

(19) C2 (11) 44349 (13) UA

(98) а/с 3, м.Київ-119, 04119

(85) 1998-08-17

(74) Черепов Леонід Володимирович, (UA)

(45) [2002-02-15]

(43) null

(24) 2002-02-15

(22) 1997-01-09

(12) null

(21) 98084445

(46) 2002-02-15

(86) 1997-01-09 PCT/EP97/00062

(30) P 19601412.3 1996-01-17 DE

(54) ФЕРОМАГНІТНИЙ ЗАЛІЗО- ТА КОБАЛЬТОВМІСНИЙ ПІГМЕНТ, СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ ТА МАТЕРІАЛ ДЛЯ МАГНІТНОГО ЗАПИСУ, ЩО МІСТИТЬ ТАКИЙ ПІГМЕНТ

(56)

(71)

(72) DE Поганюх Петер DE Поганюх Петер DE Поганюх Петер DE Шваб Еккехард DE Шваб Еккехард DE Шваб Еккехард D
E Дауш Вільма M. DE Дауш Вільма M. DE Дауш Вільма M. DE Кьорнер Райнхард DE Кьорнер Райнхард DE Кьорнер Райнха
рд DE Вімберскі Вернер DE Вімберскі Вернер DE Вімберскі Вернер

(73) DE EMTEK МАГНЕТІКС ГМБХ DE ЭМТЕК МАГНЕТИКС ГМБХ DE EMTEC MAGNETICS GMBH

Настоящее изобретение относится к иглообразным ферромагнитным железо- и кобальтосодержащим пигментам, содержащим на 100 моль общего суммарного количества железа и кобальта от 5 до 20 моль кобальта, от 1 до 5 моль алюминия, от 3 до 10 моль кремния, от 0,7 до 3,5 моль фосфора и кислорода, причем сумма масс ингредиентов элементов железа, кобальта, алюминия, кремния, фосфора и кислорода составляет 95 % -100 % от общей массы пигментов. Эти ферромагнитные пигменты также могут быть использованы для приготовления магнитных материалов для записи.

Феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент, що містить залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор та кисень, має голчасту форму та містить на 100 молів молярної суми заліза і кобальту від 5 до 20 молів кобальту, від 1 до 5 молів алюмінію, від 3 до 10 молів кремнію, від 0,7 до 3,5 молів фосфору і кисню, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор і кисень складає 95-100 мас.% в перерахунку на загальну масу пігменту.

Спосіб одержання феромагнітного залізо- та кобальтовмісного пігменту полягає в тому, що розчин, який містить іони заліза (II), піддають взаємодії в присутності фосфатних іонів з основною сполукою лужного металу, взятою в кількості менше стехіометричної, з одержанням гідроксиду заліза (II), гідроксид заліза (II) окиснюють до альфа-FeOOH до тих пір, доки рН знизиться до значення нижче 4, іони заліза (II), які ще залишаються в розчині, окиснюють до FeOOH, причому зниження рН до значень нижче 4 уникають за допомогою основної сполуки лужного металу, додають розчини, що містять: іони кобальту (II), при рН від 7 до 10; силікату лужного металу; іони алюмінію, при рН від 6 до 10; іони магнію, осад відділяють, формують екструдат, висушують, термостатують при 700-850 градусах за Цельсієм, відновлюють воднем при 380-520 градусах за Цельсієм і після цього пасивують газом, що містить молекулярний кисень.

The invention relates to acicular, ferromagnetic, ferriferous and cobaltiferous pigments which contain per 100 mol of the molar sum of iron and cobalt, 5 to 20 mol of cobalt, 1 to 5 mol of aluminium, 3 to 10 mol of silicon, 0.7 to 3.5 mol of phosphorus, and oxygen, the sum of the parts by weight of the elements iron, cobalt, aluminium, silicon, phosphorus and oxygen being 95 to 100 % by weight of the total weight of the pigments. The ferromagnetic pigments can also be used to prepare magnetic recording materials.

1. Феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент, що містить залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор та кисень, який відрізняється тим, що пігмент має голчасту форму та містить на 100 молів молярної суми заліза і кобальту від 5 до 20 молів кобальту, від 1 до 5 молів алюмінію, від 3 до 10 молів кремнію, від 0,7 до 3,5 моля фосфору і кисню, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор і кисень складає 95-100 мас. % в перерахунку на загальну масу пігменту.
2. Пігмент за п. 1, який **відрізняється** тим, що сума масових часток елементів кобальт і залізо складає 65-85 мас.% в перерахунку на загальну масу пігменту.
3. Пігмент за п. 1 або 2, який **відрізняється** тим, що молярне відношення кремнію до алюмінію складає щонайменше 1.
4. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-3, який **відрізняється** тим, що молярна сума алюмінію і кремнію складає 4-13 молів на 100 молів молярної суми заліза і кобальту.
5. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-4, який **відрізняється** тим, що містить щонайменше один лужний метал.
6. Пігмент за п. 5, який **відрізняється** тим, що містить від 0,02 до 1 моля натрію на моль молярної суми заліза і кобальту, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор, натрій і кисень складає 95,1-100 мас. % в перерахунку на загальну масу пігменту.
7. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-6, який **відрізняється** тим, що містить від 0,01 до 1 моля магнію на моль молярної суми заліза і кобальту, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, магній, фосфор і кисень складає 95,1-100 мас. % в перерахунку на загальну масу пігменту.
8. Феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент за будь-яким з пунктів 1-7, що містить на 100 молів молярної суми заліза і кобальту від 5 до 20 молів кобальту, від 1 до 5 молів алюмінію, від 3 до 10 молів кремнію, від 0,01 до 1 моля магнію, від 0,7 до 3,5 моля фосфору, від 0,02 до 1 моля натрію і кисню, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, магній, фосфор, натрій і кисень складає 95,2-100 мас. % в перерахунку на загальну масу пігменту.
9. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-8, який **відрізняється** тим, що містить марганець або ітрій.
10. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-9, який **відрізняється** тим, що містить лантан або щонайменше один елемент з сімейства лантанідів.
11. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-10, який **відрізняється** тим, що містить лантан або неодим.
12. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-11, який **відрізняється** тим, що складається
 - а) на 30-70 об. % з серцевини, яка складається в основному з кобальту і заліза, та
 - б) на 30-70 об. % з оболонки, яка складається в основному з алюмінію, кремнію, магнію, фосфору і кисню.
13. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-12, який **відрізняється** тим, що його голчаста форма має середню довжину голок від 50 до 195 нм і відношення довжини до середньої товщини голок від 3:1 до 9:1.
14. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-13, який **відрізняється** тим, що коерцитивна сила H_c більше 115 кА/м.
15. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-14, який **відрізняється** тим, що намагніченість M_m не менше 135 нТл·м³/г при напруженості поля 400 кА/м.
16. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-15, який **відрізняється** тим, що має значення рН, зміряне відповідно до стандарту EN-ISO 787-9, в межах від 7 до 10.
17. Пігмент за будь-яким з пунктів 1-16, який **відрізняється** тим, що має електропровідність, зміряну відповідно до стандарту EN-ISO 787-14, в межах від 30 до 350 мкСм/см.
18. Спосіб одержання феромагнітного залізо- та кобальтовмісного пігменту за будь-яким з пунктів 1-17, який полягає в тому, що
 - а) розчин, що містить іони заліза (II), піддають взаємодії в присутності фосфатних іонів з основною сполукою лужного металу, взятою в кількості менше стехіометричної, з одержанням гідроксиду заліза (II),
 - б) гідроксид заліза (II) окиснюють до $\alpha - FeOOH$ до тих пір, доки рН не знизиться до значення нижче 4,
 - в) іони заліза (II), які ще залишаються в розчині, окиснюють до $\alpha - FeOOH$, причому зниження рН до значень нижче 4 уникають за допомогою основної сполуки лужного металу, який **відрізняється** тим, що додатково здійснюють наступні стадії:
 - г) додають розчин, що містить іони кобальту (II), при рН від 7 до 10,
 - д) додають розчин силікату лужного металу,
 - е) додають розчин, що містить іони алюмінію, при рН від 6 до 10,
 - ж) додають розчин, що містить іони магнію,
 - з) осад відділяють, формують екструдат, висушують, термостатують при 700-850°C, відновлюють воднем при 380-520°C і після цього пасивують газом, що містить молекулярний кисень.
19. Спосіб за п. 18, який **відрізняється** тим, що щонайменше на одній із стадій а) - е) додають щонайменше одну сполуку сірки.
20. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що як сполуку сірки додають сульфатні іони.
21. Спосіб за пп. 18-20, який **відрізняється** тим, що щонайменше на одній зі стадій а) - е) додають щонайменше одну сполуку марганцю, ітрію, лантану або неодиму.
22. Матеріал для магнітного запису, що містить пігмент, який **відрізняється** тим, що як пігмент містить феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент за будь-яким з пунктів 1-17, або феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент, одержаний відповідно до способу за будь-яким з пунктів 18-21.

Даний винахід відноситься до фосфоровмісних феромагнітних пігментів, зокрема до тих, що містять серцевину, яка складається в основному із заліза та кобальту, до способу їх одержання, їх застосуванню в матеріалах для магнітного запису, а також до самих матеріалів для магнітного запису, що містять такі пігменти.

Найбільш близьким до такого, що заявляється, є спосіб одержання феромагнітного залізо-та кобальтовмісного пігменту за патентом DE-A 3 603 431, що включає взаємодію розчину, який містить іони заліза (II) за присутності фосфатних іонів з основною сполукою лужного металу, взятою у кількості менше стехеометричної, з одержанням гідрооксиду заліза (II), окислення гідрооксиду заліза (II) до α -FeOОН доти, доки рН не знизиться до значення нижче 4, окислення іонів заліза (II), які ще залишаються в розчині, до FeOОН, причому зниження рН до значень нижче 4 запобігають за допомогою основної сполуки лужного металу.

В основу винаходу було покладено завдання запропонувати феромагнітні пігменти довжиною не більше 195нм з доброю диспергованістю, високою коерцитивною силою, доброю намагніченістю та високою корозійною стійкістю, технічно простий та економічний спосіб одержання таких пігментів, застосування пігментів при виготовленні матеріалів для магнітного запису, а також матеріали для магнітного запису, що містять такі пігменти..

Поставлена задача вирішена тим, що феромагнітний залізо- та кобальтовмісний пігмент, що містить залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор та кисень згідно з винаходом має голчасту форму та містить на 100 молів молярної суми заліза і кобальту від 1 до 5 молів алюмінію, від 3 до 10 молів кремнію, від 0.7 до 3.5 моля фосфору і кисню, причому сума масових часток елементів залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор і кисень складає 95-100мас.% в перерахунку на загальну масу пігментів

Згідно з винаходом для одержання α -FeOОН-зародків кристалізації розчин, зокрема водний, що містить іони заліза (II), спочатку піддають взаємодії в присутності фосфатних іонів з основною сполукою лужного металу, взятого в кількості менше стехіометричної відносно повного випадання в осад гідроксиду заліза (II), з одержанням гідроксиду заліза (II).

Як сполука заліза (II) можуть використовуватися залізні (II) солі більш прийнятне неорганічної кислоти, такої, як хлорна кислота або сірчана кислота.

Фосфатні іони можуть застосовуватися більш прийнятне у вигляді неорганічних сполук, таких, як фосфорна кислота та її солі, як, наприклад, NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , KH_2PO_4 а також у вигляді відповідних олігомерних фосфатів та фосфорних кислот.

Як основні сполуки лужного металу можуть розглядатися органічні і переважно неорганічні солі, такі, як карбонати, оксиди і насамперед гідроксиди лужних металів.

Розчин солі заліза (II) у переважному варіанті повинен мати концентрацію іонів заліза (II) від 0,5 до 1,4, більш прийнятне від 0,8 до 1,3моля/л.

До розчину солі заліза (II) більш прийнятно додавати фосфатні іони, зокрема у водному розчині, щоб в феромагнітних пігментах кількість фосфору складала мінімум 0,7 моля і максимум 3,5 моля на 100 молів суми заліза та кобальту. Необхідні для цього параметри можуть бути легко визначені за допомогою деяких простих попередніх дослідів. При меншій кількості фосфору утворюється лише крупнозернистий неоднорідний α -FeOОН з дендритами, з якого можуть бути одержані лише крупнозернисті спечені металеві частки з довжинами понад 200нм, причому коерцитивна сила не перевищує 115кА/м. Такі пігменти непридатні для високощільного запису. При більшій кількості фосфору частки α -FeOОН виходять надто малими. Коерцитивна сила одержаних з них магнітних пігментів недостатня для високощільного запису.

До зазначеного розчину можна при перемішуванні додавати основну сполуку лужного металу, більш прийнятно у вигляді розчину, насамперед водного розчину, причому концентрація іонів лужних металів в розчині повинна складати від 2 до 6, зокрема від 3 до 5молів/л, в кількості, якої достатньо для осадження 30 - 80, зокрема 50 - 60% іонів заліза (II) у вигляді гідроксиду заліза (II).

Реакцію осадження слід проводити більш прийнятно при температурі 20 - 65°C, зокрема при 40 - 60°C.

Згідно з винаходом після цього проводять окиснення при температурі 20 - 65°C, зокрема при 40 - 60°C, до тих пір, доки значення рН не знизиться нижче 4, з наступним окисненням при 50 - 80°C, зокрема при 60 - 80°C, причому зниження значення рН нижче 4 уникають доданням основних сполук.

Як прийнятні окисники можуть розглядатися тверді, рідкі і більш прийнятно газоподібні окисники, зокрема гази, що містять молекулярний кисень, наприклад, повітря.

Одержані частки ос-оксидгідрату заліза після цього імпрегнують сполукою кобальту (II), причому сполуки кобальту (II) додають як такі або більш прийнятно у вигляді розчину, зокрема водного розчину.

Як сполуки кобальту (II) можуть застосовуватися кобальтові (II) солі органічної кислоти, такої, як мурашина кислота або оцтова кислота, більш прийнятно неорганічної кислоти, такої, як соляна кислота, хлорна кислота або сірчана кислота.

Величину рН встановлюють згідно з винаходом доданням основних сполук, більш прийнятно названих вище основних сполук лужних металів, на значення в межах від 7 до 10, завдяки чому на частки оксиду заліза осаджується гідроксид кобальту.

Кількість іонів кобальту (II) більш прийнятно вибирати такою, щоб в феромагнітних пігментах кількість кобальту складала мінімум 5 молів і максимум 20 молів на 100 молів суми заліза та кобальту. При кількості кобальту менше

5 молів стійкі металеві пігменти не утворюються. При перевищенні ж зазначеної верхньої межі кількості гідроксид кобальту вже не покриває пігмент, а утворюються окремі фази гідроксиду кобальту.

Після цього згідно з винаходом додають розчин силікату лужного металу, зокрема розчин силікату натрію, більш прийнятне з перемішуванням при 20 - 80°C, більш прийнятне при 35 - 50°C. Кількість розчину силікату лужного металу повинна вибиратися з таким розрахунком, щоб кількість кремнію в феромагнітних пігментах складала від 3 до 10 молів на 100 молів суми заліза і кобальту.

Після цього частки α -оксидгідроксиду заліза обробляють сполукою алюмінію, причому сполуку алюмінію більш прийнятно слід додавати у вигляді розчину, зокрема водного розчину.

Як сполуки алюмінію можуть застосовуватися алюмінієві солі органічної кислоти, такої, як мурашина кислота або оцтова кислота, більш прийнятно неорганічної кислоти, такої, як соляна кислота, хлорна кислота або сірчана кислота.

Величину pH встановлюють згідно з винаходом шляхом додання основних сполук, більш прийнятно названих вище основних сполук лужних металів, на значення в межах 6 - 10, завдяки чому на частки оксиду заліза осаджується гідроксид алюмінію.

Реакцію осадження слід проводити більш прийнятно при температурі 20 - 80°C, зокрема при 35 - 50°C.

Кількість іонів алюмінію (III) більш прийнятно повинна бути вибрана такою, щоб кількість алюмінію в феромагнітних пігментах складала від 1 до 5 молів на 100 молів суми заліза і кобальту.

Загальна кількість алюмінію і кремнію при цьому вибирають згідно з винаходом таким чином, щоб молярна сума кількості алюмінію і кремнію складала від 4 до 13 молів на 100 молів молярної суми заліза і кобальту. При кількості менше 4 молів не досягається достатнього захисту від спікання і частки спікаються при зневодненні та відновленні. При перевищенні верхньої межі кількості ВІЗ молів намагніченість феромагнітних часток, що утворюються, надто мала. Відношення кремнію до алюмінію повинно складати не менше 1. При відношенні менше 1 ускладнюється відновлення і не утворюються частки з коерцитивною силою вище 115кА/м, які потрібні для високощільного магнітного запису.

Після цього частки α -FeOОН, покриті гідроксидом кобальту, гідроксидом кремнію і гідроксидом алюмінію, можуть бути оброблені допоміжною речовиною для запобігання тиксотропії.

Як допоміжні речовини можуть розглядатися зокрема магнієві солі органічної кислоти, такої, як оцтова кислота, більш прийнятно неорганічної кислоти, такої, як соляна кислота, хлорна кислота або сірчана кислота.

Магній більш прийнятно слід додавати у вигляді розчину солі, насамперед у вигляді водного розчину, причому молярне відношення іонів магнію, що додаються, до іонів заліза (II) повинно складати більш прийнятно щонайменше 5: 100. Додання меншої кількості магнію не перешкоджає тиксотропії фільтрувального осаду з α -FeOОН. Обробка магнієм повинна робитися при значенні pH 6 - 8, більш прийнятне 6,5 - 7,5. При значенні pH менше 6 гідроксид кобальту, який осів на частки, розпочинає знов переходити в розчин, а при значенні pH більше 8 доданий магній частково осаджується на α -FeOОН у вигляді гідроксиду магнію. Вміст в феромагнітному пігменті більше 1 моля магнію на 100 молів молярної суми заліза і кобальту призводить до втрати добрих магнітних властивостей.

Згідно з винаходом після обробки магнієм суспензію з покритих часток α -FeOОН фільтрують і промивають, причому протиіони елементів, що осіли на частки, зокрема також присутні як допоміжні речовини іони магнію, більш прийнятне вимивати до такого ступеня, щоб в пігменті залишалось не більше 1 моля магнію на 100 молів молярної суми заліза і кобальту.

Фільтрувальний осад з α -FeOОН-часток після цього можна без будь-яких проблем переробляти в екструдат у звичайно застосовуваному з цією метою обладнанні, такому, як пастові гранулятори, штранг-преси або екструдери. Після сушіння екструдат повинен мати середню товщину більш прийнятне 2 - 10мм.

Запропоновані згідно з винаходом пігменти поряд з такими елементами, як залізо, кобальт, алюміній, кремній, фосфор, кисень і необов'язково магній, з яких пігменти, що пропонуються, складаються більш прийнятне на 95 - 100мас.%, зокрема на 98 - 100мас.%, можуть більш прийнятне містити й інші елементи або сполуки елементів, такі, як лужні метали, зокрема натрій, перехідні метали, зокрема марганець, ітрій або лантан чи лантаніди, зокрема неодим, а також суміші таких елементів або суміші їхніх сполук.

Додання таких елементів або їхніх сполук можна здійснювати в ході проведення будь-якої з описаних реакцій.

Лужні метали, зокрема натрій, більш прийнятне застосовувати при осадженні гідроксиду заліза (II) в формі основних сполук лужних металів, таких, як органічні і, що більш прийнятно, неорганічні солі, наприклад, карбонати, оксиди і насамперед гідроксиди лужних металів, наприклад, гідроксид натрію, або при доданні кремнію в формі силікатів лужних металів, зокрема силікату натрію, такого, як метасилікат натрію (рідке скло).

Уведення натрію призводить до перетворення частини кислих поверхневих Si-OH-груп в Si-O-Na-групи, які мають лужну реакцію. Таким чином незважаючи на невеликий вміст алюмінію в зовнішньому захисному шарі, pH пігменту може бути встановлене на слабо основне значення, яке є доцільним для диспергування за допомогою допоміжних диспергаторів, що несуть зокрема кислі групи, такі, як карбоксилатна, сульфонатна або фосфонатна групи.

При цьому вміст натрію більш прийнятно не повинен бути вище 1 моля, але не нижче 0,02 моля на 100 молів молярної суми заліза і кобальту.

Як сполука перехідного металу, зокрема марганцю або ітрію, сполука лантану або лантаніду, зокрема неодиму, можуть бути використані відповідні металеві солі органічної кислоти, такої, як оцтова кислота, мурашина кислота, більш прийнятно неорганічної кислоти, такої, як соляна кислота, хлорна кислота або сірчана кислота.

Потім згідно з винаходом для перетворення α -FeOОН в α -Fe₂O₃ частки термостатують при 700 - 850°C, зокрема при 750 - 820°C, причому час реакції складає 45-90хв, після чого піддають взаємодії з відновним газом, більш прийнятно воднем, при 380 - 520°C, більш прийнятно при 400 - 480°C, причому час реакції складає 5 - 20 годин. Обидві реакції можна проводити з використанням відомого обладнання, наприклад, в трубчастих печах, що обертаються, більш прийнятно в реакторах з нерухомим шаром каталізатора.

Зрештою згідно з винаходом частки пасивують шляхом взаємодії з твердим, рідким або більш прийнятно газоподібним окисником, зокрема з газом, що містить молекулярний кисень, таким, як повітря, або більш прийнятно сумішшю повітря з азотом.

Відповідно до способу їх одержання запропоновані згідно з винаходом пігменти складаються на 30 - 70об.% з серцевини, яка складається в основному із заліза і кобальту, і на 30 - 70об.% з оболонки, що складається в основному з алюмінію, фосфору, кремнію і кисню, а також необов'язково магнію і/або натрію.

Пігменти голчастої форми більш прийнятно мають середню довжину 50 - 195нм, зокрема 60 - 160нм, причому у випадку магнітних носіїв запису, найбільш придатних для аналогового відеозапису, рекомендовані довжини голок пігментів більш прийнятно повинні складати від 130 до 180нм, а для магнітних носіїв запису, найбільш придатних для цифрового відеозапису, рекомендовані довжини голок більш прийнятно повинні складати від 50 до 100нм, причому відношення середньої довжини до середньої товщини голки перебуває в межах від 3 : 1 до 9 : 1, зокрема від 4 : 1 до 8 : 1, а питома поверхня (ПП), визначена відповідно до стандарту DIN 66132, дорівнює 40 - 65, зокрема 45 - 55м²/г. Умови добору геометрії голок, оптимальної для відповідного застосування, можуть бути легко визначені за допомогою простих попередніх дослідів.

Запропоновані згідно з винаходом пігменти відрізняються добрими феромагнітними властивостями. Коеерцитивна сила H_c при середній щільності пакування 0,95г/см³ складає щонайменше 115кА/м, а намагніченість M_m, зміряна вібраційним магнетометром, складає щонайменше 135нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м і щонайменше 140нТл м³/г в магнітному полі 800кА/м.

Далі, пігменти мають високу диспергованість. Значення рН пігментів складає 7 - 10, зокрема 7.5 - 9, а електропровідність дорівнює 30 - 350мкСм/м, зокрема 80 - 160мкСм/м.

Після тижневого зберігання пігментів, що пропонуються згідно з винаходом, в кліматичній камері при 65°C та 95%-ній відносній вологості їхня намагніченість складає не менше 115нТл м/г в магнітному полі 400кА/м.

Запропоновані феромагнітні пігменти можуть застосовуватися при виготовленні матеріалів для магнітного запису. З цією метою пігменти, необов'язково з наповнювачами, диспергують відомим чином в розчині, що складається з розчинника, зв'язуючого та інших добавок, таких, як мастило і диспергатори, і наносять на немагнітний шар-основу. Після орієнтації феромагнітних пігментів в сильному магнітному полі подальша обробка здійснюється звичайним шляхом, наприклад, вилученням розчинника і при необхідності отвердінням зв'язуючого з наступним каландруванням.

Як розчинники можуть, як це має місце в звичайній практиці, застосовуватися прості ефіри, такі, як тетрагідрофуран або діоксан, кетони, наприклад, метилетилкетон або циклогексанон, складні ефіри, такі, як етилацетат, або вуглеводні, такі, як алкани, або ароматичні сполуки чи суміші цих розчинників.

Як зв'язуючі можуть розглядатися, як відомо, поліуретани, поліакрилати, поліметилакрилати, поліамід, вінілові полімери, такі, як полістол, полівінілхлорид, полівінілацетат, полівінілпропіонат або поліакрилонітрил, целюлозовмісні зв'язуючі, такі, як складні ефіри целюлози, зокрема нітрати целюлози, ацетат целюлози, триацетат целюлози, ацетопріонат целюлози або ацетобутират целюлози, фенокисмоли, епоксидні смоли або блок-чи співполімери цих сполук.

Як мастила звичайно знаходять застосування карбонові кислоти з 10 - 20 атомами вуглецю, зокрема стеаринова кислота та пальмітинова кислота, або похідні карбонових кислот, такі, як їхні солі, складні ефіри та аміді.

Як диспергатори можуть звичайно застосовуватися катіонні, неіонні або більш прийнятне аніонні поверхнево-активні речовини, такі, як карбоксилати, сульфонати або фосфонати вуглеводнів, зокрема алкільні або арильні сполуки.

Як наповнювачі можуть розглядатися, як відомо, неорганічні або органічні пігменти, наприклад, оксид алюмінію, оксид кремнію, сажа, поліетилен та поліпропілен.

Як немагнітні та немагнітувані основи можуть застосовуватися звичайні тверді і гнучкі матеріали, зокрема плівки з лінійних складних поліефірів, такі, як поліетилентерефталат, як правило, товщиною 4 - 200мм, зокрема 6 - 36мм.

При виготовленні матеріалів для магнітного запису пігменти, що пропонуються згідно з винаходом, можуть застосовуватися індивідуально або в суміші з іншими феромагнітними матеріалами. Також можна наносити на основу декілька шарів, з яких щонайменше один містить пігмент згідно з винаходом.

В результаті застосування пігментів, що пропонуються, при виготовленні матеріалів для магнітного запису останні мають високу стійкість до стирання, невелику схильність до склеювання, рівномірну робочу характеристику, високе відношення сигнал/шум, рівну поверхню покриття і високий рівень запису.

Приклади

Нижче винахід більш докладно пояснюється на прикладах його здійснення, причому ці приклади не слід розглядати як такі, що обмежують обсяг винаходу.

Для визначення характеристик металевих часток вимірювали питому поверхню (ПП) в м²/г методом БЕТ відповідно до стандарту DIN 66132 за допомогою ареометра "Strohlein" фірми "Strohlein", Дюссельдорф, Німеччина, методом одноточкової різниці за Хаулем та Дюмбеном (Haul та Dumbgen), а також визначали значення магнітних величин. Магнітні величини вимірювали за допомогою імпульсного магнетометра при силі магнітного поля 400кА/м, а саме, вимірювали коерцитивну силу Н_с магнітного поля в кА/м при щільності пакування 0,95г/см³, а також питому залишкову намагніченість M_{r/Q} і питому намагніченість M_{m/Q} в нТл м³/г.

Крім того, вимірювали розподіл поля переключення (SFD) за методом Уільямса та Комстока (Williams und Comstock, AIP Conf. Proc., 5 (1971) 738).

Для перевірки тривкості матеріалів їх протягом одного тижня зберігали при 65°C та 95%-ній відносній вологості і після цього знов вимірювали намагніченість.

Значення рН та електропровідність пігментів визначали за європейськими стандартами EN-ISO 787-9 та EN-ISO 787-14.

Середні розміри часток були взяті зі знімків, одержаних за допомогою електронного мікроскопа (збільшення 100000 : 1).

Одержання оксидного попередника

Приклад1

В 6л водного розчину сульфату заліза (II) концентрацією 0,9 моля/л розчиняли 15,8г Na₂P₂O₇ 10H₂O. Потім при 45°C та інтенсивному перемішуванні і пропусканні азоту додавали 1,5л водного розчину NaOH концентрацією 4,32моля/л ("4,32-молярний NaOH"), в результаті чого значення рН встановлювалося на 7,3. Після цього при 45°C пропускали газову суміш повітря з азотом (60об.% : 40об.%) з об'ємною витратою 1000л/год, доки рН суспензії не знижувалося нижче значення 4. Після цього при 70°C до повного перетворення іонів заліза (II) пропускали повітря з об'ємною витратою 1000л/год і одночасно встановлювали рН суспензії на значення 5,4 за допомогою 4,32-молярного NaOH. Після цього також за допомогою 4,32-молярного NaOH рН доводили до значення 8 і, підтримуючи постійним це значення рН за допомогою 4,32-молярного NaOH, по краплях додавали розчин 114,4г CoSO₄ 7H₂O в 0,5л води протягом 20хв з наступним перемішуванням протягом 60хв. Потім додавали розчин 19,2г Na₂SiO₃ в 172,8 г води, в 10 результаті чого рН суспензії підвищувалося до значення 9. Після цього додавали розчин 21,6 г Al₂ (SO₄)₃ 18H₂O в 100мл води, причому зменшення рН нижче значення 7 уникали доданням 4,32-молярного NaOH. Після цього додавали розчин 73г MgSO₄ 7H₂O в 100мл води і додатково перемішували протягом 30хв. Потім тверду речовину відфільтровували і промивали водою для видалення сульфату. З вологого фільтрувального осаду формували екструдат діаметром 4мм і висушували при 110°C. Одержані частки, властивості яких подані в таблиці1, мали голчасту форму, рівномірний розподіл за розмірами і не містили дендритів. 200г часток нагрівали в азоті до 800°C. Одержані оксидні частки мали питому поверхню 42м²/г (таблиця1).

Приклад2

Працювали аналогічно прикладу 1, з тією лише відмінністю, що обробку поверхні проводили при 35°C зазначеними в таблиці 2 кількостями кобальту.

Приклади 3 - 14

Працювали аналогічно прикладу 1, з тією лише відмінністю, що використовували сполуки, кількості та умови проведення процесу, зазначені в таблиці1.

Порівняльні приклади

Працювали аналогічно прикладу1, з тією лише відмінністю, що використовували сполуки, кількості та умови проведення процесу, зазначені в таблиці2.

Порівняльний приклад 1

Розподіл часток за розмірами був надто неоднорідним, і продукт мав багато дендритів.

Порівняльний приклад2

FeOОН не містив кобальту.

Порівняльний приклад3

FeOОН містив кобальт в кількості менше 5 молів на 100 молів суми заліза і кобальту.

Порівняльний приклад4

Кількість кремнію і алюмінію була менше 4 молів на 100 молів суми заліза і кобальту. При термостату ванні частки дуже спікалися. Питома поверхня часток складала лише 29м²/г.

Порівняльний приклад5

Сума кількості кремнію і алюмінію була більше 13 молів на 100 молів суми заліза і кобальту.

Порівняльний приклад6

Молярне відношення кремнію до алюмінію складало лише 0,7.

Порівняльний приклад7

Обробку магнієм не проводили. Фільтрувальний осад виявляв тиксотропні властивості. Формування екструдату було неможливим.

Порівняльний приклад8

Кобальт знову переходив в розчин. Фільтрат мав інтенсивне рожеве забарвлення.

Порівняльний приклад9

Кінцевий продукт містив занадто багато магнію.

Порівняльний приклад10

Кінцевий продукт містив занадто багато фосфору.

Порівняльний приклад11

Був одержаний дуже тонкодисперсний Fe_2O_3 . Питома поверхня часток складала 57м²/г.

Порівняльний приклад12

При термостатуванні частки дуже спікалися. Питома поверхня часток складала лише 27м²/г.

Одержання металевих пігментів

Приклад15

7г одержаних в прикладі 1 часток відновлювали протягом 16год. при 420°C в струмі водню з об'ємною витратою 50л/год. Вміст води в газі, що відходить, складав наприкінці реакції менше 0,02г/м³. Після охолодження над частками пропускали при 70°C газову суміш повітря з азотом (25об.% : 75об.%) з об'ємною витратою 40л/год. Одержані частки згідно з винаходом мають середню довжину голок 170нм і відношення середньої довжини до середньої товщини 8 : 1. Властивості пігментів подані в таблиці3.

Приклади16 - 29

Працювали аналогічно прикладу 15, з тією лише відмінністю, що використовували сполуки та умови проведення процесу, зазначені в таблиці3.

Приклад30

125г одержаних в прикладі 1 часток відновлювали протягом 16год. при 440°C в реакторі з нерухомим шаром каталізатора в струмі водню з об'ємною витратою 500л/год. Після охолодження частки обробляли при 80°C сумішшю повітря та азоту (40об.% : 60об.%). Властивості пігментів подані в таблиці4.

Приклади31 - 34

Працювали аналогічно прикладу 30, з тією лише відмінністю, що використовували сполуки і умови проведення процесу, зазначені в таблиці4.

Порівняльні приклади

Працювали аналогічно прикладу 15, з тією лише відмінністю, що використовували сполуки і умови проведення процесу, зазначені в таблиці5.

Порівняльний приклад13

Коерцитивна сила пігментів складала лише 76,5кА/м.

Порівняльний приклад14

Намагніченість пігментів складала лише 127нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 108нТл м³/г.

Порівняльний приклад15

Намагніченість пігментів складала лише 120нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 104нТл м³/г.

Порівняльний приклад16

Одержували сильно спечений продукт. Коерцитивна сила пігментів складала лише 103,6кА/м.

Порівняльний приклад17

Намагніченість пігментів складала лише 132нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 11 нТл м³/г.

Порівняльний приклад18

Коерцитивна сила пігментів складала лише 109,3кА/м.

Порівняльний приклад19

Коерцитивна сила пігментів складала лише 111,5кА/м. Намагніченість пігментів складала лише 132нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 107нТл м³/г.

Порівняльний приклад20

Одержували дуже спечений продукт. Коерцитивна сила пігментів складала лише 111,5кА/м.

Порівняльний приклад21

Намагніченість пігментів складала лише 130нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 107нТл м³/г.

Порівняльний приклад 22

Коерцитивна сила пігментів складала лише 107,4кА/м.

Порівняльний приклад23

Коерцитивна сила пігментів складала лише 105,5кА/м. Намагніченість пігментів складала лише 130нТл м³/г в магнітному полі 400кА/м, а після випробувань в кліматичній камері - всього лише 103нТл м³/г.

Таблица1

	Одержання гетиту				
	Одержання зародків кристалізації гетиту				Зростання
	кількість Р [мол.% Р в перерахунку на Fe]	тип фосфату	температура [°C]	відношення повітря/N ₂	значення рН
приклад 1	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 2	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 3	1.7	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 4	1.7	Na ₄ P ₂ O ₇	55	6/4	5.4
приклад 5	2.0	Na ₄ P ₂ O ₇	60	6/4	5.4
приклад 6	2.0	Na ₄ P ₂ O ₇	55	4/6	5.4
приклад 7	2.25	Na ₄ P ₂ O ₇	55	4/6	5.4
приклад 8	2.8	Na ₄ P ₂ O ₇	60	4/6	5.4
приклад 9	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 10	1.7	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 11	1.7	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
приклад 12	1.7	Na ₄ P ₂ O ₇	30	6/4	5.2
приклад 13	3.8	Na ₄ P ₂ O ₇	60	4/6	5.0
приклад 14	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4

Таблиця 1 (продовження)

	Поверхнєве покриття/антитискотропна обробка					
	значення рН, додання Со	застосовувана кількість [мол.% в перерахунку на Fe]				значення рН в кінці
		Со	Si	Al	Mg	
приклад 1	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 2	8	12.1	5.9	1.3	5.5	7
приклад 3	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 4	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 5	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 6	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 7	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 8	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
приклад 9	8	7.6	5.6	1.7	5.5	7
приклад 10	8	7.6	5.3	2.6	5.5	7
приклад 11	8	7.6	4.4	3.3	5.5	7
приклад 12	8	7.6	6.2	1.7	5.5	7
приклад 13	8	13.6	8.9	2.3	5.5	7
приклад 14	8	7.6	5.9	1.2	5.5	7

Таблиця1 (закінчення)

	Примітки	Одержання гематиту	
		темп. [°C]	ПП [м ² /г]
приклад 1	фільтрувальний осад, норма	800	42
приклад 2	фільтрувальний осад, норма	800	45
приклад 3	фільтрувальний осад, норма	800	47
приклад 4	фільтрувальний осад, норма	800	44
приклад 5	фільтрувальний осад, норма	800	43
приклад 6	фільтрувальний осад, норма	800	44
приклад 7	фільтрувальний осад, норма	800	43
приклад 8	фільтрувальний осад, норма	820	51
приклад 9	фільтрувальний осад, норма	820	45
приклад 10	фільтрувальний осад, норма	780	45
приклад 11	фільтрувальний осад, норма	800	43
приклад 12	фільтрувальний осад, норма	800	44
приклад 13	фільтрувальний осад, норма	800	64
приклад 14	фільтрувальний осад, норма	800	45

Таблиця2

	Одержання гетиту				
	Одержання зародків кристалізації гетиту				Зростання
	кількість Р [мол. % Р в перерахунку на Fe]	тип фосфату	темп. [°C]	відношення повітря/N ₂	значення рН
порівн. приклад 1	-	-	45	6/4	5.4
порівн. приклад 2	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 3	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 4	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 5	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 6	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 7	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 8	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 9	1.8	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 10	4.2	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 11	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.4
порівн. приклад 12	1.3	Na ₄ P ₂ O ₇	45	6/4	5.2

Таблиця2 (продовження)

	Поверхнєве покриття/антитискотропна обробка					
	значення рН, додання Со	застосовувана кількість [мол.% в перерахунку на Fe]				значення рН в кінці
		Со	Si	Al	Mg	
порівн. приклад 1	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
порівн. приклад 2	8	-	5.9	1.3	5.5	7
порівн. приклад 3	8	1.5	5.9	1.3	5.5	7
порівн. приклад 4	8	7.6	2.5	1.3	5.5	7
порівн. приклад 5	8	7.6	11.9	2.6	5.5	7
порівн. приклад 6	8	7.6	3.3	3.6	5.5	7
порівн. приклад 7	8	7.6	5.9	1.3	-	7
порівн. приклад 8	8	7.6	5.9	1.7	5.5	5.5
порівн. приклад 9	8	7.6	5.9	1.3	5.5	9
порівн. приклад 10	8	7.6	5.9	1.3	5.5	7
порівн. приклад 11	8	7.6	5.9	1.2	5.5	7
порівн. приклад 12	8	7.6	5.9	1.2	5.5	7

Таблиця 2 (закінчення)

	Примітки	Одержання гематиту	
		темп. [°C]	ПП [м ² /г]
порівн. приклад 1	α-FeOOH з дендритами	800	35
порівн. приклад 2	без Co	800	50
порівн. приклад 3	надто мало Co	800	46
порівн. приклад 4	Si+Al надто мало	800	29
порівн. приклад 5	Si+Al надто багато	800	47
порівн. приклад 6	більше Al, ніж Si	800	39
порівн. приклад 7	фільтрувальний осад тиксотропний	-	-
порівн. приклад 8	зворотний перехід Co в розчин	-	-
порівн. приклад 9	Mg залишається в FeOOH	800	50
порівн. приклад 10	надто багато P	800	46
порівн. приклад 11	термостатування при надто низькій температурі	670	57
порівн. приклад 12	термостатування при надто високій температурі	900	27

Таблиця3

№	α-Fe ₂ O ₃ №	Температура відновлення [°C]	Металевий пігмент					
			Магнітні дані					
			M _m /Q [нТл·м ³ /г]	M _s /Q [нТл·м ³ /г]	H _c [кА/м]	SFD	ПП [м ² /г]	M _m /Q * [нТл·м ³ /г]
приклад 15	1	420	145	79	118,1	0,50	49	123
приклад 16	2	440	146	80	117,9	0,51	49	126
приклад 17	3	440	149	83	126,0	0,48	51	121
приклад 18	4	440	158	88	128,0	0,49	46	126
приклад 19	5	440	168	96	139,1	0,47	45	129
приклад 20	6	440	161	93	142,7	0,45	49	124
приклад 21	7	440	143	83	140,4	0,49	46	120
приклад 22	8	460	142	84	136,5	0,50	48	121
приклад 23	9	440	144	78	115,3	0,50	54	123
приклад 24	10	460	144	78	120,9	0,53	50	123
приклад 25	11	480	146	81	120,8	0,53	46	129
приклад 26	12	440	152	87	123,9	0,55	44	129
приклад 27	13	480	140	79	119,0	0,62	61	116
приклад 28	14	440	147	82	121,4	0,50	48	123
приклад 29	14	400	153	83	117,0	0,52	50	122

M_m/Q*: питома намагніченість після 1 тижня зберігання при 65°C та 95%-ній відносній вологості.

Таблиця3 (продовження)

№	Металевий пігмент							
	Склад							
	мол. % в перерахунку на Fe+Co							
	Co	P	Al	Si	Na	Mg	Si+Al	Si/Al
приклад 15	7,0	1,24	1,3	5,3	0,28	0,18	6,6	4,08
приклад 16	10,1	1,11	1,4	5,6	0,11	0,03	7,0	4,0
приклад 17	7,0	1,46	1,4	5,9	0,28	0,18	7,3	4,21
приклад 18	6,8	1,55	1,4	5,4	0,57	0,16	6,8	3,86
приклад 19	6,9	1,76	1,4	6,0	0,55	0,19	7,4	4,29
приклад 20	6,9	1,87	1,4	5,6	0,43	0,17	7,0	4,0
приклад 21	7,1	2,11	1,3	5,7	0,48	0,29	7,0	4,38
приклад 22	7,3	2,52	1,4	5,7	0,26	0,16	7,1	4,07
приклад 23	7,4	1,15	1,8	5,3	0,26	0,20	7,1	2,94
приклад 24	6,6	1,55	2,7	4,4	0,21	0,21	7,1	1,63
приклад 25	6,8	1,58	3,5	3,9	0,21	0,21	7,4	1,11
приклад 26	6,8	1,50	1,6	5,4	0,57	0,25	7,0	3,38
приклад 27	12,4	3,3	2,3	6,6	0,18	0,25	8,9	2,87
приклад 28	6,7	1,26	1,4	5,7	0,31	0,16	7,1	4,07
приклад 29	6,7	1,26	1,4	5,7	0,31	0,16	7,1	4,07

Таблиця3 (закінчення)

№	Металевий пігмент	
	Властивості	
	довжина [нм]	відношення довжини до товщини [нм]
приклад 15	170	8:1
приклад 16	155	8:1
приклад 17	135	7:1
приклад 18	150	6:1
приклад 19	140	7:1
приклад 20	130	6:1
приклад 21	115	7:1
приклад 22	100	5:1
приклад 23	150	7:1
приклад 24	140	6:1
приклад 25	140	5:1
приклад 26	100	5:1
приклад 27	84	5:1
приклад 28	145	8:1
приклад 29	145	8:1

Таблиця4

№	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ №	Температура відновлення [°C]	Металевий пігмент					
			Магнітні дані					
			$M_{\text{m}/\text{O}}$ [нТл·м ³ /г]	$M_{\text{r}/\text{O}}$ [нТл·м ³ /г]	H_c [кА/м]	SFD	ПП [м ² /г]	$M_{\text{m}/\text{O}}^*$ [нТл·м ³ /г]
приклад 30	1	440	148	81	115,2	0,48	47	125
приклад 31	11	480	149	83	121,6	0,52	50	127
приклад 32	3	440	158	89	127,3	0,50	46	124
приклад 33	4	440	148	82	131,4	0,53	47	126
приклад 34	5	440	146	83	137,4	0,50	48	122

Таблиця4 (продовження)

№	Металевий пігмент							
	Склад							
	мол. % в перерахунку на Fe+Co							
	Co	P	Al	Si	Na	Mg	Si+Al	Si/Al
приклад 30	7,0	1,24	1,3	5,3	0,28	0,18	6,6	4,08
приклад 31	6,8	1,58	3,5	3,9	0,21	0,21	7,4	1,11
приклад 32	6,8	1,55	1,4	5,4	0,57	0,16	6,8	3,86
приклад 33	6,9	1,76	1,4	6,0	0,55	0,19	7,4	4,29
приклад 34	6,9	1,87	1,4	5,6	0,43	0,17	7,0	4,0

Таблиця4 (закінчення)

№	Металевий пігмент			
	Властивості			
	довжина [nm]	відношення довжини до товщини	значення pH	A [мкСм/см]
приклад 30	170	8:1	8,6	122
приклад 31	140	5:1	8,2	107
приклад 32	150	6:1	8,5	117
приклад 33	140	7:1	9,1	303
приклад 34	130	6:1	8,9	200

Таблиця5

№	α -Fe ₂ O ₃ №	Температура відновлення [°C]	Металевий пігмент					
			Магнітні дані					
			M _w /Q [нТл·м ³ /г]	M _r /Q [нТл·м ³ /г]	H _c [кА/м]	SFD	ПП [м ² /г]	M _m /Q* [нТл·м ³ /г]
порівн. приклад 13	порівн. приклад 1	440	167	79	76,5	0,64	41	155
порівн. приклад 14	порівн. приклад 2	440	127	69	122,4	0,43	44	108
порівн. приклад 15	порівн. приклад 3	440	120	66	124,0	0,48	45	104
порівн. приклад 16	порівн. приклад 4	440	158	84	105,1	0,60	29	147
порівн. приклад 17	порівн. приклад 5	440	132	72	122	0,54	56	113
порівн. приклад 18	порівн. приклад 6	440	150	81	109,3	0,54	46	127
порівн. приклад 19	порівн. приклад 9	440	132	72	111,5	0,56	59	110
порівн. приклад 20	порівн. приклад 10	440	156	88	111,5	0,53	51	132
порівн. приклад 21	порівн. приклад 11	440	130	71	119,7	0,50	50	107
порівн. приклад 22	приклад 14	440	133	71	107,4	0,60	54	107
порівн. приклад 23	приклад 14	350	130	69	105,5	0,62	54	103

Таблиця5 (продовження)

№	Металевий пігмент							
	Склад							
	мол. % в перерахунку на Fe + Co							
	Co	P	Al	Si	Na	Mg	Si+Al	Si/Al
порівн. приклад 13	7,3	-	1,4	5,6	0,43	0,16	7,0	4,0
порівн. приклад 14	-	1,51	1,4	4,9	0,72	0,52	6,3	3,50
порівн. приклад 15	1,4	1,50	1,3	4,9	0,69	0,36	6,3	3,77
порівн. приклад 16	7,1	1,58	1,5	2,2	0,38	0,08	3,7	1,46
порівн. приклад 17	6,6	1,47	2,8	10,5	1,49	0,27	13,3	3,75
порівн. приклад 18	6,9	1,55	4,1	2,9	0,26	0,16	7,0	0,71
порівн. приклад 19	7,4	1,55	1,5	5,9	0,18	5,1	7,4	3,93
порівн. приклад 20	7,1	3,7	2,0	7,8	0,76	1,0	9,8	3,9
порівн. приклад 21	6,7	1,26	1,4	5,7	0,31	0,16	7,1	4,07
порівн. приклад 22	6,7	1,26	1,4	5,7	0,31	0,16	7,1	4,07
порівн. приклад 23	6,7	1,26	1,4	5,7	0,31	0,16	7,1	4,07

Таблиця5 (закінчення)

№	Металевий пігмент		Примітки
	Властивості		
	довжина [нм]	відношення довжини до товщини	
порівн. приклад 13	350	9:1	багато агломератів
порівн. приклад 14	150	8:1	
порівн. приклад 15	150	8:1	
порівн. приклад 16	130	4:1	дуже спечений
порівн. приклад 17	140	9:1	
порівн. приклад 18	100	5:1	
порівн. приклад 19	120	8:1	
порівн. приклад 20	90	3:1	
порівн. приклад 21	145	8:1	
порівн. приклад 22	145	8:1	
порівн. приклад 23	145	8:1	