

研制天线棒等磁性器件的新原料及其工艺

林 来 金

(应用物理系)

摘 要

本文介绍利用硫酸渣制备氧化铁红(Fe_2O_3)原料的工艺过程,该原料具有化学活性强、颗粒细脆易磨、固相反应均匀等优点,尤其用以制备中波铁氧体磁性器件,具有工艺简化(仅一次球磨),缩短生产周期108 h,烧结温度低宽、成品率达95%以上,经济效益高。

一、前 言

制备天线棒等磁性器件的主要原料——铁红的途径多种多样,归纳起来可分为化学提取法和物理提取法两种。选用硫酸渣为原料以物理提取法制备铁红,有利条件很多,硫酸渣含丰富 Fe_3O_4 ,便于磁选,原料颗粒细脆易磨,化学活性强,固相反应均匀;原料来源方便,工艺简单,成本低;具有变废为宝、化害为利等优点。经省中检所例行试验结论,各种性能均达指标要求。在中批量生产中,性能保持稳定。同时将常规工艺进一步改革(二次球磨改为一次球磨),因而缩短生产周期108 h,性能仍然稳定。本成果曾在全国“四二〇”磁性代用会议上列为重点推广使用项目,该产品造价低廉,目前仍大量外销香港。

二、硫酸渣制备铁红的工艺简介

硫酸生产厂将硫铁矿(FeS)经高温煅烧,通过化学萃取提取硫酸后排出大量废渣(硫酸渣)。此原料经取样分析,主要由Fe、S、Si、Ca、Mg、Zn、Pb、K、Na等成分混合组成。由于提出硫酸的工艺有起伏,故硫酸渣中含可利用的 Fe_3O_4 有相应的变化,经鉴定原料的含量(%): (1)呈棕色的 $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 25-35$, $\text{Fe}_3\text{O}_4 = 15-25$; (2)呈棕褐色的 $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 20-25$, $\text{Fe}_3\text{O}_4 = 25-30$; (3)呈褐色的 $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 5-10$, $\text{Fe}_3\text{O}_4 = 40-45$ 。同时,这种原料粒度($20-30\mu\text{m}$)细脆易磨,化学活性强,固相反应均匀。在这三种原料中,我们感兴趣的是带褐色原料含 Fe_3O_4 丰富。它在工艺上便于磁选提纯,工艺流程为原料过筛、漂洗、磁选提纯、氧化去硫等(图1)。在批量生产中,对工艺进行反复修正考核,最后获得切实可行的

简化工艺如图 2。

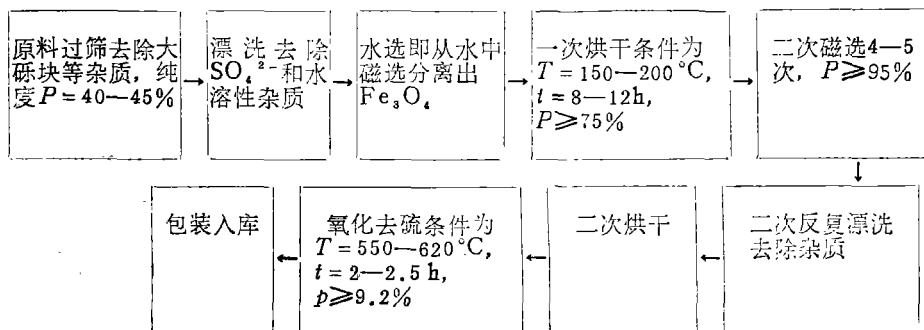


图1 硫酸渣提取铁红的工艺流程

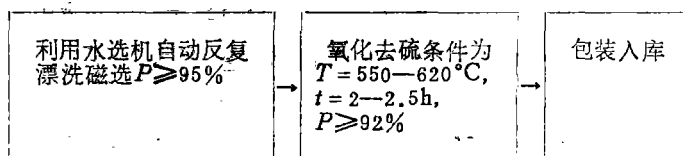


图2 硫酸渣制备铁红的现行简化工艺流程

可见图 2 比图 1 的工艺流程大大简化了。在生产线上仅安装 4 台水选机连续自动化水选 8—9 次，直接煅烧生成铁红，日产量可达 400—500 kg。效率提高 8—9 倍，操作人员减少 6—7 倍。如果水选机增加到 14 台，操作程序按图 3 中 6 → 3 → 2 → 1 → 1 → 1 级数布设。原料从水选机第一级 → 末级输出 → 装匣煅烧 → 检验装袋入库，实现全自动化流水生产线，效率可再提高 4—5 倍（日产量达吨级），保质并改善了环境气氛和劳动条件。

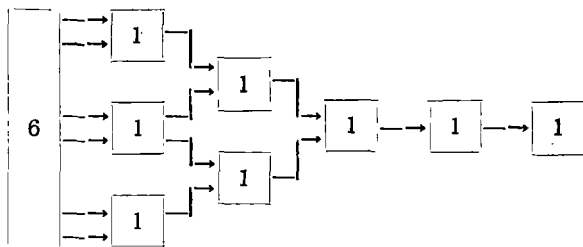


图3 磁选机改装示意

三、用铁红制备磁性器件的工艺及其性能

用自制铁红试制磁性器件时，存在磁性良好与机械强度差的矛盾。锰元素具有增加软化，降低脆性等特性，在配方配比上提高锰含量，并采用优选法对配方和工艺进行优选试验。终于获得性能全优的效果。下面介绍有关工艺及其性能指标。

1. 经济指标 经济效益如表 1 所示。

表1 自制和外购铁红经济效益比较

项 目	自制铁红	外购铁红
纯度(%)	≥92	≥96
成本(元/t)	≥300	≥1300
烧结温度(℃)	1130±20	1240±10
成品合格率(%)	≥95	≤75

2. 工艺比较 利用自备铁红与外购工业纯铁红, 分别制作磁性器件的工艺流程比较如图4、5所示。

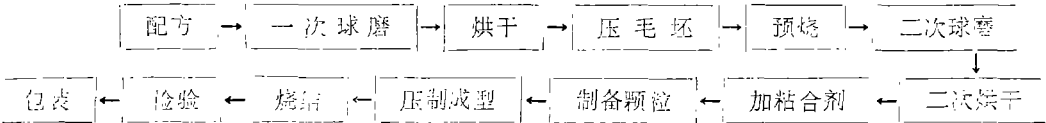


图4 磁性器件生产的常规工艺

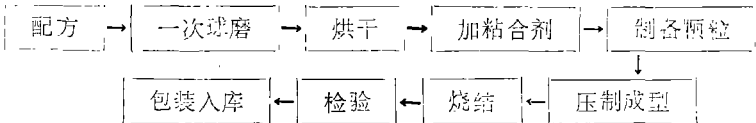


图5 自制铁红磁性器件生产的新工艺

可见新工艺比常规的老工艺减略了4道工序, 缩短了108 h的生产周期。

3. 性能比较 采用相同型号、规格天线磁棒的性能检测结果如表2所示。

表2 MXO-400 Y10×1400试样的性能比较

项目	规格	仪器	频率(MHz)	相对品质因素 n_q	相对导磁率 μ_e	机械强度
外购铁红	达标*	QBG-3高频仪表	1.6	1.2—1.5	9.5—11.0	较好
自制铁红	达标*	QBG-3高频仪表	1.6	1.5—1.7	9.8—11.5	良好

* $L=140\pm0.24\text{ mm}$, $Y=10\pm0.40\text{ mm}$.

4. 例行试验 本课题在恶劣环境条件下应考核磁性能的变化特点, 其指标要求: (1) 相对品质因素 $n_q=Q_K/Q_0\geq 2\%$; (2) 相对导磁率 $\mu_e=C_0/C_K\geq 2\%$. 试验委托省中检所做, 测试的有关参数列于表3.

表3 MXO-400 Y10×140磁棒例行试验

项 目	频率(MHz)	外购铁红*		自制铁红*	
		n_q	μ_e	n_q	μ_e
常温测试	1.6	1.50	11.1	2.0	9.6
高温测试	1.6	1.52	11.1	1.96	9.65
低温测试	1.6	1.52	11.1	2.0	9.6
潮湿测试	1.6	1.50	11.1	1.95	9.6

* 部标 $n_q=Q_K/Q_0=1.5$; $\mu_e=C_0/C_K=9.0$.

四、优选法试验结果

本成果主要应用优选法来解决以下两个重要技术难点。

1. 氧化去硫优选试验

在提取氧化铁红的氧化去硫工序中, 煅烧温度对铁红的性能影响极灵敏, 温度 $> 800^{\circ}\text{C}$ 活性较差, 温度 $< 300^{\circ}\text{C}$ 则 SO_4^{2-} 等杂质挥发不干净。根据 SO_4^{2-} 在 $350\text{—}450^{\circ}\text{C}$ 范围内能转化成 SO_2 挥发的特性, 拟定煅烧温度范围为 $300\text{—}800^{\circ}\text{C}$ 进行优选试验, 获得良好效果。试验步骤: (1) 第一次优选试验点的数据计算为: 头 + (尾 - 头) $\times 0.618 = 300 + (800 - 300) \times 0.618 = 609^{\circ}\text{C}$, 试验结果性能较好; (2) 第二次优选: (头 + 尾) - 609 = (300 + 800) - 609 = 491 $^{\circ}\text{C}$, 试验结果性能较差; (3) 第三次优选: 300 + 609 - 491 = 418 $^{\circ}\text{C}$, 试验结果更差; (4) 第四次优选: (418 + 609) - 491 = 536 $^{\circ}\text{C}$, 试验结果性能良好。优选试验表明煅烧温度在 $550\text{—}620^{\circ}\text{C}$ 内重复试验可获得满意的结果。

2. 磁性元件配方调整的优选试验

用自制铁红原料按常规工艺试制天线磁棒, 存在机械性能差、脆性大、分层、断裂和弯曲变形等弊病, 其中锰元素对机械性能影响较灵敏。据此, 进行配方优选试验。

按自制铁红原料试制规格为 $\text{Y}10 \times 140$ 和 $\text{B}5 \times 13 \times 55$ 的试验方案, 取 Fe_2O_3 (摩尔百分比) = 54—58%, 用平分法配比为 56%; ZnO (摩尔百分比) = 12—18%; MnCO_3 (摩尔百分比) = 26—31%。采用 0.618 优选法对 ZnO 和 MnCO_3 进行优选试验: (1) 第一次优选 $\text{MnCO}_3 = 26 + (31 - 26) \times 0.618 = 29.09\%$, $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 56\%$, $\text{ZnO} = 14.9\%$, 则配方配比 (%) 为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{MnCO}_3 : \text{ZnO} = 56 : 29.1 : 14.9$, 结果表明机械性能较好, 磁性能较差; (2) 第二次优选 $\text{MnCO}_3 = (26 + 31) - 29.09 = 27.91\%$, $\text{ZnO} = 16.09\%$, 则配方配比 (%) 为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{MnCO}_3 : \text{ZnO} = 56 : 27.91 : 16.09$, 表明机械性能较好, 磁性能不理想; (3) 第三次优选 $\text{MnCO}_3 = (27.91 + 31) - 29.09 = 28.82\%$, $\text{ZnO} = 15.18\%$, 则配方配比 (%) 为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{MnCO}_3 : \text{ZnO} = 56 : 28.82 : 15.18$, 表明机械性能和磁性能都较好; (4) 第四次优选

$\text{MnCO}_3 = (28.82 + 31) - 29.09 = 28.19\%$,

$\text{ZnO} = 15.81\%$, 则配方配比 (%) 为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 :$

$\text{MnCO}_3 : \text{ZnO} = 56 : 28.19 : 15.81$, 表明机械性能较好, 磁性能理想。然后, 确定表 4 中 1* 和 2* 两种配方重复试验, 表明机械性能、磁性能都很好, 投产以来一直保持优质、高产。

表 4 软磁天线棒配方

名称	1* (%)	2* (%)
Fe_2O_3	55.5	56
MnCO_3	29	28.5
ZnO	16.5	16.5

五、结 束 语

目前用硫酸渣提取铁红的设备较陈旧, 效率不高, 环境不干净, 无法进一步提高产量和质量。为此, 除按图 3 所示的生产措施提高产量, 分离出可溶性杂质, 并用蒸馏水漂洗干净。另方面, 当前一般隧道炉中耐火材料, 在高温煅烧中难免污染有害杂质, 建议改用不锈钢承烧板来进一步减少污染和提高纯度 $\geq 96\%$, 并在配方和工艺方面进行适当调整和改进,

则可扩大产品品种。我们已试制较高磁性能的MXO-800和MXO-1000 $\phi 10 \times 6 \times 4$ 的脉冲变压器磁芯,性能同样达标,说明进一步用本材料制备短波、中短波、硬磁、矩磁、压磁、旋磁器件等领域,已具可行性。

本课题在试制过程中承蒙福州市机电局、福州硫酸厂、省中检所、福州城门中学、福州无线电四厂等大力协助,谨表感谢。

参 考 文 献

- [1] C.B.冯索夫斯基著,潘孝硕等译,现代磁学,科学出版社,(1960)。

A New Material for Making Bar Magnet and Other Soft Magnetic Devices

Lin Loijin

Abstract

This paper presents the technological process for preparing Ferri oxide(Fe_2O_3) material by use of recycled cinder of sulfuric acid.

This new material, with fine and brittle granules, can be easily broke and ground. It shows a high chemical activity and a homogeneous solid state reaction. It is a material suitable for making medium wave bar magnet and other soft magnetic devices.

Its technological process is very simple. It needs only once ball grinding instead of twice, and then its production cycle can be shortened to 108hrs. Its sintering temperature is low and broad. It has a rate of finished products up to 95%.