



УКРАЇНА

(19) UA (11) 5276 (13) C1

(51)5 B 22 F 9/00, C 04 B 35/38.

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МАРГАНЕЦЬ-ЦИНКОВИХ ФЕРИТОВИХ ПОРОШКІВ

1

(20) 94250574, 26.04.93
(21) 4839118/02
(22) 09.04.90, SU
(46) 28.12.94. Бюл. № 7-1
(56) 1. Авторское свидетельство СССР № 450240, кл. В 22 F 9/00, 1969.

2. Заявка Японии № 49-27223, кл. C 04 B 35/38 (прототип).

(71) Всесоюзный научно-дослідний інститут реактивів і хімічно чистих матеріалів для електронної техніки, UA

(72) Марковський Євген Вікторович, Крігер Ельвіра Моїсеївна, Меламед Лілія За-
велівна, Панько Георгій Федорович

2

(73) Науково-дослідний інститут реактивів і матеріалів для електронної техніки, UA

(57) Способ получения марганец-цинковых ферритовых порошков, включающий пригот-
овление смеси растворов солей, совмест-
ное осаждение смеси гидроксидов
осадителем, окисление осадка гидроксидов,
промывку и сушку осадка, о т л и ч а ю щ и й-
ся тем, что в качестве осадителя использу-
ют смесь водных растворов гидроксидов на-
трия и аммония, взятых в мольном
соотношении (2-8):1.

Изобретение относится к области по-
рошковой металлургии, в частности к спосо-
бам получения марганец-цинковых
ферритовых порошков, которые могут быть
использованы при изготовлении магнитных
головок видеаппаратуры.

Известен метод получения ферритовых
порошков путем осаждения из растворов
солей раствором 8-оксихинолина в присут-
ствии комплексообразователей ионов ме-
таллов-компонентов ферритовых порошков
или винной кислоты и аммиака с последую-
щим прокаливанием и ферритизацией осад-
ка [1].

Наиболее близким к заявляемому спо-
собу по технической сущности и достигае-
мому результату является способ получения
марганец-цинковых ферритовых порошков
путем осаждения смеси водных растворов
солей железа, марганца и цинка раствором
NaOH с последующим окислением водной

суспензии воздухом, фильтрацией, отмыв-
кой полученного осадка и сушкой [2].

Недостатком указанного способа явля-
ется значительная невоспроизводимость
заданного химического состава, что связано
с большими различиями pH полного оса-
ждения соответствующих гидроксидов. Вме-
сте с тем, именно состав феррита является
основным фактором, определяющим воз-
можность получения материалов с высоки-
ми эксплуатационными свойствами.

Задачей настоящего изобретения явля-
ется разработка способа получения марга-
нец-цинковых ферритовых порошков, в
котором путем замены осадителя можно до-
стичь получения высокодисперсных марга-
нец-цинковых ферритовых порошков строго
заданного состава с увеличенным выходом.
Поставленная задача решается тем, что в
известном способе получения марганец-
цинковых ферритовых порошков, включаю-
щем приготовление смеси растворов солей,

(19) UA (11) 5276 (13) C1

совместное осаждение смеси гидроксидов осадителем, окисление осадка гидроксидов, промывку и сушку осадка, в качестве осадителя используют смесь водных растворов гидроксидов натрия и аммония, взятых в мольном соотношении (2-8):1.

Изобретение осуществляется следующим образом.

Смесь растворов сернокислых солей FeSO_4 , MnSO_4 и ZnSO_4 , взятых в количествах: 2,809 л FeSO_4 , 0,837 л MnSO_4 и 0,354 л ZnSO_4 соответственно с концентрацией 448 г/л, 246 г/л, 285,8 г/л осаждают сложным осадителем, состоящим из смеси гидроксидов NaOH и NH_4OH , взятых в количествах: 2,8 л NaOH с концентрацией 160 г/л и 0,7 л NH_4OH с концентрацией 220 г/л. pH полученной суспензии после перемешивания смеси растворов с осадителем составляет 11,5-12,0; что безусловно обеспечивает полноту осаждения компонентов. В процессе перемешивания суспензии после слива осадителя вводится окислитель-натрий азотнокислый - NaNO_3 в количестве 380 г. Реакционная масса перемешивается в течение 45 мин при температуре 90°C, затем осадок фильтруют. Отмывка от примесей проводится 4-х кратной репульпацией при Т:Ж = 1:15. Осадок сушат при температуре 200-250°C. После сушки по данным рентгенофазового анализа получена 100% кристаллическая шпинельная фаза марганец-цинкового феррита с параметром решетки 8,43-8,46 Å.

Ферритовые порошки, полученные по заявляемому способу, по данным электронной микроскопии отличаются однородным гранулометрическим составом. Химический анализ показывает точно заданное содержание компонентов (марганца, цинка и железа).

В таблице представлены состав ферритовых порошков и их характеристики (точность определения удельной поверхности по БЭТ, параметра решетки и удельной намагниченности насыщения соответственно равна $\pm 10\%$; ± 2 нм; $\pm 7\%$).

Из приведенных в таблице данных следует, что использование предлагаемого способа при соотношении $\text{NaOH}:\text{NH}_4\text{OH} =$

$\approx (2-8):1$ позволяет получить марганец-цинковые ферритовые порошки строго заданного состава (примеры 1-4). При использовании сложного осадителя, где соотношение $\text{NaOH}:\text{NH}_4\text{OH}$ менее 2:1, отмечается сдвиг состава в основном по цинку (пример 5). При выходе за указанное соотношение $\text{NaOH}:\text{NH}_4\text{OH} \geq 8:1$ отмечается уменьшение полноты осаждения цинка (пример 6). Кроме того увеличение содержания NaOH нерационально, поскольку заранее предопределяет увеличение количества воды на отмывку от катиона Na . Использование для осаждения только одного водного раствора аммиака в качестве осадителя сопровождается значительными потерями как марганца, так и цинка, и следовательно, опять же приводит к сдвигу заданного состава (пример 8). Использование только одного гидроксида натрия приводит к значительным потерям соединений марганца, а следовательно, к сдвигу заданного состава (пример 7). Кроме того в этом случае осаждается некоторое количество не окисляемых в маточном растворе и не разлагающихся при температуре сушки основных солей, на что указывает несоответствие суммарного содержания оксидов ста процентам (во всех случаях приведен анализ порошка после сушки). Для получения марганец-цинкового ферритового порошка заданного состава по этому способу необходимо введение в осаждаемую смесь солей избытков MnO и ZnO против расчетного в следующих количествах - $\text{MnO} - 20,0$ мас. % и $\text{ZnO} - 2,0$ мас. % (пример 9). Эти количества избытков получены экспериментально. Но и в этом случае выход ферритового порошка заданного химического состава составляет 40-50%.

Сравнение характеристик порошков, полученных по заявляемому способу (примеры 1-4) и порошков по прототипу (пример 9), показывает, что заявляемый способ позволяет получить порошки с таким же уровнем характеристик, как и прототип, при 100%-ном выходе ферритового порошка заданного химического состава.

Влияние осадителя на состав ферритового порошка

5

№ № п/п	Количественное соотношение осадителя, мол. NaOH:NH ₄ OH	Состав ферритового порошка, мас. %			Степень осаждения		Характеристики порошков				
		Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO		ZnO	Кол-во шпинельной фазы, %	Параметр решетки, А	Уд. намагничен. насыщения, АМ/кг	Удельн. поверхность по БЭТ, м ² /г	Средний размер частиц, мкм
1	Заданный состав	71,0	19,0	10,0							
2	5,6:1	71,0	19,0	10,0	100	100	100	8,43	48,1	35,0	0,1-0,4
3	2,0:1	71,0	19,0	10,0	100	100	100	8,43	51,2	30,0	0,2-0,5
4	6,0:1	71,0	19,0	10,0	100	100	100	8,45	49,3	41,0	0,1-0,5
5	8,0:1	71,0	19,0	10,0	100	100	100	8,44	48,7	37,0	0,2-0,5
6	1,0:1	71,0	19,1	9,9	100	99,3					
7	10,0:1	71,42	19,11	9,475	99,9	99,4					
8	NaOH	73,33	16,38	9,95	83,5	99,5					
9	NH ₄ OH	75,77	16,75	7,48	82,6	70,0					
	NaOH	70,86	19,04	10,10			100	8,45	50,4	32,0	0,1-0,5

5276

6

Упорядник Л.Меламед	Техред М.Моргентал	Коректор О.Кравцова
---------------------	--------------------	---------------------

Замовлення 602

Тираж
Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Підписне

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101