



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 784753

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 28.09.76 (21) 2406153/23-26

(23) Приоритет - (32) 02.10.75

(31) Р 25 43 962.7 (33) ФРГ

(51) М. Кл.³

с 01 с 49/06 //
с 09 с 1/24

Опубликовано 30.11.80. Бюллетень № 44

(53) УДК 546.
.723-31:621.
.318.1 (088.8)

Дата опубликования описания 30.11.80

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Эдуард Шенафингер, Пауль Дейгнер, Манфред Олингер,
Гельмут Якуш, Юрген Аморт, Гейнц Нестлер,
Клаус-Дитрих Зейлер и Отто Амброс
(ФРГ)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Динамит Нобель АГ"
(ФРГ)

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ДИСПЕРСНОГО ПРОДУКТА
НА ОСНОВЕ γ -ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

Изобретение относится к способам обработки дисперсных железистоокисных продуктов, в частности на основе окиси железа, которые могут быть использованы в качестве магнитных пигментов.

Известен способ гидрофобизации пигментов на основе окиси железа путем их обработки алкилгалогенсиланами при температуре выше 200°C [1].

Недостатком такого способа является то, что при применении алкилтрихлорсиланов образуется большое количество соляной кислоты. Кроме того, невысокая степень гидрофобирования не обеспечивает высокого качества пигмента.

Известен способ обработки дисперсного продукта на основе γ -окиси железа путем его суспендирования в растворе кремнийорганического соединения, типа полиорганосилоксана, например полидиметилдисилоксана, полиметилфенилсилоксана, перемешивания полученной суспензии, отделения из нее обработанного продукта и сушки его при 110-150°C [2].

Недостатком известного способа являются неудовлетворительные магнитные свойства получаемого пигмента.

Целью изобретения является улучшение магнитных свойств дисперсного продукта на основе γ -окиси железа.

Поставленная цель достигается описываемым способом обработки дисперсного продукта на основе γ -окиси железа путем суспендирования его в растворе кремнийорганического соединения, представляющего собой силан общей формулы $RSi(OR)_3$,

где R - винил или алкил с числом атомов углерода от 1 до 4, незамещенный или замещенный амино- или глицидилоксигруппой;

R' - метил или этил, взятого в количестве 0,5-40 вес.%, с последующим перемешиванием полученной суспензии, отделением из нее обработанного продукта и его сушкой при 50-200°C.

Отличие данного способа состоит в том, что в качестве кремнийорганического соединения используют силан вышеописанной формулы.

Другим отличием является то, что указанное кремнийорганическое соединение используют в вышеописанном количестве.

При этом сушку по данному способу проводят при 50–200°C.

Указанное суспендирование исходного пигмента проводится в присутствии добавки уксусной кислоты до pH ~ 2–6 или основания, например, водного раствора аммиака или натрового щелока до pH=7,5–10. При этом кислоту или основание добавляют к исходной органической или водной среде до добавки силана и пигмента или после их добавки.

Предложенный способ обеспечивает улучшение магнитных свойств полученного пигмента преимущественно по остаточной магнитной индукции и коэффициенту направленности по сравнению с известным.

Характеристика магнитных свойств магнитного пигмента по данному способу дана в нижеследующих примерах.

Пример 1. Приготавливают при интенсивном размешивании три суспензии из одинаковых смесей, содержащих 1000 частей γ -Fe₂O₃, 5000 об. частей воды и 5000 об. частей метанола, две суспензии из 1000 частей γ -Fe₂O₃ и 10000 об. частей воды со следующими магнитными данными и плотностью распыления ($H_c = 25,4$ кА/м, $R = -40,9$ нТ м³/г, $S = 75,4$ нТ м³/г и $\rho = 1,22$ г/см³).

В каждую из этих суспензий добавляют по 50 частей изобутилтриметоксисилана (5% в пересчете на сухую окись железа). В первую и четвертую суспензии далее вводят водный раствор аммиака до pH 8,7 и 8,9 соответственно, а в третью суспензию уксусную кислоту до pH 3,1. Затем первую сус-

пензию интенсивно перемешивают в течение 3 ч при 60°C, вторую при комнатной температуре, третью и четвертую суспензии при 80°C. Затем из суспензий отделяют обработанные окиси железа и сушат их в течение 5 ч при 180°C.

Обработанные вышеописанным путем продукты на основе окиси железа испытывают на магнитные свойства при использовании их в магнитных лентах. Для этого магнитные ленты изготавливают следующим образом.

В шаровую мельницу, наполненную 8000 частями стальных шариков диаметром 4,6 мм, подают 900 частей обработанной γ -окиси железа, и, кроме того, 450 частей тетрагидрофурана и 450 частей 1,4-диоксана с растворимыми в них 60-ю частями сополимера из винилхлорида, диметил- и диэтилмалеата. Затем к полученной смеси добавляют 22,5 части соевого лецитина и диспергируют смесь в течение 40 ч, после этого в смесь добавляют 140 частей полиэфирного уретана, растворимого в 540 частях тетрагидрофурана и в 540 частях 1,4-диоксана, а также 1 часть стеариновой кислоты и 1 часть силиконового масла и диспергируют смесь в течение дальнейших 3 ч. Суспензию затем фильтруют, выделенную дисперсию наливают на полиэфирную пленку толщиной 15 мкм и после ориентирования магнитный слой сушат при температуре около 90°C. Далее слой разглаживают и сжимают до толщины 10–11,5 мкм.

В табл. 1 приведены данные магнитных свойств, изготовленных на основе обработанной вышеуказанным путем γ -окиси железа.

Т а б л и ц а 1

Свойство	Суспензии по примеру 1				
	1	2	3	4	5
Толщина слоя, мкм	10,3	10,2	10,0	10,5	11,5
H_c , кА/м	24,7	24,7	24,9	24,3	24,3
H_R , мТ	160	162	162	147	173
R_F	2,39	2,37	2,40	2,49	2,45
A_H , дБ	+0,2	+0,6	+0,2	+0,7	+0,4
A_T , дБ	+2,4	+2,4	+2,6	+3,3	+3,3
B_R , дБ	62,3	62,2	62,0	62,2	62,0
K_0 , дБ	49,5	50,0	49,5	49,5	48,0

Примечание к табл. 1. H_c – коэрцитивная сила; H_R – остаточная магнитная индукция; R_F – коэффициент направленности (безразмерный); A_H – максимальная амплитуда при 10 кГц; A_T – максимальная амплитуда при 333 Гц; B_R – уровень помех; K_0 – перекрестная модуляция.

Пример 2. Обработку γ -оксида железа осуществляют аналогично примеру 1, но при условии использования в каждом из отдельных опытов следующих силианов в соответствующем весовом количестве:

- 5 частей (0,5% от веса пигмента) винилтриметоксисилана;
- 300 частей (30% от веса пигмента) γ -аминопропилтриэтоксисилана;
- 400 частей (40% от веса пигмента)

γ -глицидилоксипропилтриметоксисилан;

- 200 частей (20% от веса пигмента) метилтриметоксисилана;
- 100 частей (10% от веса пигмента) этилтриэтоксисилана;
- 150 частей (15% от веса пигмента) пропилтриметоксисилана.

Свойства полученных на основе обработанной γ -оксида железа магнитных лент, как описано выше, представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Свойство	Суспензии по примеру 2					
	6	7	8	9	10	11
H_c , кА/м	24,7	25,1	25,2	24,9	24,9	24,9
H_R , мТ	160	167	169	162	162	162
R_f	2,39	2,48	2,49	2,40	2,40	2,40
A_H , дБ	+0,2	+0,7	+0,8	+0,2	+0,2	+0,2
A_T , дБ	+2,5	+2,9	+3,1	+2,7	+2,7	+2,7
B_R , дБ	62,1	62,0	61,9	62,1	62,1	62,1
K_o , дБ	49,4	48,9	48,4	49,2	49,2	49,2

Пример 3. Приготавливают при интенсивном перемешивании три суспензии из 1000 частей высокодисперсного магнитного продукта на основе γ - Fe_2O_3 с данными по распылению ($H_c = 25,9$ кА/м, $R = 38,2$ нТм³/г, $S = 78,6$ нТм³/г и $\rho = 1,133$ г/см³) в 6000 об. ед. этанола. Добавляют к суспензиям аммиак до значения pH = 8,5 в количестве 100; 50 и 30 частей соответственно.

Суспензии нагревают в течение 1 ч с обратным холодильником. Отфильтрованный, обработанный магнитный пигмент на основе γ -оксида железа сушат при 100°C и давлении 12 Торр.

Изготовление и испытание магнитных лент на основе полученного пигмента осуществляют следующим образом.

1300 частей пигмента смешивают в шаровой мельнице емкостью 15000 об. ед. наполненной стальными шариками, с раствором 285 частей связующего поливинилформаль, содержащего 83% винилформальных, 12% винилацетатных единиц и 6% винильного спирта, в 3700 частях смеси из одинаковых частей тетрагидрофурана и диоксана с добавкой 20 частей малеата фталевой кислоты.

К каждой из получаемых дисперсий добавляют 18 частей средневязкого силиконового масла, растворенного в 100 частях упомянутой смеси растворителя, и диспергируют полученные смеси, после чего дисперсии фильтруют в течение 2 ч.

Полученные магнитные дисперсии наносят посредством машины на пленку из полиэтилентерефталата толщиной 12 мкм и после прохождения через магнитное

направляющее поле сушат при 100°C в течение 2 ч. Полученные магнитные слои далее подвергают разглаживанию и сжиманию путем валков до толщины 4-4,5 мкм. Затем нанесенные покрытия пленки режут в ленты шириной 6,25-3,81 мм.

Свойства полученных магнитных лент приведены в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Свойство	Суспензии по примеру 3		
	12	13	14
Толщина слоя, мкм	4,5	4,0	4,1
H_c , кА/м	24,2	24,5	24,9
H_R , мТ	141	150	137
R_f	2,37	2,33	2,28

Для сравнения с известным способом обработки проводят обработку γ -оксида железа:

- 1) По опыту 2 50-ю частями полидиметилсилоксана;
- 2) По опыту 6 25-ю частями полидиметилсилоксана;
- 3) По опыту 13 50-ю частями полиметилфенилсилоксана;
- 4) По опыту 1 5-ю частями полидиметилсилоксана.

Свойства магнитной ленты, полученные аналогично вышеописанному способу, приведены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Свойство	1	2	3	4
H_c , кА/м	24,6	25,3	24,4	24,3
H_R , мТ	159	146	139	137
R_f	2,30	2,22	2,26	2,21
A_H , дБ	+0,4	+0,8	-	+0,3
A_T , дБ	+2,4	+2,1	-	+2,4
B_R , дБ	62,2	63,0	-	62,2
K_O , дБ	50,0	48,0	-	50,1

Сопоставление магнитных данных по изобретению и по способу-прототипу указывает на более высокие значения остаточной магнитной индукции, примерно на 5-10 мТ, и увеличение коэффициента направленности R_f на более, чем 5% по сравнению с чувственными аналогичными свойствами при сравнимости в основном других магнитных показателей обработанной γ -окси железа.

Улучшенные магнитные свойства полученного по данному изобретению продукта на основе γ -окси железа значительно расширяет область его применения в пигментной и магнитной технике.

Формула изобретения

1. Способ обработки дисперсного продукта на основе γ -окси железа, включающий суспендирование его в растворе кремнийорганического соединения, перемешивание полученной суспензии, отделение из нее обработанного продукта и его сушку, отличающийся тем, что, с целью улучшения магнитных свойств целевого продукта, в качестве кремнийорганического соединения используют силан общей формулы $RSi(OR^1)_3$, где R - винил или алкил с числом атомов углерода от 1 до 4, незамещенный или замещенный амино- или глицидилоксигруппой;
- R^1 - метил или этил.
2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанное кремнийорганическое соединение используют в количестве 0,5-40 вес. %.
3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что сушку проводят при 50-200°C.
- Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
1. Заявка ФРГ № 1767973, кл. 12 n 49/06, опублик. 1971.
 2. Патент Франции № 2239508, кл. C 09 C 1/24, опублик. 1975.

Составитель А. Романцева

Редактор З. Ходакова Техред Н. Ковалева

Корректор С. Шекмар

Заказ 8590/66

Тираж 565

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4