



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) 263820

(13) B1

(21) PV 04206-87.X
(22) Přihlášeno 08 06 87

(40) Zveřejněno 16 09 88
(45) Vydáno 15 07 89

(51) Int. Cl. 4
B 22 F 9/24

(75)
Autor vynálezu

BOHÁČEK JAROSLAV ing., PRAHA, POKORNÝ MIROSLAV ing.,
PARDUBICE, TĚR MARTIN ing., PRAHA

(54)

Způsob výroby práškových substituovaných hexagonálních feritů

(57) Způsob výroby práškových feromagnetických látek, vhodných pro přípravu nosičů magnetického záznamu s vysokým stupněm kolmé magnetizace, předčí ostatní média především v odezvě na krátkovlnné signály. Nachází uplatnění v záznamu digitálních dat o vysoké hustotě pro počítačovou a audiovizuální techniku.

Výsledný produkt lze charakterizovat jako substituovaný $\text{Me Fe}_{12}\text{O}_{21}$, kde Me je baryum nebo stroncium. Volbou množství substituentů lze měnit koercivitu produktu v širokých mezích.

Podstatou řešení je spolusrážení roztoku výchozích solí hydroxidem a uhlíčanem, přičemž titan je v roztoku přítomen ve formě halogenkompleků. Získaná sraženina je po dekantaci, filtraci a sušení temperována na 750 až 1 000 °C. Výhodou oproti používané „sklo-krystalizační“ metodě je nižší technologická a energetická náročnost plynoucí z nižší reakční teploty.

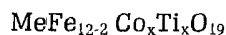
Vynález se týká způsobu výroby práškových substituovaných hexagonálních feritů barya a stroncia ze spolusrážené směsi hydratovaných oxidů a uhličitánů. Uvedené sloučeniny jsou vhodné pro výrobu nosičů magnetického záznamu o vysoké hustotě.

Jsou známy způsoby výroby práškových hexagonálních feritů, např. tzv. sklo-krystalizační metodou, popsanou např. v IEEE Transactions on Magnetics, ročník Mag. — 23, číslo 1, str. 29 až 32 (1987). Nevýhodou tohoto postupu je nutnost použít reakční teplotu vyšší než 1000 °C, což činí výrobu energeticky i technologicky náročnou. Další metodou popsanou autory Hanedou, Miyakawou a Kojimou v Journal of the American Ceramic Society, ročník 57, číslo 8, str. 354 až 356 (1974) je výroba vysokokoercitivního hexagonálního feritu barya ze spolusrážené směsi hydroxidů a uhličitánů bez substituujících iontů. Jako optimální teplota temperace je zde doporučeno 925 °C. Produkt má pak tyto magnetické vlastnosti:

$$\begin{aligned} H_m &= 12\,700 \text{ A cm}^{-1}, \\ H_c &= 4\,770 \text{ A cm}^{-1} \text{ a} \\ J_{m-sp} &= 800 \cdot 10^{-4} \text{ T g}^{-1} \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

Zvyšování koercivity záznamových feromagnetik je průvodním jevem vývoje magnetického záznamu, má však své praktické omezení v materiálech, hlav a jejich konstrukci, takže v současné době představuje koercivita 1000 A cm⁻¹ maximální hranici. Hlavním nedostatkem této metody je tedy nemožnost ovlivnění koercivity feritu, z toho plyne i nevhodnost produktu pro záznam signálu.

Uvedené nedostatky odstraňuje vynález. Předmětem vynálezu je způsob výroby práškových substituovaných hexagonálních feritů obecného vzorce:



kde představuje

Tabulka č. 1

x	Ba Cl ₂ · 2H ₂ O (g)	Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O (g)	Co(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O (g)	Ti Cl ₄ (cm ³)
0,70	12,3	215	10,2	3,9
0,80	12,3	211	11,7	4,4
0,85	12,3	209	12,4	4,7

Soli Fe³⁺, Ba²⁺ a Co²⁺ byly odděleně rozpuštěny v H₂O tak, aby po vzájemném smíchání roztoků byl jejich objem 500 cm³. Do této soustavy byl za míchání přilít i roztok Ti⁴⁺. K srážení byla použita směs vzniklá rozpuštěním 42 g K₂CO₃ a 20 g KOH v 450 cm³ H₂O. Při teplotě 20 °C byl roztok hydroxidu a uhličitanu rovnoměrně dávkován za

Me stroncium nebo baryum (příp. jejich směs) a

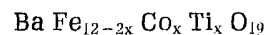
x se pohybuje v rozmezí 0,95 — 0,2.

Výrobní postup je charakterizován tím, že roztok obsahující rozpuštěné soli uvedených kovů ve stechiometrickém poměru je srážen hydroxidem (OH⁻) a uhličitánem (CO₃²⁻). Titan je v roztoku přítomen ve formě halogenkomplexu. S výhodou se při způsobu podle vynálezu používá směs [TiCl₅(H₂O)]⁻ a [TiCl₆]²⁻. Získaná sraženina je po dekantaci odfiltrována, usušena a temperována na teplotu 750 až 1000 °C. Produkt má velikost částic 0,06 až 0,09 μm, specifický povrch 24 až 30 m² g⁻¹ a charakteristické magnetické vlastnosti:

$$\begin{aligned} J_{r-sp} &= 475 \cdot 10^{-4} \text{ T g}^{-1} \text{ cm}^3, \\ J_{m-sp} &= 845 \cdot 10^{-4} \text{ T g}^{-1} \text{ cm}^3. \end{aligned}$$

Výhodou způsobu výroby práškových substituovaných feritů podle vynálezu je velmi malá velikost částic umožňujících výrobu nosiče magnetického záznamu o vysoké hustotě při zachování poměrně jednoduché technologie a možnost volby hodnot koercivity v širokých mezích v závislosti na množství substituentů. Další výhodou je malá technologická a energetická náročnost související s nižší použitou reakční teplotou oproti „sklo-krystalizační“ metodě.

Způsob výroby je osvětlen v následujících příkladech: Byl připravován ferit barya podle vzorce:



s různými množstvími substituentů. V tabulce číslo 1 jsou uvedeny navážky jednotlivých solí. K uvedenému množství TiCl₄ bylo vždy přidáno 8 cm³ HCl (36 %) a vzniklá směs chlorokomplexů byla doplněna H₂O na celkový objem 50 cm³.

míchání do roztoku solí Ba, Fe, Co a Ti po dobu 4 hodin. Po skončení reakce bylo pH v reakční směsi 9,5. Vzniklá sraženina byla 5krát dekantována H₂O, odfiltrována a sušena při 80 °C. Magnetické vlastnosti produktů získaných temperací práškových sraženin na 900 °C po dobu 60 minut jsou shrnuty v tabulce č. 2.

Tabulka č. 2

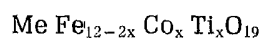
x	$H_{\max}$ [A cm ⁻¹]	H_c [A cm ⁻¹]	$J_{r-sp} \cdot 10^{-4}$ [Tg ⁻¹ cm ³]	$J_{m-sp} \cdot 10^{-4}$ [Tg ⁻¹ cm ³]	S (m ² g ⁻¹)
0,70	3 084	970	475	845	28,4
0,80	3 082	815	468	865	27,5
0,85	3 077	580	451	871	29,0

Substituované hexagonální ferity jsou prášková feromagnetika vhodná pro výrobu magnetických nosičů. Předčí ostatní média, především v odezvě na krátkovlnné signály.

Tato vlastnost je způsobena vysokým stupněm kolmé magnetizace. Nachází uplatnění v záznamu digitálních dat o vysoké hustotě pro počítačovou a audiovizuální techniku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby práškových substituovaných hexagonálních feritů obecného vzorce:



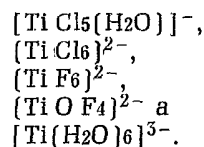
kde představuje

Me stroncium nebo baryum (případně jejich směs),

x se pohybuje v rozmezí 0,95 až 0,2,

při němž roztok obsahující rozpuštěné soli uvedených kovů ve stechiometrickém poměru je srážen alkalickým hydroxidem a uhličitánem, sraženina je po dekantaci, odfiltr-

vání a usušení temperována na 750 až 1 000 stupňů Celsia, vyznačující se tím, že titan je v roztoku přítomen ve formě jednoho nebo směsi halogenkomplexů ze skupiny:



2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se při srážení používá hydroxid amonný a alkalický nebo amonný uhličitán.