



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4276891/31-02

(22) 06.07.87

(46) 30.01.89. Бюл. № 4

(71) Шосткинский филиал Всесоюзного научно-исследовательского и проектно-го института химико-фотографической промышленности и ЛГУ им. А.А. Жданова

(72) М.Г. Осмоловский, Л.Ю. Иванова, С.М. Козьмина, А.И. Дунаев и Л.В. Сапрыкина

(53) 621.762.2; 621.318.1(088,8)

(56) Патент США № 3034988, кл. 252-62.5 опублик. 1963.

Патент ФРГ № 294256, кл. С 01 G 37/02, опублик. 1981.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА ДВУОКИСИ ХРОМА ДЛЯ НОСИТЕЛЕЙ МАГНИТНОЙ ЗАПИСИ

(57) Изобретение относится к получению порошка двуокиси хрома для носителей магнитной записи, предназначенных для профессиональной и бытовой видеозаписи. С целью повышения однородности порошка двуокиси хрома при его получении используют гидротермальное разложение смеси хромового ангидрида и окиси хрома в присутствии окиси железа и оксалата сурьмы. Получены порошки магнитной двуокиси хрома с коэрцитивной силой 502-543 Э и коэффициентом неоднородности по полям перемангничивания 0,51-0,56. 1 табл.

Изобретение относится к магнитным материалам, в частности к способам получения порошка двуокиси хрома для изготовления носителей магнитной записи информации, и может быть использовано при изготовлении магнитных лент для профессиональной и бытовой видеозаписи.

Цель изобретения - повышение однородности порошка двуокиси хрома.

Изобретение основано на использовании гидротермального разложения смеси хромового ангидрида и окиси хрома в присутствии окиси железа и оксалата сурьмы $SbCr_2O_4 \cdot OH$.

Применение оксалата сурьмы обеспечивает полное его растворение при смешении с хромовым ангидридом и водой

2
без загрязнения пасты каким-либо анионом, который мог бы повлиять на механизм роста кристаллов двуокиси хрома или на коррозионную устойчивость аппаратуры для синтеза. При введении оксалата сурьмы спонтанное зародышеобразование смешанных оксидов $SbCr_xFe_yO_4$, на которых кристаллизуется диоксид хрома, происходит в узкой температурной области, что обеспечивает более высокую однородность порошка (низкую величину коэффициента β), чем при использовании оксида сурьмы (сенармонтин) с высокой величиной удельной поверхности. Кроме того, высокая коэрцитивная сила при использовании оксалата сурьмы, быстро растворяющегося при взаимодейст-

вии с хромовой кислотой в ходе проведения синтеза, может быть достигнута при меньшем содержании оксалата сурьмы, чем оксида.

Критериями монодисперсности служит коэффициент неоднородности по полям переманичивания $\beta = \frac{H_{1/2}}{H_c}$, где $H_{1/2}$ — полуширина линии первой производной намагниченности по полю, H_c — значение поля, отвечающего максимуму производной.

Пример 1. Гидротермальный синтез двуокиси хрома проводят в присутствии окиси сурьмы (сенармонита с удельной поверхностью $5,7 \text{ м}^2/\text{г}$) по известному способу.

К хромовому ангидриду CrO_3 ($274,4 \text{ г}$) добавляют окись железа Fe_2O_3 ($1,3816 \text{ г}$) и окись сурьмы (сенармонит уд. поверхность $5,7 \text{ м}^2/\text{г}$ — $0,7256 \text{ г}$). В смесь вливают воду 118 г . Смесь перемешивают. Затем к смеси постепенно добавляется окись хрома Cr_2O_3 ($137,2 \text{ г}$) при непрерывном перемешивании.

Полученную пасту переливают в пробирку из кварцевого стекла, которую устанавливают в автоклав емкостью $0,5 \text{ л}$. В автоклав перед установкой пробирки предварительно вливают 17 г воды. Смесь в автоклаве разогревают до 330°C , при этом давление возрастает до 350 атм . Длительность разогрева 3 ч . Далее отключается обогрев автоклава, который самопроизвольно охлаждается за 20 ч . После охлаждения пробирку с прореагировавшей пастой вынимают из автоклава, спек извлекают из пробирки, перетирают, сушат при $110\text{--}120^\circ\text{C}$ 2 ч на воздухе.

По данным рентгенофазового анализа продукт является двуокисью хрома. По данным магнитных измерений, проведенных на осциллографической установке в переменном магнитном поле частотой 50 Гц с амплитудой 1 кЭ , порошок имеет коэрцитивную силу 491 Э , коэффициент неоднородности по полям переманичивания $\beta = 0,73$.

Пример 2. Гидротермальный синтез двуокиси хрома проводится в присутствии окиси сурьмы (сенармонита с удельной поверхностью $9,7 \text{ м}^2/\text{г}$) по известному способу.

К хромовому ангидриду CrO_3 ($274,4 \text{ г}$) добавляют окись железа Fe_2O_3 ($1,3816 \text{ г}$) и окись сурьмы (сенармонит, уд. поверхность $9,7 \text{ м}^2/\text{г}$) $0,7256 \text{ г}$. В смесь

вливают воду 118 г . Смесь перемешивают. Затем к смеси постепенно добавляют окись хрома Cr_2O_3 ($137,2 \text{ г}$) при непрерывном перемешивании.

Последовательность всех дальнейших операций по примеру 1.

По данным рентгенофазового анализа продукт является двуокисью хрома. По данным магнитных измерений он обладает коэрцитивной силой 502 Э , коэффициент неоднородности по полям переманичивания $\beta = 0,72$.

Пример 3. Гидротермальный синтез двуокиси хрома проводят в присутствии оксалата сурьмы $\text{SbC}_2\text{O}_4\text{OH}$ по предложенному способу. К хромовому ангидриду CrO_3 ($274,4 \text{ г}$) добавляют окись железа Fe_2O_3 ($1,3816 \text{ г}$) и оксалат сурьмы $\text{SbC}_2\text{O}_4\text{OH}$ ($1,1288 \text{ г}$). Смесь перемешивают, при этом выделяются пузырьки углекислого газа за счет химической реакции оксалата сурьмы с хромовой кислотой. Далее к смеси постепенно добавляется окись хрома Cr_2O_3 ($137,2 \text{ г}$) при непрерывном перемешивании.

Полученная паста переливается в пробирку из кварцевого стекла, которая далее устанавливается в автоклав емкостью $0,5 \text{ л}$. В автоклав перед установкой пробирки вливается 17 г воды. Смесь в автоклаве разогревают до 330°C , при этом давление возрастает до 350 атм . Длительность разогрева 3 ч . Далее отключается обогрев автоклава, который самопроизвольно охлаждается за 20 ч . После охлаждения пробирку с прореагировавшей пастой вынимают из автоклава, смесь извлекают из пробирки, перетирают в ступке, сушат при $110\text{--}120^\circ\text{C}$ 2 ч на воздухе.

По данным рентгенофазового анализа продукт является двуокисью хрома.

По данным магнитных измерений, проведенных на осциллографической установке в магнитном поле с частотой 50 Гц и амплитудой 1 кЭ , порошок имеет коэрцитивную силу 515 Э , коэффициент неоднородности по полям переманичивания $\beta = 0,51$.

Примеры 4, 5 и 6. Синтез двуокиси хрома проводится известным способом в присутствии окиси сурьмы — сенармонита с удельной поверхностью $5,7 \text{ м}^2/\text{г}$.

Содержание окиси сурьмы в исходной пасте в примере 4 $0,4617 \text{ г}$ в примере 5 $0,9235 \text{ г}$, в примере 6 $1,187 \text{ г}$. По-

следовательность всех операций и условия синтеза и переработки, как в примере 1.

Результаты приведены в таблице.

Примеры 7, 8 и 9. Синтез двуокиси хрома проводится известным способом в присутствии окиси сурьмы-сенармонтита с удельной поверхностью 9,7 м²/г. Содержание окиси сурьмы в исходной пасте в примере 7 0,4617 г, в примере 8 0,9235 г, в примере 1,187 г. Последовательность всех операций и условия синтеза и переработки, как в примере 1.

Результаты приведены в таблице.

Примеры 10, 11 и 12. Синтез двуокиси хрома проводится предложенным способом. Содержание оксалата сурьмы в исходной пасте в примере 10 0,7183 г, в примере 11 1,4367 г, в примере 12 - 1,1873 г. Последовательность всех операций и условия синтеза и переработки, как в примере 3.

Характеристики полученной магнитной двуокиси хрома (коэрцитивная сила H_c и коэффициент неоднородности β) сопоставлены в таблице. Результаты представлены по 3 группам в зависимости от используемого соединения сурьмы.

Примеры 1,2,4-9 относятся к получению порошка двуокиси хрома известным способом, а примеры 3,10-12 - к получению порошка двуокиси хрома предложенным способом.

Приведенные в таблице данные показывают, что для всех концентраций сурьмы при гидротермальном разложении смеси хромового ангидрида и окиси хрома в присутствии окиси железа и соединения сурьмы применение оксалата сурьмы согласно предложенному способу обеспечивает более высокую однородность порошка (величина β коэффициента неоднородности в таблице 0,51-0,66), чем при применении окиси сурьмы по известному способу ($\beta = 0,69-0,82$), причем это справедливо независимо от того, выше, ниже или равны величины H_c у порошка, синтезированного с использованием оксалата сурьмы и с использованием сенармонтита с высокой дисперсностью.

Использование изобретения позволяет улучшить качество носителей магнитной записи.

Формула изобретения

Способ получения порошка двуокиси хрома для носителей магнитной записи, включающий приготовление смеси хромового ангидрида и окиси хрома и ее гидротермальное разложение в присутствии окиси железа и соединения, содержащего сурьму, отличающийся тем, что, с целью повышения однородности порошка двуокиси хрома, в качестве соединения, содержащего сурьму, используют оксалат сурьмы.

Содержание сурьмы в пасте, г-атомов сурьмы на 100 г-атомов хрома	Окись сурьмы Sb_2O_3 , уд. 5,7 м ² /г			Окись сурьмы Sb_2O_3 , уд. 9,7 м ² /г			Оксалат сурьмы SbC_2O_4OH		
	Пример, №	H_c , Э	β	Пример, №	H_c , Э	β	Пример, №	H_c , Э	β
0,07	1	447	0,73	7	456	0,82	10	502	0,66
0,11	1	491	0,73	2	502	0,72	3	515	0,51
0,14	5	481	0,69	8	528	0,69	11	540	0,63
0,18	6	478	0,76	9	530	0,69	12	543	0,65

Редактор А. Долиннич Составитель В. Туров
Техред М. Ходанич Корректор С. Черни

Заказ 7385/16 Тираж 710 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4