



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.10.72 (P. 158528)

Pierwszeństwo: 29.06.72 Stany Zjednoczo-
ne Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 01.06.73

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1977

MKP C23d 5/10

Int. Cl.² C23D 5/10

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Merck and Co., Inc. Rahway, New Jersey (Stany
Zjednoczone Ameryki)

Środek do powlekania materiału zawierającego żelazo

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do powle-
kania materiału zawierającego żelazo, zwłaszcza
stali krzemowej o zorientowanych ziarnach.

Nakładanie powłok na materiały zawierające że-
lazo konieczne jest w wielu dziedzinach, a zwłasz-
cza w przemyśle elektrotechnicznym. Powłoki te
spełniają korzystną rolę, oddzielając i oczyszczając
materiał zawierający żelazo, oraz reaguje z po-
wierzchniową krzemionką i tworząc warstwę izo-
lującą. Na przykład przy produkcji transformato-
rów rdzenie ich tworzy się zazwyczaj z materiału
zawierającego żelazo, takiego jak stal krzemowa,
w której w celu otrzymania optymalnych własności
elektrycznych i magnetycznych utworzono korzy-
stną orientację wzrostu ziarn. Stwierdzono, że ko-
nieczne jest nakładanie powłoki na materiał za-
wierający żelazo przed ostatecznym wyżarzaniem
w wysokiej temperaturze, powodującym wzrost
ziarn.

Powłoki te spełniają trzy odrębne funkcje, a
mianowicie rozdzielają różne zwoje lub warstwy
zwijanego materiału, zabezpieczając je przed przy-
wieraniem lub zgrzewaniem podczas wyżarzania
w wysokiej temperaturze, pomagają w chemicznym
oczyszczaniu materiału zawierającego żelazo w celu
uzyskania pożądanej optymalnej charakterystyki
magnetycznej i tworzą na powierzchni materiału
zawierającego żelazo ogniotrwałe pokrycie, zapew-
niające izolację elektryczną pomiędzy poszczególny-
mi warstwami tego materiału, stosowanego jako

2

rdzeń transformatora lub w innych urządzeniach
elektrycznych, takich, jak tworniki silników itp.

Przy obecnym stanie techniki urządzeń elektro-
technicznych najszerzej stosowanymi powłokami
materiałów zawierających żelazo i używanych jako
rdzenie magnetyczne tych urządzeń są pokrycia
z tlenku magnezu i/lub wodorotlenku magnezu.
Powłoki te nakłada się na ogół na materiale za-
wierającym żelazo w postaci zawiesiny tlenku
magnezu i/lub wodorotlenku magnezu w wodzie.
Zawiesinę tę zawierającą pewną ilość tlenku mag-
nezu w wodzie miesza się z innymi substancjami
odpowiednio do różnych zastosowań. Tlenek mag-
nezu ulega hydratacji zależnie od gatunku użytego
tlenku, czasu mieszania i temperatury zawiesiny.
Tak więc określenie powłoka z tlenku magnezu
odnosi się do powłok z wodorotlenku magnezu,
zawierających tlenek magnezu, który nie uległ hy-
dratacji.

Jak podano w opisie patentowym Stanów Zjed-
noczonych Ameryki nr 2 385 332 tlenek magnezu
podczas obróbki cieplnej w odpowiedniej tempe-
raturze reaguje z cząsteczkami dwutlenku krzemu
znajdującymi się na powierzchni poprzednio utle-
mionej blachy ze stali krzemowej lub w jej pobli-
żu, tworząc szklistą powłokę, spełniającą przy za-
stosowaniu stali krzemowej w urządzeniach elek-
trycznych takich, jak rdzenie transformatorów, rolę
izolacji międzywarstwowej.

Podczas wytwarzania stali krzemowej przezna-

czonej na rdzenie magnetyczne transformatorów, w celu zapewnienia optymalnego wzrostu ziarn i ich orientacji, która rozwija właściwości magnetyczne stali krzemowej, stal poddaje się na ogół wyżarzaniu. Wyżarzanie to prowadzi się zwykle w atmosferze wodoru w temperaturze 950—1500°C w ciągu 2—50 godzin. Proces wyżarzania ułatwia również oczyszczanie stali, wspomagane przez umieszczenie na niej powłoki. Znajdujący się w tej powłoce tlenek magnezu reaguje z dwutlenkiem krzemu na powierzchni stali krzemowej, tworząc szklistą powłokę krzemianu magnezu.

Obecność tej szklistej powłoki zapewnia izolację elektryczną przy stosowaniu stali krzemowej w urządzeniach elektrycznych, na przykład w rdzeniach transformatorów. Dotychczas proponowano szereg dodatków do wodorotlenku magnezu i/lub tlenku magnezu mających za zadanie przyspieszenie reakcji MgO z SiO_2 . Na przykład według patentu Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2 809 137, w celu poprawienia właściwości elektroizolacyjnych szklistej warstewki otrzymanej po wyżarzaniu w wysokiej temperaturze, wprowadza się do MgO dodatek krzemionki.

W opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2 394 047 opisano szereg powłok zawierających dodatki wytwarzające utlenioną powierzchnię metalu i ułatwiające tworzenia szklistej warstewki.

W opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr nr 3 583 887, 3 214 302, 3 562 029, 2 799 085 i 2 354 123 opisano również różne powłoki, zawierające rozmaite krzemionki i krzemiany, stosowane do powlekania materiałów zawierających żelazo.

Środek według wynalazku charakteryzuje się tym, że zawiera co najmniej jeden bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, zawierający 0,001—2,0% wagowych tlenku metalu alkalicznego i o stosunku molowym $MgO : SiO_2$ wynoszącym 1 : 25 — 14 : 1.

Przedstawicielami metali alkalicznych, stosowanych w sposobie według wynalazku są sód, lit, potas itp. Szczególnie korzystne są bezpostaciowe kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu o stosunku molowym $MgO : SiO_2$ 1 : 13 — 17 : 1 i zawierające 0,01—1% wagowych metalu alkalicznego. Przykładem kompleksu o wysoce korzystnych właściwościach jest kompleks o stosunku molowym $MgO : SiO_2$ wynoszącym 1 : 1,6 i zawierający 0,05—0,4% wagowych tlenku sodu. Szczególnie korzystne są kompleksy, w których zawartość tlenku sodu wynosi 0,1—0,2% wagowych.

Jeśli chodzi o tlenek metalu alkalicznego, należy stwierdzić, że choć jest on wymieniony w opisie i w zastrzeżeniach jako składnik kompleksu tlenku metalu z dwutlenkiem krzemu, jasne jest dla fachowca, że może on być dostarczany z innego źródła niż kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu.

Jeżeli kompleks według wynalazku stosuje się jako jedyny środek powłokowy, właściwa ilość tlenku metalu alkalicznego pochodzi z kompleksu jako takiego lub, gdy stosuje się kompleks nie zawierający tlenku metalu alkalicznego, stosuje się

dowolne wygodne źródło tlenku metalu alkalicznego, co zapewnia odpowiednią jego zawartość w mieszaninie powłokowej.

Do substancji, które stosuje się jako źródła tlenku metalu alkalicznego należą wodorotlenki, węglany itp.

Jeżeli kompleks według wynalazku stosuje się w połączeniu z tlenkiem magnezu, co opisano poniżej, tlenek metalu alkalicznego wprowadza się jako składnik tego kompleksu z MgO bądź z innego niezależnego źródła, takiego jak omówione wyżej wodorotlenki i węglany.

Środek według wynalazku stosuje się przede wszystkim do powlekania stali krzemowej.

Środki według wynalazku można stosować do powlekania stali krzemowej samodzielnie, albo w połączeniu z konwencjonalnymi powłokami z MgO . Można więc wytwarzać powłoki zawierające tlenek magnezu i/lub wodorotlenek magnezu i co najmniej jeden bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, które po nałożeniu na blachę ze stali krzemowej nadają jej lepsze właściwości izolacyjne po ostatecznym wyżarzaniu w wysokiej temperaturze, oraz służą jako powłoka oddzielająca blachy podczas obróbki cieplnej i ułatwiają oczyszczenie materiału magnetycznego.

Nowe kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, wytwarza się w reakcji strącania pomiędzy roztworem soli magnezowej takiej jak $MgCl_2$, $MgSO_4$ lub $Mg(NO_3)_2$ a roztworem krzemianu, takiego jak krzemian metalu alkalicznego (na przykład krzemian potasu lub krzemian sodu). Jako reagenty stosuje się krzemiany metali alkalicznych o stosunku molowym metalu alkalicznego (M) do krzemianu wyrażonym jako $M_2O : SiO_2$ wynoszącym 1 : 25 — 14 : 1.

Jak podano poprzednio, o ile stosuje się bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu nie zawierający tlenku metalu alkalicznego, wówczas tlenek metalu alkalicznego pochodzi z innego źródła.

W tych przypadkach do wytwarzania bezpostaciowego kompleksu stosuje się inne rozpuszczalne krzemiany. Warunki w których przebiega reakcja strącania nie są krytyczne i prowadzi się ją w znany sposób. Na przykład bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu o stosunku molowym $MgO : SiO_2$ wynoszącym 1 : 2 wytwarza się w reakcji strącania przy użyciu krzemianu metalu alkalicznego o stosunku molowym $M_2O : SiO_2$ wynoszącym 1 : 2 i w obecności nadmiaru soli magnezowej.

Ponadto do wytwarzania nowych kompleksów będących przedmiotem wynalazku stosuje się inne sposoby. Jeden z nich jest następujący. Tlenek magnezu otrzymuje się, poddając reakcji strącania $MgCl_2$ lub $MgSO_4$ z $NaOH$, dolomitom lub $Ca(OH)_2$, otrzymując $Mg(OH)_2$. Dwutlenek krzemu przygotowuje się, zakwaszając krzemian sodu lub dowolny inny krzemian metalu alkalicznego. Obydwa otrzymane szlamy łączy się w stanie wilgotnym, dokładnie miesza i odsadza się zanieczyszczenia przez przemycie i ekstrakcję. Otrzymany produkt suszy się w odpowiedniej suszarni.

Inny sposób wytwarzania kompleksu jest nastę-

pujący. Wodorotlenek sodu poddaje się reakcji z chłoniem lub siarczaniem magnezu, otrzymując $Mg(OH)_2$. Szlam $Mg(OH)_2$ miesza się z krzemianem sodu i otrzymaną mieszaninę traktuje się kwasem solnym, wytwarzając kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, osad odsącza się, wymywa zanieczyszczenia ($NaCl$ lub Na_2SO_4) i suszy placek osadu w odpowiedniej suszarni.

Kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu nakładają się w znany sposób na stal krzemową w postaci powłoki. Znane sposoby nakładania powłoki obejmują także wytwarzanie szlamu kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w wodzie. Gdy stosuje się kompleks łącznie z MgO , sporządza się szlam, zawierający kompleks i MgO w wodzie. Szlam nakłada się na magnetyczne blachy w postaci cienkiej powłoki w dowolny wygodny, znany sposób, taki jak zanurzenie, malowanie lub natryskiwanie.

Wilgotną powłokę, nałożoną w ten sposób, suszy się w odpowiednim urządzeniu. Powleczoną stal krzemową w postaci zwiniętej blachy lub na przenośniku umieszcza się w piecu do wyżarzania. Wygodny i skuteczny sposób wytwarzania powłoki polega na przechodzeniu ciągłej taśmy powlekanej blachy przez kąpiel, zawierającą zawiesinę kompleksu i następnie przesłania jej do odpowiedniego pieca suszącego.

Gdy do wytwarzania powłoki stosuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu jako taki (nie w połączeniu z MgO), stężenie kompleksu nie jest krytyczne i może zmieniać się w granicach 1—50% wagowych w przeliczeniu na szlam. Szczególnie korzystny zakres stężeń bezpostaciowego kompleksu wynosi 2—20% wagowych w przeliczeniu na szlam. Jest jasne dla fachowca, że stężenie kompleksu zależy od tolerowanej konsystencji szlamu, sposobu w jaki ma on być nakładany i ostatecznej grubości powłoki, którą należy uzyskać. Ponadto stężenie kompleksu zależy od tego, jaki kompleks wykorzystuje się do wytworzenia powłoki.

Gdy bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu stosuje się jako dodatek do powłoki z $MgO(Mg(OH)_2)$ lub łącznie z nią, wówczas stężenie kompleksu w odniesieniu do użytej ilości MgO z wyłączeniem dodatku nie jest krytyczne i waha się w granicach 2—200 części wagowych na 100 części tlenku magnezu. Stwierdzono, że w większości zastosowań praktycznych wystarcza 10—50 części wagowych kompleksu na 100 części wagowych MgO .

Stężenie mieszaniny kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu i MgO w szlamie do powlekania nie jest krytyczne i waha się w granicach 1—50% wagowych w przeliczeniu na szlam. Szczególnie skuteczne jest stężenie 2—20% wagowych w przeliczeniu na szlam. Jak wskazano poprzednio, stężenie kompleksu w mieszaninie powłokowej zależy od różnych czynników, włącznie ze składem tego kompleksu. Należy stwierdzić, że rodzaj stosowanego MgO nie jest krytyczny i można wykonując wynalazek stosować dowolny gatunek MgO dostępny na rynku.

Niżej podano przykładowe mieszanki kompleksu

tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu stosowane w praktycznych zastosowaniach wynalazku w mieszaniu z MgO : 35 części wagowych kompleksu o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 na 100 części wagowych MgO ; 180 części wagowych kompleksu o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 7:1 na 100 części wagowych MgO ; 5 części wagowych kompleksu o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:20 na 100 części wagowych MgO ; 3 części wagowe kompleksu o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:25 na 100 części wagowych MgO ; 200 części wagowych kompleksu o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 12:1 na 100 części wagowych MgO .

Bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu stosuje się łącznie z powłokami $MgO(Mg(OH)_2)$, nakładając powłoki na stal krzemową w znany sposób.

Ilość kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu jako takiego lub też ilość tego kompleksu stosowanego w połączeniu z MgO , którą nakłada się na stal krzemową jest podobna do ilości stosowanych przy wytwarzaniu powłok konwencjonalnych. Ciężar powłoki waha się w granicach 6,1—21,25 g/cm² powierzchni stali.

Nie jest także krytyczny sposób i czas mieszania kompleksu z tlenkiem magnezu. Na przykład sposoby postępowania obejmują dodawanie bezpostaciowego kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu do materiału magnezowego takiego jak zasadowy węglan magnezu lub $Mg(OH)_2$, przed ich przeprowadzeniem w tlenek magnezu; mieszanie kompleksu z MgO lub $Mg(OH)_2$, dodawanie kompleksu podczas przygotowywania szlamu do powlekania lub mieszanie kompleksu z wodą, stosowaną potem do przygotowania szlamu do powlekania przed dodaniem do niej sproszkowanego MgO .

Wyżarzanie stali krzemowej, pokrytej poprzednio powłoką mieszanki otrzymanej sposobem według wynalazku, prowadzi się w znany sposób w ciągu 2—50 godzin w atmosferze obojętnej lub redukcyjnej w temperaturze 950—1500°C.

Nieoczekiwane własności powłoki według wynalazku łatwo docenić w porównaniu ze znajdującymi się obecnie w użyciu gatunkami tlenku magnezu, stosowanymi w przemyśle stalowniczym do produkcji stali silikonowej o zorientowanym ziarnie, które dają powłoki o stosunkowo niskiej oporności, mierzonej w próbie Franklina (ASTM-A344-60T), rzędu 1—4 omów/cm². Próbie tę stosuje się szeroko w stalownictwie do oznaczania charakterystyki izolacyjnej powierzchni pokrytej ognioodporną warstwą. Jednak powłoka z takiego samego rodzaju MgO zawierającego nowe bezpostaciowe kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu daje izolację rzędu do 1000 omów/cm², oznaczoną w tej samej próbie.

Obecna praktyka przemysłu stalowniczego zmierzająca w kierunku polepszenia izolacji, polega na stosowaniu drogich i pracochłonnych powłok fosforanowych po operacji wyżarzania. Poprawia to własności izolacyjne z 2—4 omów/cm² do co najmniej 20 omów/cm². Przy zastosowaniu nowych

kompleksów, otrzymanych sposobem według wynalazku, osiąga się zmniejszenie kosztów przerobu stali krzemowej ze względu na wyeliminowanie powłok fosforanowych lub co najmniej wykonanie ich w operacjach łatwiejszych do kontrolowania. Ponadto stosowanie kompleksów według wynalazku nie wymaga dodatkowych urządzeń, gdyż własności przerobowe kompleksu są takie same jak konwencjonalnego MgO i przerabia się je na tych samych urządzeniach.

Powłoki według wynalazku skutecznie nanosi się poza stałą krzemową na stopy niklu z żelazem, zwykle żelazo i inne substancje ferromagnetyczne.

Ponadto, jeżeli kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu stosuje się łącznie ze znanym ognioodpornym tlenkiem, takim jak MgO , to dla fachowca jest oczywiste, że zamiast lub łącznie z MgO można stosować inne ognioodporne tlenki i wodorotlenki, takie jak Al_2O_3 , $Al(OH)_3$, CaO , $Ca(OH)_2$, TiO_2 , MnO_2 , ZnO , BeO , Cr_2O_3 , SiO_2 , ThO , ZrO_2 , FeO .

Poniżej podano przykłady ilustrujące sposób według wynalazku.

Przykład I. Przygotowuje się dwa roztwory: z kryształów $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ sporządza się roztwór chlorku magnezu o stężeniu 213 g $MgCl_2$ w litrze a z krzemianu sodu roztwór o stężeniu 12% w stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6. Oba roztwory poddaje się reakcji, wprowadzając je jednocześnie do naczynia reakcyjnego o pojemności 4,54 litra, wyposażonego w rynną przelewową. Prędkość przepływu strumienia każdego z roztworów utrzymuje się na poziomie 2,27 — 3,63 litra/minutę, a łączna prędkość przepływu wynosi 4,54 — 6,81 litra/minutę. Zmieniając prędkość przepływu roztworu $MgCl_2$ utrzymuje się szlam w nadmiarze $MgCl_2$ wynoszącym 0,4 — 2,1 g $MgCl_2$ /litr.

Po mieszaniu w ciągu 10 godzin powstały szlam sący się na filtrze tarczowym i przemywa wodą wodociągową o temperaturze 45°C, następnie suszy się go w ciągu 12 godzin w temperaturze 104,4 — 121°C i miele w młynie młotkowym na drobny proszek. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i zawierający 0,774% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej kompleksu są następujące: MgO — 25%, SiO_2 — 59,8%, straty podczas prażenia — 15,3%, $NaCl$ — 0,066%, ciężar nasypowy — 0,74 g/cm³. Badanie dyfrakcji promieniami rentgena wykazuje, że produkt jest całkowicie bezpostaciowy, co wskazuje na to, że jest to raczej kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu a nie krystaliczna postać MgO , krzemionki lub krzemianu. Różnicowa analiza termiczna tej substancji prowadzona w granicach temperatury 20 — 1200°C wykazuje w temperaturze około 820°C istnienia słabo zdefiniowanej fazy klinoenstatytu.

Przykład II: Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu otrzymany w przykładzie I ogrzewa się w ciągu 3 minut w piecu muflowym w temperaturze 1000°C. Badanie dyfrakcji promieniami rentgena wykazuje, że materiał jest w przeważającej części bezpostaciowy.

Przykład III: Przygotowuje się dwa roztwo-
ry. Roztwór chlorku magnezu sporządza się roz-

puszczając w 1000 ml wody pozbawionej jonów 454 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Stężenie tego roztworu wynosi 213 g/litr. Sporządza się też 12% roztwór krzemianu sodu o stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1,7:1. Obydwa roztwory poddaje się reakcji jak w przykładzie I. Nadmiar $MgCl_2$ wynosi 1,75 g/litr. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1,7:1 i zawierający 0,01% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej produktu: MgO — 42,5%, SiO_2 — 37,7%, straty podczas prażenia — 19,8%, $NaCl$ — 0,40%, Na_2O — 0,01%, ciężar nasypowy — 0,31 g/cm³.

Przykład IV: Przygotowuje się dwa roztwory: roztwór chlorku magnezu jak w przykładzie I i roztwór krzemianu sodu o stężeniu 12% w przeliczeniu na substancję rozpuszczającą, w stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 13:1. Obydwa roztwory poddaje się reakcji jak w przykładzie I. Nadmiar $MgCl_2$ wynosi 1,92 g $MgCl_2$ /litr. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 13:1 i zawierający 0,01% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej kompleksu: MgO — 63,2%, SiO_2 — 7,1%, straty przy prażeniu — 29,7%, $NaCl$ — 0,40%, Na_2O — 0,01%, ciężar nasypowy — 0,35 g/cm³.

Przykład V. Przygotowuje się dwa roztwory: roztwór chlorku magnezu jak w przykładzie I i roztwór krzemianu sodu o stężeniu 12% w przeliczeniu na substancję rozpuszczoną, w stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1:2,7. Obydwa roztwory poddaje się reakcji jak w przykładzie I. Nadmiar $MgCl_2$ wynosi 1,65 g $MgCl_2$ /litr. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:2,7, zawierający 0,84% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej kompleksu: MgO — 16,5%, SiO_2 — 67,6%, straty przy prażeniu — 14,9%, $NaCl$ — 0,46%, Na_2O — 0,84%, ciężar nasypowy — 0,26 g/cm³.

Przykład VI: Przygotowuje się dwa roztwory. Zakwaszony roztwór chlorku magnezu sporządza się, dodając do 1 mola chlorku magnezu 12,6 moli kwasu solnego. Stężenie tego roztworu wynosi 213 g $MgCl_2$ /litr. Postępując jak w przykładzie I, sporządza się roztwór krzemianu sodu w stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 o stężeniu 12% w przeliczeniu na substancję rozpuszczoną. Obydwa roztwory poddaje się reakcji jak w przykładzie I. Nadmiar $MgCl_2$ wynosi 1,07 g $MgCl_2$ /litr. Otrzymany kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu po wysuszeniu i zmieleniu w młynie młotkowym ma stosunek molowy $MgO:SiO_2$ wynoszący 1:14,2 i zawiera 0,54% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej proszku: MgO — 4,2%, SiO_2 — 89,2%, straty przy prażeniu — 6,4%, $NaCl$ — 0,18%, Na_2O — 0,54%, ciężar nasypowy 0,11 g/cm³.

Przykład VII. Przygotowuje się 2 roztwory. Roztwór siarczanu magnezu o stężeniu 180 g $MgSO_4$ /l sporządza się przez neutralizację wodorotlenku magnezu kwasem siarkowym. Sporządza się też 9% roztwór krzemianu sodu o stosunku $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6. Obydwa roztwory poddaje się reakcji, wprowadzając je jednocześnie do naczynia reakcyjnego o pojemności 4,54 litra, wyposażonego w rynną przelewową.

Prędkość przepływu strumienia każdego z roztworów utrzymuje się na poziomie 2,27 — 3,63 litra/minutę przy łącznej prędkości przepływu wynoszącej 4,54 — 6,81 litra/minutę. Zmieniając prędkość przepływu roztworu $MgSO_4$ utrzymuje się szlam w nadmierze 15 — 20 g $MgSO_4$ /litr.

Powstały osad rozcieńcza się niezwłocznie wodą wodociągową w stosunku 1:2 i sączy na obrotowym filtrze próżniowym. Stosuje się 7-minutowy cykl pracy filtra, z odsączeniem szlamu na poziomie rynny przelewowej. Do przemywania osadu używa się wody wodociągowej o temperaturze 35°C. Placek osadu po przemyciu suszy się w ciągu 6—12 godzin w temperaturze 260°C. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6, zawierający 0,10% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej otrzymanego kompleksu: MgO — 25,9%, SiO_2 — 59,6%, straty przy prażeniu — 11,3%, Na_2O — 0,10%, SO_4 — 0,007%.

Przykład VIII: Przygotowuje się dwa roztwory. Roztwór siarczanu magnezu o stężeniu 180 g $MgSO_4$ /litr. sporządza się przez naturalizację wodorohtlenku magnezu kwasem siarkowym. Osobno sporządza się 9% roztwór krzemianu magnezu w stosunku molowym $Na_2O:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6. Obydwa roztwory poddaje się reakcji, wprowadzając je jednocześnie do naczynia reakcyjnego o pojemności 4,54 litra, wyposażonego w rynną przelewową. Prędkość przepływu strumienia każdego z roztworów utrzymuje się na poziomie 2,27 — 3,63 litra/minutę a łączna prędkość przepływu obu strumieni wynosi 4,54 — 6,81 litra/minutę.

Zmieniając prędkość przepływu roztworu $MgSO_4$ utrzymuje się szlam w nadmierze 15 — 20 g $MgSO_4$ /litr. Powstały osad rozcieńcza się niezwłocznie wodą wodociągową i sączy na obrotowym filtrze próżniowym. Stosuje się 7-minutowy cykl pracy filtra z odsączaniem na poziomie rynny przelewowej.

Do przemywania używa się wody wodociągowej o temperaturze 35°C. Placek osadu po przemyciu suszy się w ciągu 6—12 godzin w temperaturze 260°C. Otrzymuje się kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i zawierający 0,20% Na_2O . Wyniki analizy chemicznej kompleksu: MgO — 25,9%, SiO_2 — 59,6%, straty przy prażeniu 11,3%, Na_2O — 0,20%, SO_4 — 0,007%.

Nieoczekiwane i rzeczywiste własności nowego kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu według wynalazku widać jasno po przeanalizowaniu podanych niżej wyników badań. W badaniach tych kompleks według wynalazku bada się jako taki i w połączeniu z handlowymi gatunkami MgO , używanymi w przemyśle stalowniczym a osiągnięte własności izolacyjne porównano z własnościami, uzyskanymi przy zastosowaniu handlowego gatunku MgO_2 , stosowanego w stalownictwie.

Przykład IX: Wytwarza się szlam powłokowy, mieszając w mieszalniku Waringa 60 g handlowego gatunku MgO stosowanego w stalownictwie, 30 g bezpostaciowego kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu wytworzonego w sposób podany w przykładach I—VIII i 750 ml wody

pozbawionej jonów. Stężenie szlamu wynosi 100 g substancji stałej w litrze. Mieszaninę pozostawia się do ustalenia się jej lepkości. Powstałym szlaczem powleka się paski ze stali krzemowej o wymiarach $3,5 \times 3$ cm, przy czym gramatura powleczonej warstwy wynosi 18,6 g/m² w przeliczeniu na MgO . Powleczone paski suszy się w temperaturze 250—270°C i wyżarza się następnie w komorze pieca w ciągu 30 godzin w temperaturze 1200°C.

Dla porównania, przygotowuje się jak opisano wyżej, szlam powłokowy o stężeniu 100 g suchej substancji w litrze, składający się tylko z handlowego gatunku MgO stosowanego w stalownictwie. Powleka się nim takie same paski stalowe, jak opisano poprzednio. Po wyżarzeniu i ochłodzeniu zeskrobuje się ze wszystkich próbek nylonową szczotką i sułkiem nadmiar powłoki. Tak przygotowane paski poddaje się badaniom oporności metodą Franklina według ASTM-A344-60T na obydwóch powierzchniach. Otrzymuje się następujące wyniki:

25	Materiał powłoki	Oporność (cm/cm ²)
	według przykładu I	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i zawierający 0,77% Na_2O),	1000
	b) MgO .	3,8
	według przykładu II	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i zawierający 0,77% Na_2O),	1000
	b) MgO .	4,9
	według przykładu III	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 17:1 i zawierający 0,01% Na_2O),	19,8
	b) MgO .	2,8
	według przykładu IV	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 13:1 i zawierający 0,01% Na_2O),	25,2
	b) MgO .	2,8
	według przykładu V	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:27 i zawierający 0,84% Na_2O),	537,9
	b) MgO .	2,8
	według przykładu VI	
	a) Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:14,2 i zawierający 0,54% Na_2O),	41,7
	b) MgO .	2,8

Opisane wyżej wyniki wskazują, że tlenek magnezu stosowany do powlekania stali krzemowej o zorientowanych ziarnach daje stosunkowo niską oporność podczas gdy taka sama powłoka z MgO, zawierająca nowy bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu daje powłokę o znacznie wyższej oporności.

Wyniki porównywalne do wskazanych wyżej osiąga się, stosując inne reprezentatywne bezpostaciowe kompleksy tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, mieszczące się w zakresie wynalazku. W poniższym przykładzie podano wyniki, osiągnięte przy zastosowaniu do powlekania stali krzemowej jedynie nowego kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu. Wyniki te porównano z izolacją uzyskaną przy zastosowaniu handlowego gatunku MgO, stosowanego w stalownictwie.

Przykład X: Sporządza się szlam powłokowy, mieszając w mieszalniku Waringa 60 g bezpostaciowego kompleksu tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i o zawartości Na_2O wynoszącej 0,774%) z 500 ml wody pozbawionej jonów. Mieszankę pozostawia się do odstanienia w celu ustalenia się jej lepkości. Powstałym szlame powleka się paski ze stali krzemowej o wymiarach $30,5 \times 3$ cm, przy czym gramatura powłoki wynosi $8,85 \text{ g/cm}^2$ w przeliczeniu na MgO. Powleczone paski suszy się w temperaturze $250-270^\circ\text{C}$ i następnie wyżarza się w komorze pieca w ciągu 30 godzin w temperaturze 1200°C . Dla porównania, paski ze stali krzemowej, opisane wyżej, powleka się w ten sam sposób szlame o stężeniu jaki podano poprzednio, zawierającym jednak tylko handlowy gatunek MgO, stosowany w stalownictwie.

Po wyżarzaniu w komorze pieca i ochłodzeniu

zeskrobuje się ze wszystkich próbek nylonową szczotką i suknem nadmiar powłoki. Na obu powierzchniach pasków, przygotowanych w opisany wyżej sposób, bada się oporność metodą Franklina według ASTM-A-344 60T otrzymując następujące wyniki:

Materiał powłoki	Oporność (cm/cm ²)
Kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu (o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6 i zawierający 0,774% Na_2O), MgO.	15,2 4,0

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek do powlekania materiału zawierającego żelazo, zwłaszcza stali krzemowej, **znamienny tym**, że zawiera, co najmniej jeden bezpostaciowy kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu, zawierający 0,001 — 2,0% wagowych tlenku metalu alkalicznego i o stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:25 — 14:1.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:13 — 7:1, zawierający 0,01 — 1,0% wagowych tlenku metalu alkalicznego.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera kompleks tlenku magnezu z dwutlenkiem krzemu w stosunku molowym $MgO:SiO_2$ wynoszącym 1:1,6, zawierający 0,05 — 0,4% wagowych tlenku sodu.