utlenienie manganu.

Odpowiednie dawkowanie tlenu osiąga się przez oziębianie ferrytu po uprzednim spiekanu w atmosferze, w której ciśnienie cząstkowe tlenu zmniejsza się przy obniżeniu temperatury. Można na przykład przedmuchiwać nad ferrytem obojętny gaz, do którego domieszano tlen, powstały przez elektrolizę wodnego roztworu, przy czym zawartość tlenu zmniejsza się proporcjonalnie do spadku temperatury wskutek zmniejszającego się prądu elektrolizy. Najodpowiedniejszą zawartość tlenu można stwierdzić doświadczalnie.

Przez ferryt można również przedmuchiwać gazowy związek tlenowy, odszczepiający przy wyższej temperaturze tlen, i to w tym mniejszym stopniu, im niższą staje się temperatura. Bardzo korzystne wyniki osiąga się przy przedmuchiwaniu przegrzanej pary wodnej, ewentualnie zmieszanej z obojętnym gazem, np. azotem. W temperaturze spiekania ferrytu para wodna rozkłada się częściowo na tlen i wodór, przy czym ciśnienie cząstkowe tlenu opada stopniowo przy zmniejszającej się temperaturze. Na rysunku przedstawiono schematycznie cewkę samoindukcyjną. Kadłub cewki z masy izolacyjnej jest oznaczony cyfrą 1, uzwojenie cewki — cyfrą 2, a paleczkowy rdzeń magnetyczny — cyfrą 3.

Przykłady wykonania.

1. Roztwór siarczanu cynku, siarczanu niklu i azotanu żelaza strąca się roztworem sody, a powstały osad suszy i ogrzewa przez jedną godzinę w temperaturze 900°C na powietrzu. Z powstałego w ten sposób proszku, zawierającego 22,5% molowych tlenku niklu (NiO), 31,3% molowych tlenku cynku (ZnO) i 46,2% molowych tlenku żelazowego (Fe_2O_3) sporządzono pierścień przez stłoczenie pod ciśnieniem trzech ton na cm^2 .

Pierścień ten ogrzewano przez przeciąg jednej godziny w temperaturze 1000°C w tlenie, po czym wolno obniżając temperaturę około 5°C na minutę, oziębiono w tlenie. Tabela podaje właściwości uzyskanego rdzenia.

2. W sposób opisany w przykładzie 1 sporządzono proszek o składzie 34,6% molowych NiO, 17,2% molowych ZnO i 38,2% molowych Fe_2O_3 oraz sporządzono pierścień przez stłoczenie. Następnie spiekano go w tlenie przez przeciąg jednej godziny w temperaturze 1300°C, po czym wolno w tlenie oziębiano. Uzyskane wyniki są zestawione w tabeli.

3. Mieszaninę, składającą się z 24,8% molowych NiO, 31,2% molowych ZnO i 44,0% molo-

wych Fe_2O_3 , którą uzyskano przez mielenie tlenków w ciągu czterech godzin w młynie kulowym, ogrzewano przez jedną godzinę w temperaturze 800°C na powietrzu, po czym znowu mielono i sprasowano w pierścień. Pierścień ten ogrzewano przez jedną godzinę w temperaturze 1050°C w tlenie, po czym wolno oziębiono. Osiągnięte wyniki są zestawione w tabeli.

4. Mieszaninę, składającą się z 23,4% molowych MnO_2 , 26,2% molowych ZnO i 50,4% molowych Fe_2O_3 , mielono przez tydzień i stłoczono w pierścień po czym ogrzewano przez 5 godzin w temperaturze 1000°C w strumieniu przegrzanej pary. Ochładzanie przeprowadzono następnie do 300°C w piecu, przy czym przedmuchiwało w

T A B E L A
P R Z Y K Ł A D Y:

Przykład wykonania	1	2	3	4
Przenikalność magnetyczna μ_0	50	85	65	55
punkt Curiego	250° C	465°C	250°C	100°C
ciężar właściwy	4,2	5,0	4,4	3,1
$10^2 \text{ tg } \delta$ przy:				
2 Mc/sek	1,1	1,3	1,1	1,4
5 „	1,3	1,3	1,6	2,2
10 „	1,7	1,3	4,6	6,0
20 „	3,1	2,0	21,0	26,0
$10^4 \text{ tg } \delta$ przy				
μ				
2 Mc/sek	2,2	1,5	1,7	2,5
5 „	2,6	1,5	2,5	4,0
10 „	3,4	1,5	7,0	19,0
20 „	6,2	2,4	32	47

dalszym ciągu parę wodną. Właściwości uzyskanego rdzenia są zestawione w tabeli.

Zastrzeżenia patentowe

1. Rdzeń ferromagnetyczny do cewek samaindukcyjnych na częstotliwości przekraczające 1000 kc, zawierający jako magnetyczny materiał ferryt o siatce sześcienniej o właściwym oporze elektrycznym co najmniej 100 Ω cm, znamieny tym, że materiał magnetyczny stanowi dobrze przereagowany ferryt, o punkcie Curiego od 100 — 465°C i początkowej przenikalności magnetycznej μ , wynoszącej od 20 do 150.
2. Rdzeń według zastrz. 1, znamieny tym, że

zawartość tlenku żelaza w ferrycie wynosi mniej niż 50% molowych.

3. Rdzeń według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że ferryt posiada tak wielką zawartość tlenu, że $\frac{\text{tg } \delta}{\mu}$ jest przy 10 Mc mniejszy od $1,10^{-5}$
4. Rdzeń według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że materiał magnetyczny jest utworzony z ferrytu nikłowo-cynkowego, zawierającego co najmniej 10% molowych tlenku niklu, co najmniej 10% molowych tlenku cynku i 40 — 60% molowych tlenku żelaza.
5. Rdzeń według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że ferryt zawiera 34 — 36% molowych tlenku

niklu, 15 — 18% molowych tlenku cynku i 48 — 50% molowych tlenku żelaza.

6. Rdzeń według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że materiał magnetyczny stanowi ferryt manganowo - cynkowy, zawierający co najmniej 10% molowych tlenku manganu, co najmniej 10% molowych tlenku cynku i 40 — 60% molowych tlenku żelazowego.

7. Sposób wytwarzania ferrytu na rdzenie według zastrz. 4, 5, znamieny tym, że dobrze rozdrobnioną mieszaninę związków niklowych, cynkowych i żelazowych o wielkości cząsteczek, mniejszej niż 1 mikron, ogrzewa się w atmosferze, zawierającej tlen, i następnie wolno, ewentualnie w kilku stopniach, ochładza tak, iż powstały ferryt wykazuje przy 10 Mc współczynnik $\frac{tg\delta}{\mu}$ mniejszy od $1,10^{-3}$

8. Sposób wytwarzania ferrytu na rdzenie według zastrz. 6, znamieny tym, że mieszaninę związków manganowych cynkowych i żelazowych ogrzewa się w celu wytworzenia ferrytu i następnie wolno ochładza w atmosferze,

w której ciśnienie cząstkowe tlenu zmniejsza się przy obniżającej się temperaturze.

9. Sposób według zastrz. 8, znamieny tym, że ochładzanie następuje w przegrzanej parze.

10. Sposób według zastrz. 7 — 9, znamieny tym, że stosuje się kilkakrotne spiekanie i miele nie pomiędzy spiekaniem, przy czym temperatura poszczególnych spieknię jest równa lub niższa od temperatury ostatniego spiekania.

11. Sposób według zastrz. 7 — 10, znamieny tym, że temperatura spiekania jest niższa od temperatury 1300°C.

12. Sposób według zastrz. 7 — 11, znamieny tym, że mieszanina wyjściowa, z której wytwarza się ferryt, zawiera aktywny tlenek żelazowy, przy czym temperatura spiekania jest niższa od temperatury 1100°C.

N. V. Philips'

Gloeilampenfabrieken

Zastępca: inż. W. Zakrzewski
rzecznik patentowy

