

400836



P.- 50.447

B 21692 Case 5330/5330A

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.: Co. 1 G

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de PFIZER INC.

entidad norteamericana

con domicilio en 235 East 42nd Street, Nueva York, N.Y.,
Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR OXIDO FERRICO MAGNETI
CO SINTETICO A PARTIR DE LEPIDOCROCITA"

(Clase Internacional CO1g)

400836

20 MAR



Se han descrito procedimientos para la preparación del óxido férrico gamma magnético útil para la fabricación de cintas magnéticas y miembros de registro. La patente Norteamericana Número 3.015.627, da a conocer la preparación de óxidos de hierro magnéticos a partir de un monohidrato de óxido férrico gamma magnético sintético mediante reducción y oxidación dando por resultado partículas cristalinas semejantes a placas, similares a las partículas de monohidrato de óxido férrico, que tienen de preferencia una relación de largo a ancho hasta de aproximadamente 10:1, una relación de ancho a grueso por lo menos de 3:1 y una longitud hasta de aproximadamente 5 micrones.

Aún cuando los miembros de registro que contienen estos óxidos de hierro magnéticos han funcionado satisfactoriamente en muchos aspectos, los miembros carecen de las distintas cualidades que contribuyen a su funcionamiento insatisfactorio o limitado en varios campos.

La presente invención da a conocer un procedimiento para fabricar lepidocrocita sintética (monohidrato de óxido férrico gamma) caracterizada porque tiene partículas cristalinas de grano muy fino semejantes a agujas, con por lo menos aproximadamente 70 por ciento de las partículas teniendo una relación de longitud a ancho mayor de 10:1 y una longitud hasta de aproximadamente 2 micrones.

Esto se logra elaborando primero una suspensión acuosa de semillas coloidal de lepidocrocita sintética que comprende:

a) combinar cloruro ferroso con álcali acuosa, siendo la concentración del cloruro ferroso de aproximadamente 30 a 60 gramos por litro; y

400836

20



b) agitando vigorosamente la mezcla de a) mientras que se introduce un gas que contiene oxígeno, hasta que el pH de la mezcla sea de aproximadamente 2,9 a 4,1.

5 De preferencia, el álcali acuoso se selecciona del grupo que consiste de NaOH, NH_4OH y $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La suspensión acuosa luego se mantiene bajo una condición de agitación vigorosa a temperatura de 27° a 70° C., y un pH de 2,9 a 4,1 en presencia de un exceso de cloruro ferroso, mientras que se introduce simultánea y continuamente el álcali y un gas que contiene oxígeno hasta que se forman de 1,2 a 5 partes en peso del producto total por parte en peso de la semilla. Puede producirse un óxido férrico gamma magnético sintético, a partir de la lepidocrocita sintética reduciendo y oxidando la lepidocrocita y densificando mecánicamente el producto de óxido férrico gamma. Opcionalmente, antes de la reducción y oxidación, las partículas de lepidocrocita se revisten con por lo menos un ácido monocarboxílico alifático hidrofóbico que tiene de 8 a 20 24 átomos de carbono.

Un miembro de registro de impulso magnético que consiste de un medio fijador que tiene en el mismo el óxido férrico gamma magnético sintético, puede elaborarse estando el miembro caracterizado porque tiene una relación de Br/Bm de por lo menos 0,84 en un campo de 1000 oersted y una relación de orientación de por lo menos 2,4 en un campo de 1000 oersted.

La invención se relaciona con mejoras que se observan en el funcionamiento de los miembros de registro de impulso magnético especialmente en la forma de cintas,



pero incluyendo bandas, discos, hojas, cilindros, películas cinematográficas, componentes de computadora electrónica y equipo teledidador. Las características únicas de la lepidocrocita sintética, elaborada mediante los métodos descritos en la presente y las modalidades del procedimiento mejorado para elaborar el óxido férrico gamma magnético da como resultado la obtención de características de funcionamiento superiores en los miembros de registro que contienen el óxido férrico.

La lepidocrocita sintética está caracterizada porque tiene partículas de grano muy fino semejantes a agujas con por lo menos aproximadamente 70 por ciento de las partículas teniendo una relación de longitud a ancho mayor de 10:1 y una longitud hasta de aproximadamente 2 micrones, se prepara en la presente, formando primero una suspensión acuosa de semilla coloidal de la lepidocrocita. Debe manifestarse que la lepidocrocita que tiene una relación de longitud a ancho de 20:1 a 50:1 puede aún prepararse mediante el nuevo procedimiento. El cloruro ferroso se combina con un álcali acuoso para formar el hidróxido ferroso precipitado que luego se oxida bajo condiciones de agitación vigorosa para formar la lepidocrocita de semilla coloidal precipitada. La oxidación se logra introduciendo en la mezcla un gas que contiene oxígeno hasta que el pH sea de 2,9 a 4,1 (usualmente después de 1/2 a 2 horas). Aún cuando se usa cloruro ferroso, esto no quiere dar a entender que se excluya el uso de otras sales de hierro (v.gr., sulfato ferroso o nitrato ferroso). De preferencia, el álcali acuoso usado es NaOH, NH₄OH, ó Ca(OH)₂. La concentración del cloruro ferroso debe ser de

400836

20



30 a 60 gramos por litro antes de la precipitación del hidróxido ferroso. El cloruro ferroso puede añadirse al álcali acuoso o viceversa. Típicamente pueden usarse cantidades entre 24 y 120 kilogramos de NaOH por litro o cantidades equivalentes para otros álcalis. Puede usarse gas de amoníaco en vez de NH_4OH poniendo en contacto vigorosamente la solución acuosa de cloruro ferroso con una mezcla de amoníaco y gas que contiene oxígeno. Asimismo, no quedan excluidos de usarse en la presente, otros álcalis (v.gr., KOH, $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, piridina o anilina). Puede usarse cualquier gas que contenga oxígeno para proporcionar una acción de burbujeo que ayuda a la agitación vigorosa de la mezcla; de preferencia se usa aire u oxígeno. Desde luego, cuando la mezcla llega a un pH de 2,9 a 4,1, de preferencia de 3 a 3,5, esta es una indicación de que se ha formado una cantidad suficiente de la semilla para comenzar ahora la etapa de generación del producto de lepidocrocita a fin de producir de 1,2 a 5 partes, y de preferencia de aproximadamente 2 partes en peso del producto total por parte de la semilla. La relación del producto a semilla es un parámetro crítico que debe controlarse. Las partículas finas deseadas que tienen relaciones grandes de longitud a ancho se obtienen utilizando las relaciones de crecimiento bajas dadas a conocer en la presente. Los métodos del arte anterior, han empleado generalmente relaciones de producto a semilla, mayores de 6:1 dando por resultado relaciones de longitud a ancho de partículas menores.

Al final de la etapa formadora de semilla, la temperatura por lo general se ha elevado a más de 27°C.



y con una concentración inicial de 30 a 60 gramos de cloruro ferroso por litro, usualmente hay un exceso suficiente de cloruro ferroso presente que es necesario durante la etapa de generación para permitir que el producto deseado de lepidocrocita sintética, se forme, lo cual usualmente requiere de 5 a 50 horas. El control estrecho de pH de las condiciones de temperatura son necesarios para obtener el producto deseado. Por ejemplo, a un pH mucho más bajo de 2,9, la precipitación del producto férrico es incompleta, a un pH muy superior a 4,1, se altera la morfología del cristal deseado. De manera semejante, las temperaturas fuera de la escala de temperatura preferida de 27° a 60° C., dan por resultado un producto indeseable. Alternativamente, puede añadirse hierro metálico durante la etapa de generación, evitando la necesidad de la adición de álcali, puesto que el hierro proporciona las condiciones de reacción básicas necesarias. La generación del producto sin usar hierro metálico puede usualmente lograrse a temperatura de 27° a 49° C. mientras que la generación usando hierro metálico requiere temperaturas algo más elevadas. Se observará que las velocidades de aire y los tiempos de reacción no son críticos, dependiendo principalmente del diseño del reactor. Sin embargo, se considera necesario una agitación vigorosa, durante la formación de la suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita y del producto, para dar por resultado características deseables de las partículas de lepidocrocita. La agitación vigorosa asegura un contacto suficiente del gas que contiene oxígeno para activar la precipitación y morfología del producto deseado. Esto puede lograrse conve-

400836

20



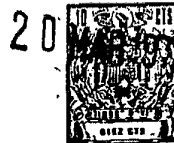
nientemente, mediante agitación mecánica, y la acción de hacer burbujear el gas que contiene oxígeno a través de la mezcla; sin embargo, esto no excluye otras maneras de lograr el mismo resultado que ya son conocidas para una persona experta en el arte.

El óxido férrico gamma sintético magnético que exhibe propiedades magnéticas mejoradas en miembros de registro puede producirse a partir de la lepidocrocita sintética anteriormente descrita. Las relaciones de longitud a ancho de 9:1 a 20:1 pueden obtenerse en las partículas del óxido férrico magnético que están caracterizadas de manera semejante a las partículas de la lepidocrocita como partículas cristalinas de grano muy fino semejantes a agujas, que tienen una longitud hasta de 2 micrones. De hecho, el óxido férrico gamma sintético magnético producido mediante el nuevo procedimiento, exhibe relaciones de longitud a ancho de partícula más elevadas, de las que se ha encontrado posible lograr mediante los procedimientos dados a conocer anteriormente. Las propiedades magnéticas mejoradas obtenidas son directamente atribuibles a las características grandemente mejoradas de la lepidocrocita. El óxido férrico gamma sintético magnético puede producirse a partir de la lepidocrocita sintética reduciendo la última con hidrógeno en el óxido ferroso-férrico a condiciones de temperaturas elevadas (típicamente de 316° a 427°C., oxidándose luego con aire) (típicamente a temperatura de 232° a 382° C.) y luego densificando mecánicamente el producto (típicamente en una máquina mezcladora, un molino de bolas o un molino de rodillos) para mejorar sus características de respuesta de fre-



cuencia, especialmente sus características de respuesta de frecuencia elevadas, cuando se incorporan en miembros de registro. La etapa de densificación se proporciona para disminuir el grado de aglomeración de las partículas que pueden resultar durante el tratamiento, mientras que se mantiene el mismo tamaño de partícula (es decir, prácticamente no hay degradación de partícula durante la densificación). Un método de mayor preferencia para fabricar el óxido férrico magnético a partir de lepidocrocita es aplicar un revestimiento de un agente de tratamiento de superficie orgánico a las partículas de lepidocrocita antes de la reducción y oxidación. El revestimiento de preferencia es una capa monomolecular sobre las partículas, que consiste de por lo menos un ácido monocarboxílico alifático hidrofóbico que tiene de 8 a 24 átomos de carbono. Este revestimiento tiende a impedir que las partículas se aglomeren durante el tratamiento neutralizando las fuerzas tensioactivas y resulta en características de orientación magnéticas superiores en el producto final. Asimismo, el uso de dicho revestimiento de ácido graso, evita la necesidad de utilizar hidrógeno durante el tratamiento, debido a la acción reductora inherente del agente de tratamiento de superficie. El revestimiento puede lograrse de muchas maneras, con muchos ácidos monocarboxílicos diferentes, tal y como se ha dado a conocer en la patente Norteamericana Número 3.498,748. De preferencia, se usa de 1,6 a 10 por ciento de ácido graso de aceite de coco o de ácido láurico (solo o como una mezcla) que se ha hecho soluble en agua o dispersable en agua, mediante la adición de 0,15 a 1,5 por ciento de

400836



morfolina, estando los porcentajes basados en el peso de la lepidocrocita en la mezcla.

5 El uso del óxido férrico gamma sintético magnético descrito en lo que antecede en miembros de registro de impulso magnético, da por resultado características de funcionamiento superiores en estos miembros, especialmente en cintas.

10 Una cinta magnética que contiene el óxido férrico gamma obtenido de esta manera puede producirse mediante el siguiente procedimiento.

Los ingredientes dados a conocer en el cuadro siguiente, en partes en peso, se mezclan y se introducen en un molino de bolas.

	Oxido férrico gamma. Fe O _{2 3}	840
15	Ester de glicol de abietato-maléico de metilo	60
	Resina de vinilo (copolímero de 13% de acetato de vinilo y 87% de cloruro de vinilo)	120
	Un plastificante (una resina de poliéster de alto peso molecular lineal que se prepara mediante la reacción de un ácido dibásico con un alcohol alifático dihidrico)	60
20	Cetona de metilisobutilo	500
	Toluol	300
	Diocilsulfosuccionato de sodio	33,5

25 La mezcla se muele durante 20 horas o durante un período más prolongado, rindiendo un producto de una Finura Hegman de por lo menos 6,5 y una viscosidad de aproximadamente 83 unidades Krebs. La masa se mezcla luego con 200 partes adicionales de toluol y se aplica, de conformidad con la práctica conocida, a una base de acetato de celulosa, en la forma de una tira de un ancho de 20,32 a 30,48 centímetros. Mientras que el revestimiento apli-

30



5 cado está todavía húmedo, se hace pasar a través de un campo magnético para orientar las partículas de manera conocida, después de lo cual la tira se seca, se somete a calandrado, se comprime y se pule y finalmente se corta en tiras y se coloca en rollos o carretes, bajo tensión, siendo el grueso normal del revestimiento de 5,08 a 15,24 micrones, y en este caso específico, siendo de aproximadamente 11,43 micrones.

10 Las cintas magnéticas fabricadas con el óxido férrico gamma magnético descrito anteriormente, exhiben relaciones de orientación de por lo menos 2,4 y lazos de histéresis magnéticos cuadrados que tienen un valor de B_r/B_m por lo menos de 0,84 en un campo de 1000 oersted. Asimismo, las cintas magnéticas exhiben muy buenas características de alta respuesta de frecuencia. Desde luego estos valores no deben considerarse como siendo limitativos, sino representativos de algunas de las mejoras con respecto a las características de las cintas que contienen el óxido férrico gamma magnético dado a conocer en el arte anterior. Estas cintas conocidas exhiben típicamente en un campo de 1000 oersted, relaciones de orientación hasta de 2,2 y valores de B_r/B_m de aproximadamente 0,83 aún cuando se han dado a conocer relaciones más elevadas. Desde luego, las características magnéticas de la cinta que se impar-
25 ten a la misma, mediante el óxido de hierro incorporado en la misma, pueden alterarse finalmente cambiando las características del tamaño de la partícula de óxido, variando las condiciones del procedimiento (v.gr., la relación del producto total de lepidocrocita a la semilla, el grado de densificación mecánica del óxido férrico gamma, etc). De
30

400836



5 esta manera por ejemplo, las partículas de longitud menor proporcionan valores de Br/Bm más bajos. Mediante el control cuidadoso de las condiciones del procedimiento para fabricar la lepidocrocita, el óxido férrico gamma magnético y la cinta, pueden obtenerse características de funcionamiento magnéticas aún más mejoradas a partir de la cinta - pueden esperarse valores de Br/Bm de aproximadamente 0,91 y relaciones de orientación de aproximadamente 5, y más elevadas.

10 Los siguientes ejemplos se proporcionan a modo de ilustración y no deben interpretarse como limitando esta invención, el alcance de la cual se define mediante las cláusulas anexas.

15 EJEMPLO I

A. Preparación de la Lepidocrocita Sintética

20 En un tanque de capacidad de 946,25 litros equipado con un agitador mecánico y un rociador de aire de tubo perforado, se añadieron 499,62 litros de agua de la llave a temperatura de 27° C., y 80,43 litros de una solución acuosa que contiene 28,96 kilogramos de cloruro ferroso. La mezcla se diluye hasta completar 586,67 litros. Mientras que se agita vigorosamente a través de un período de 15 minutos, se bombean 128,69 litros de amoníaco acuoso que contiene 14 litros de hidróxido de amonio (según ensayo con un contenido de 28,8 por ciento de amoníaco). Se continúa la agitación, se conecta el aire y se oxida completamente hasta un pH de 3,3 en una hora, para formar una suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita

25

30



5 sintética. Se completa la precipitación de la lepidocrocita calentando la suspensión acuosa anteriormente citada a temperatura de 38° C., bombeando una solución de amoníaco adicional (196,82 litros conteniendo 16,09 litros del hidróxido de amonio al 28,8 por ciento, anteriormente citado), a razón de .416 litros por minuto, o alternativamente inyectando gas de NH_3 a razón de 1.132 a 1.415 centímetros cúbicos por minuto, mientras que la aereación y la agitación se continúan. Después de 7 1/2 horas, la precipitación se terminó habiéndose usado 187,74 litros de una solución de amoníaco o 4.313 kilogramos de gas de NH_3 ; volumen del lote era 915,97 litros, y contenía 20,11 kilogramos del óxido férrico gamma hidratado, la lepidocrocita. El valor de pH final era de 3,7. Esto representa una relación del producto total de lepidocrocita a semilla de aproximadamente 2:1 basándose en la cantidad total de la solución de amoníaco al 28,8 por ciento utilizada (29,37 litros) dividida entre la cantidad de la solución de amoníaco al 28,8 por ciento usada antes de calentar la suspensión acuosa a temperatura de 38° C., (14 litros).

15 El exámen del producto mediante difracción de rayos X muestra una composición de más del 99 por ciento de óxido férrico gamma hidratado que se conoce como lepidocrocita que se muestra mediante medidas de microscopía electrónica como teniendo cristales de tipo acicular presentes en forma de haces, teniendo un promedio de cristales hasta de aproximadamente 2 micrones en longitud y teniendo una relación de longitud a ancho de aproximadamente 20:1 a 50:1) (3 gramos de partículas medidas a una longitud de 1 micrón y un ancho de 0,02 micrones). La compara-

400836

20



5 ción de la difracción de rayos X del producto experimental preparado en lo que antecede, con el diagrama de difracción de rayos X de la lepidocrocita normal, que se da a conocer en el Método 8-98 de la Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales, en el archivo de tarjetas de difracción de la Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales, es el siguiente:

	<u>Experimental</u>		<u>De la S.A.E.M. 8-98 (Lepidocrocita)</u>	
10	<u>"d" Aº</u>	<u>I/Io</u>	<u>"d" Aº</u>	<u>I/Io</u>
	6,28	100	6,26	100
	3,30	92	3,29	90
	2,48	75	2,47	80
	2,36	15	2,36	20
15	2,10	20	2,09	20
	1,94	65	1,937	70

20 Se obtienen resultados semejantes utilizando gas de oxígeno puro en vez de aire, y utilizando NaOH ó $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en vez de gas de NH_4OH ó NH_3 .

B. Preparación de Oxido Férrico Gamma Magnético Sintético

25 El tratamiento de la superficie se efectuó calentando a temperatura de 80º C., la suspensión acuosa del tanque del producto de lepidocrocita, y mientras que se agita, se añade una mezcla del agente de tratamiento de superficie de ,499 kilogramos de ácido graso de acáite de coco y ,091 kilogramos de morfolina en 15.140 litros de agua caliente. Se continúa el calentamiento a temperatura de 88º C., se filtra, y la torta del filtro se lava para quedar exenta de la sal. El producto es una lepi-

30



docrocita prácticamente pura revestida con aproximadamente 2 1/2 por ciento en peso del agente de tratamiento de superficie de ácido graso.

5 Este material se redujo ya sea en un horno de tratamiento de tipo intermitente o continuo a temperatura de 398° C. en una atmósfera de hidrógeno en óxido ferroso-férrico y subsecuentemente se oxidó en una corriente de aire a temperatura de 146° C., en óxido férrico gamma cuyas propiedades magnéticas se mejoraron mediante densificación mecánica durante media hora, en una máquina mezcladora. El óxido acabado resultante probado magnéticamente en un campo de 1000 oersted como un polvo seco demostró un Hc de 365, un Br de 2040, un Bm de 3470. Como una dispersión en aceite, demostró un Hc de 362, un Br de 3365, 10 un Bm de 3760. Mediante medidas de microscopía electrónica, las partículas secas de óxido férrico tenían una relación promedio de longitud a ancho de 9,3 a 1 y una longitud promedio hasta de aproximadamente 2 micrones.

15 Se obtiene un producto de óxido férrico semejante, cuando se elimina la etapa del tratamiento con surfactante.

EJEMPLO II

25 En el Ejemplo I, Parte A, el hierro metálico puede substituirse como el material precipitante en la etapa de generación del producto de lepidocrocita. Un ejemplo de este método es el siguiente. Se elaboran dos preparaciones idénticas de aproximadamente 757 litros cada una de una suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita 30

400836

20



5 sintética a partir de cloruro ferroso y amoníaco, median-
te el método descrito en el Ejemplo I. Se combinan las
mismas y se trasladan a un tanque de capacidad de 1892,50
litros que tiene un depósito interno que contiene hierro
10 metálico y un dispositivo de aereación debajo del hierro
y cerca del fondo del tanque. Las suspensiones acuosas
combinadas se calentaron a temperatura de 60° C., y se
mantuvieron a esa temperatura, mientras que se oxidaban
con aire, ocasionando la disolución del hierro y la pre-
cipitación del óxido férrico hidratado. Esta aereación
se continuó durante 36 horas cuando la lepidocrocita en
el lote ascendió a un total de 34.050 kilogramos. El pro-
ducto de lepidocrocita sintética es semejante a aquel del
Ejemplo I, Parte A.

15 Como en el procedimiento del Ejemplo I,
Parte B, la suspensión acuosa resultante y el óxido con-
tenido en la misma, se trataron con un surfactante, se
filtraron, lavaron, secaron, etc. de la misma manera que
en el Ejemplo I, Parte B, para formar un producto final
20 de óxido gamma. Este también exhibió buenas propiedades
magnéticas. La prueba del polvo seco era de Hc de 340,
Br de 1987, Bm de 3500; con una dispersión de aceite, el
Hc era de 363, Br de 3365, Bm de 3760 a una concentración
de campo de 1000 oersted.

25

Ejemplo III

Se prepara el óxido férrico gamma magnético
tal como en el Ejemplo I con la excepción de que en la
30 reducción de la lepidocrocita en óxido ferroso-férrico

400836



no se usó un material reductor gaseoso, tal como hidrógeno. Toda la reducción se efectuó mediante el revestimiento del surfactante orgánico sobre las partículas de la lepidocrocita bajo la misma temperatura del horno. Este producto es también bueno magnéticamente, teniendo un polvo seco de Hc de 303, Br de 1892, Bm de 3388 y una dispersión de aceite en Hc de 325, Br de 2841, Bm de 3207.

EJEMPLO IV

En un tanque de capacidad de 1892,50 litros con un agitador y un rociador de aire se añadieron 984,10 litros de agua a temperatura de 27° C., y 151,40 litros de una solución acuosa que contiene 59,02 kilogramos de cloruro ferroso. Mientras que se agita a través de un período de 10 a 15 minutos, se bombean 302,80 litros de una solución que contiene 9,08 kilogramos de NaOH. Mientras que se está todavía agitando, se oxidan con aire a razón de 14,15 centímetros cúbicos por minuto, hasta que el precipitado ferroso se oxide en forma férrica. Esto requiere aproximadamente una hora. Se completa la precipitación del óxido calentando la suspensión acuosa anteriormente citada a temperatura de 52° C., continuando la agitación y la aereación mientras que se inyecta continuamente una solución adicional de sosa cáustica hasta que el producto total asciende a 40.860 kilogramos de óxido mientras que se regula la adición de álcali para mantener el valor del pH dentro de la escala de 3,0 a 3,7. La lepidocrocita sintética resultante se convierte en óxido gamma magnético tal y como se describe en el Ejemplo I con

400836



aire de tubo perforado, se añadieron 2165 litros de agua de la llave a temperatura de 4,4º C., y 299 litros de una solución acuosa que contiene 135,29 kilogramos de cloruro ferroso. Mientras que se agita vigorosamente, a través de un período de 15 minutos, se bombean 590,46 litros de amoníaco acuoso que contienen 62,83 litros de hidróxido de amonio (conteniendo según ensayo amoníaco al 28,8 por ciento). Se continúa la agitación, mientras se eleva la temperatura a 27º C se conecta el aire y se oxida completamente hasta un pH de 3,8 en una hora, 15 minutos, a fin de formar la suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita sintética. Se completa la precipitación de la lepidocrocita calentando la suspensión acuosa anteriormente citada a temperatura de 38º C., bombeando una solución adicional de amoníaco (881,90 litros conteniendo 72,67 litros del hidróxido de amonio al 28,8 por ciento anteriormente citado) a razón de 1,969 litros por minuto o alternativamente inyectando gas de NH_3 a razón de 5,38 a 6,79 centímetros cúbicos por minuto, mientras que se continúan la aereación y la agitación. Después de 7 horas, 55 minutos, se terminó la precipitación usándose 881,90 litros de la solución de amoníaco o 20,29 kilogramos de gas de NH_3 , siendo el volumen del lote de 3925 litros y conteniendo 101,70 kilogramos de óxido férrico gamma hidratado, la lepidocrocita. El valor de pH final era de 4,1. Esto representa una relación de producto total de lepidocrocita a semilla de aproximadamente 2:1 basándose en la cantidad total de la solución de amoníaco al 28,8 por ciento utilizada (135,50 litros) dividida entre la cantidad de la solución de amoníaco al 28,8 por ciento utilizada antes de calentar la suspensión acuosa a tempe-

400836



ratura de 38° C., (62,83 litros).

B. Preparación del Oxido Férrico Gamma Magnético Sintético

5 El tratamiento de superficie se efectuó calentando la suspensión acuosa del tanque del producto de lepidocrocita a temperatura de 80° C., y luego mientras se agita, se añade una mezcla del agente de tratamiento de superficie de 56,77 litros de ácido graso de aceite de co-

10 co (AGAC) y .227 kilogramos de morfolina en 56,77 litros de agua caliente. Se continúa el calentamiento a temperatura de 88° C., se filtra, y se lava la torta del filtro hasta quedar de la sal exenta. El producto es lepidocrocita prácticamente pura, revestida con aproximadamente 3 por ciento en peso del agente de tratamiento de superficie de ácido graso.

15 Este material se redujo en un horno de tratamiento ya sea de tipo intermitente o continuo a temperatura de 427° C. en una atmósfera reductora de AGAC en óxido ferroso-férrico y se oxidó subsecuentemente en una corriente de aire a temperatura de 382° C., en óxido férrico gamma

20 cuyas propiedades magnéticas se mejoraron mediante densificación mecánica durante una hora 15 minutos en una máquina mezcladora. El óxido acabado resultante probado magnéticamente en un campo de 1000 oersted como un polvo seco

25 mostró un Hc de 335, Br de 1770, Bm de 3650. En una cinta mostró un Hc de 310. Mediante medidas de microscopía electrónica, las partículas secas del óxido férrido tenían una relación promedio de longitud a ancho de 9,3 a 1, y una longitud promedio hasta de aproximadamente 2 micrones.

30 Se obtiene un producto de óxido férrico semejante, cuando se elimina la etapa de tratamiento con surfactante.

EJEMPLO VII

Usando una máquina probadora de cinta magnética y el equipo auxiliar necesario para evaluar las cintas, el óxido férrico gamma sintético de la invención se incorporó en una cinta magnética de acuerdo con los procedimientos normales, anteriormente descritos y se comparó con cintas elaboradas de manera semejante, que tenían óxidos férricos gamma magnéticos preparados de acuerdo con los métodos del arte anterior. Para proporcionar una norma de comparación a fin de que puedan intercompararse las cintas probadas, el transporte de las cintas se ajusta para proporcionar una respuesta de frecuencia de salida de 0 db a todas las frecuencias que abarcan la escala audio (de aproximadamente 100 a 15.000 Hertz o ciclos por segundo), utilizando una cinta de audio generalmente buena que puede obtenerse fácilmente en el comercio (por ejemplo la 111-A de la Minnesota Mining and Manufacturing Co. u otras).

Se compararon las siguientes cintas.

Cinta Número 1: Contiene un óxido férrico gamma magnético elaborado mediante métodos normales de reducción y oxidación de un óxido férrico alfa hidratado precipitado a partir de sulfato ferroso (el procedimiento para elaborar el óxido férrico alfa hidratado es semejante a aquel descrito en las patentes Norteamericanas de Penniman y Zoph, Número 1.327.061 y Número 1.368.748). No hubo densificación mecánica del óxido férrico (fabricado por Pfizer Inc., para la cinta de bajo ruido de corriente alterna, designada MO-2035).

Cinta Número 2: El óxido férrico gamma magnético contenido en la misma, se preparó de manera semejante

400836 20 MAR



5 te a aquel para la cinta Número 1, con la excepción de que el óxido férrico gamma resultante se trata con un surfactante el tridodecibencensulfonato de trioxialuminio, de acuerdo con el método dado a conocer en la patente Norteamericana Número 3.294.686 y se densifica mecánicamente hasta aproximadamente 0,85 gramos por centímetro cúbico antes de incorporarse en la cinta, para obtener una mejor respuesta de frecuencia. El óxido se fabrica por Pfizer Inc., y se designa MO-2530.

10 Cinta Número 3: El óxido férrico gamma magnético contenido en ésta, se prepara a partir de óxido férrico gamma hidratado precipitado mediante un método semejante a aquel dado a conocer en la patente Norteamericana Número 3.015.627. El óxido ha sido fabricado por la Pfizer Inc., y se designa IRN-220.

15 Cinta Número 4: El óxido férrico gamma magnético contenido en la presente es igual que aquel descrito para la cinta Número 3, con la excepción de que el óxido se densifica mecánicamente hasta aproximadamente 0,85 gramos por centímetro cúbico antes de incorporarse en la cinta, para obtener una mejor respuesta de frecuencia.

20 Cinta Número 5: El óxido férrico gamma magnético, contenido en la presente es aquel preparado en el Ejemplo VI.

25 El Cuadro 1 que se da a continuación proporciona una comparación del funcionamiento magnético de las cinco cintas anteriormente descritas. Las cintas se probaron en una máquina de grabación-reproducción de cinta Ampex 300 a una velocidad de cinta de 19,05 centímetros por segundo.

400836

20



CUADRO 1

Cinta No.	1	2	3	4	5
Tiempo de molienda (horas)	48	48	48	48	48
5 Viscosidad de molienda (KU)	79	79	74	75	86
Grueso de revestimiento (milimicrómetros)	12.573	12.065	11.430	10.795	10.820
Polarización máxima (mA)	6,48	5,68	5,6	5,4	5,6
10 Respuesta de frecuencia a 100 Hz (dB)	-1,0	0,8	1,5	2,0	2,1
a 1 kHz (dB)	-0,5	1,3	1,8	2,4	2,6
a 7,5 kHz (dB)	0,1	1,6	1,9	2,7	5,0
a 10 kHz (dB)	0,3	1,6	2,0	2,9	5,8
a 15 kHz (dB)	1,2	2,6	3,0	3,8	8,0
15 Salida a 3% de DAT (dB)	9,8	10,9	11,6	12,0	13,0
Ruido de corriente alterna (1-5 kHz)(dB)	-69,4	-69,1	-68,8	-68,5	-69,1
Ruido de corriente directa (1-5 kHz)(dB)	-61,8	-62,2	-61,8	-59,5	-60,5
20 Salida saturada (dB) 500 Hz	16,2	17,4	18,2	18,6	19,3
Salida saturada (dB) 15 kHz	-5,0	-4,5	-4,7	-4,3	0,2
Escala dinámica (dB)	68,9	70,4	70,6	70,9	71,7
Señal/Ruido (dB)	79,2	80,0	80,4	80,5	82,1
Impresión (dB)	50,4	47,9	43,5	43,5	47,0
25 Hc de la Cinta (1 kOe)	319	292	288	283	310
Br de la Cinta (GAUSS)	950	1125	1287	1418	1467
Bm de la Cinta (GAUSS)	1245	1420	1577	1708	1683
Br/Bm a 1 kOe	0.762	0.791	0,816	0.830	0,87
Orientación	1,58	1,78	2,11	2,20	2,90 a
30 Resistencia (10^9 OHMIOS)	100	175	30	12	1,3

100 o.e.
en el campo
para llevar
al máximo

15.3.72

400836 20 MAR 1972



5 Con respecto a los resultados mostrados en el Cuadro anterior, el tiempo de molienda (horas) y la viscosidad de molienda (Unidades Krebs) se refieren a las condiciones durante la preparación de cada cinta, de acuerdo con el procedimiento anteriormente descrito. El Grueso del revestimiento se refiere al grueso de la mezcla magnética revestida sobre la cinta acabada.

10 La respuesta de frecuencia de la Cinta Número 5, es bastante superior a las otras cintas, especialmente a las frecuencias más elevadas. La salida de audio es en decibelios (db). Son unidades de más si son superiores a un db de cero y son unidades de menos si son menores de un db de cero. Son en realidad una relación y se definen como 20 veces el logaritmo con respecto a la base 10 de una
15 relación de 2 números. Por lo tanto, cualesquiera de las unidades que existen en una relación de 2 a 1 ($\frac{1}{2}$), por ejemplo, mediante definición es $20 \times \logaritmo de 2 = 20 \times .301 = 6,02$ db mayor ó +6db es igual al doble de la cantidad observada cualesquiera que sea. De manera semejante
20 +3 db = 1,41 x las cantidades observadas.

25 La polarización máxima se refiere a los miliamperios de corriente en las cabezas magnéticas necesarias para producir la señal de salida máxima a una frecuencia especificada. La polarización se refiere a una señal de frecuencia elevada impuesta en las cabezas, usualmente de alrededor de 80.000 hertz para el objeto de asegurar una señal de salida no distorsionada y lineal desde la cinta magnética.

30 La salida a 3 por ciento de DAT (Distorsión Armónica Total) es importante, debido a que son deseables



5 las salidas más elevadas en este punto. El punto de 3 por ciento de DAT es más o menos arbitrario ya que una señal de audio de más de 3 por ciento de DAT no puede ser percibida por el oído. Esta salida se mide electrónicamente comparando una señal de onda sinusoidal pura con la señal de salida y aumentando la salida hasta que se llegue a 3 por ciento de DAT.

10 El ruido de corriente alterna se refiere específicamente al nivel de ruido de la cinta borrada de corriente alterna con la polarización únicamente en las cabezas de registro. Varias preparaciones de óxido magnético usando los métodos de la invención y los productos dados a conocer en la presente, han tenido un ruido de corriente alterna muy bajo hasta de -71 db y uno muy elevado tal como -67,7 db (los números más negativos significan menor ruido).

15 El ruido de corriente directa se determina en la cinta que se ha borrado mediante un imán permanente, simulando el borrado tal como el que se logra en algunas grabadoras magnéticas o aparatos de registro menos costosos. El valor obtenido está relacionado con la excelencia de la dispersión del óxido magnético en la película y con uniformidad de superficie. La mejor dispersión y mejor uniformidad proporciona menor ruido.

25 Salida saturada a 500 Hertz es la señal máxima obtenida desde la cinta, a medida que se aumenta la señal de entrada. Esta salida está relacionada directamente con las propiedades magnéticas del óxido de hierro gamma usado, el grueso del revestimiento de la cinta, y la densidad del revestimiento de la cinta magnética.

400836 20M



La Salida saturada a 15.000 Hertz, está relacionada con la resistencia de las partículas magnéticas en la cinta, al campo de autodesmagnetización producido mediante la señal registrada a 15.000 Hertz.

5 La impresión en db, se relaciona a la señal de eco que se obtiene mediante la proximidad estrecha de una cinta no grabada a una cinta grabada. El número más elevado es el mejor. Las señales de impresión aparecen más comúnmente en la cinta grabada en los carretes acondicionados a través del transcurso del tiempo.

10 La escala dinámica es la diferencia total en db entre la salida a 1000 Hertz y el ruido de corriente alterna. La Señal/Ruido es la diferencia total en db entre la salida a 3 por ciento de distorsión y el ruido de corriente alterna. Los números más elevados son más deseables.

15 El Hc, Br y Bm de las Cintas son propiedades magnéticas normales y varían de acuerdo con las propiedades magnéticas de las partículas magnéticas utilizadas y también varían de acuerdo con el sistema de fabricación de cinta. Estas cintas se fabricaron en el mismo sistema.

20 El Br/Bm mide la cuadratura del lazo de histéresis magnético. La cifra más elevada es la más deseable y la Cinta Número 5 que contiene el óxido férrico gamma magnético único de la invención es notablemente diferente a este respecto. La medida se efectuó en un campo de 1000 oersteds en un medidor BH de 60 ciclos.

25 La relación de orientación mide la relación del Br (magnetismo restante en la cinta después de que se quita el campo magnético) en la dirección paralela al recorrido de la cinta hasta la perpendicular Br al recorrido de

30



la cinta. Se mide como 1000 oersted y a un campo más bajo (usualmente de aproximadamente 300 oersted) cualquiera que sea el campo que lleve al máximo la relación. Aquí, la Cinta Número 5 es notable y única. El valor de 2,90 a 1000 oersted es el más elevado observado para cualquier cinta de óxido de hierro gamma magnético. La resistencia de la cinta es la resistividad de superficie eléctrica. La cifra más baja es la más deseable.

EJEMPLO VIII

A. Preparación de Lepidocrocita Sintética

Dentro de un tanque de capacidad de 4542 litros equipado con un agitador y un rociador de aire, se introdujeron 2165 litros de agua a temperatura de 27° C., y 310,37 litros de una solución acuosa que contiene 147,55 kilogramos de una solución de cloruro ferroso. Mientras que se agitaba a través de un período de 10 a 15 minutos, se bombearon 719,15 litros de una solución que contiene 39,95 kilogramos de NaOH. Mientras que está todavía agitándose, se oxida con aire a razón de 24,34 centímetros cúbicos por minuto, hasta que el precipitado ferroso se oxida en forma férrica. Esto requiere aproximadamente una hora. Se completa la precipitación del óxido calentando la suspensión acuosa anteriormente citada, a temperatura de 54° C. continuando la agitación y la aereación mientras que se inyecta continuamente una solución adicional de sosa cáustica hasta que el producto total asciende a 91.708 kilogramos de óxido mientras que se regula la adición del álcali para mantener un valor de pH dentro de la escala de 3,0 a 3,3.

400836



20 MAR 1972

La lepidocrocita sintética resultante, se convierte en óxido gammamagnético.

B. Preparación de Oxido Férrico Gamma Magnético Sintético

5 El tratamiento de superficie se efectuó ca-
lentando la suspensión acuosa del tanque del producto de
lepidocrocita a temperatura de 80° C., luego, mientras
que se agita, se añade una mezcla de agente de tratamien-
to de superficie de .499 kilogramos de ácido graso de acei-
te de coco y .091 kilogramos de morfolina en 15.140 li-
10 tros de agua caliente. Se continúa el calentamiento a tem-
peratura de 88° C., se filtra, y la torta de filtro se lá-
va para quedar exenta de la sal. El producto es lepidocro-
cita prácticamente pura, revestida con aproximadamente
2 1/2 por ciento en peso del agente de tratamiento de su-
15 perficie de ácido graso.

Este material se redujo en un horno de tra-
tamiento ya sea de tipo intermitente o continuo a tempera-
tura de 427° C., en la atmósfera reductora de ácido graso
de aceite de coco en óxido ferroso-férrico y subsecuente-
20 mente se oxidó en una corriente de aire a temperatura de
371° C., en óxido férrico gamma, cuyas propiedades magné-
ticas se mejoraron mediante densificación mecánica, duran-
te 45 minutos en una máquina mezcladora.

25

EJEMPLO IX

A. Preparación de la Lepidocrocita Sintética

En un tanque de capacidad de 4542 litros
equipado con un agitador mecánico y un rociador de aire
30 de tubo perforado, se añadieron 2165 litros de agua de la

400836

20



5 llave a temperatura de 20° C., y 285,77 litros de una solución acuosa que contenía 147,55 kilogramos de cloruro ferroso. Mientras que se agitaba continuamente a través de un período de 15 minutos se bombearon 719,15 litros de una solución de hidróxido de sodio que contenía 39,95 kilogramos de hidróxido de sodio. Se continuó la agitación, se conecta el aire y se oxida completamente hasta un pH de 2,9 en 1 hora 3 minutos, para formar una suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita sintética. Se completa la precipitación de la lepidocrocita calentando la mezcla anteriormente citada a temperatura de 39° C., bombeando una solución adicional de hidróxido de sodio (794,85 litros que contienen 49.940 kilogramos de hidróxido de sodio) a razón de 2,08 litros por minuto, mientras que el pH se mantiene a un valor de 2,9 a 4,1, y se continúa la aereación y la agitación. Después de 6 horas 45 minutos se terminó la precipitación usándose 794,85 litros de una solución de hidróxido de sodio y el volumen del lote era de 4163,50 litros y contenía 106,24 kilogramos de óxido férrico gamma hidratado, la lepidocrocita. El valor de pH final era de 6,7 debido al exceso de hidróxido de sodio. Esto representa una relación de producto total de lepidocrocita a semilla de aproximadamente 2,2-1 basándose en la cantidad total del hidróxido de sodio usado (89,89 kilogramos) dividido entre la cantidad del hidróxido de sodio usado, antes de calentar la suspensión acuosa a temperatura de 39° C. (39,95 kilogramos).

B. Preparación del Oxido Férrico Gamma Magnético Sintético

30 El tratamiento de superficie se efectuó calentando la suspensión acuosa del tanque del producto de

400836

20



lepidocrocita a temperatura de 80° C., y luego, mientras que se agitaba se añade una mezcla del agente de tratamiento de superficie de 2.588 kilogramos de ácido graso de aceite de coco y .227 kilogramos de morfolina en 56,77 litros de agua caliente. El calentamiento se continúa a temperatura de 88° C., se filtra, se lava la torta del filtro para quedar exenta de la sal. El producto es la lepidocrocita prácticamente pura, revestida con aproximadamente 3 por ciento en peso del agente de tratamiento de superficie de ácido graso.

Este material se redujo en un horno de tratamiento, ya sea de tipo intermitente o continuo, a temperatura de 427° C., en una atmósfera reductora de AGAC en óxido ferroso-férrico y subsecuentemente se oxidó en una corriente de aire a temperatura de 371° C., en óxido férrico gamma, cuyas propiedades magnéticas se mejoraron mediante densificación mecánica de 45 minutos, en una máquina mezcladora. El óxido acabado resultante se probó magnéticamente en un campo de 1000 oersteds como un polvo seco, mostrando un Hc de 332, un Br de 2010, un Bm de 3650. En la cinta, mostró un Hc de 311, un Br de 1411, un Bm de 1612.

EJEMPLO X

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo VII se compararon las siguientes cintas que contenían óxido férrico gamma magnético:

Cinta Número 6: El óxido férrico gamma magnético contenido en esta cinta es aquel preparado en el Ejemplo VIII.



Cinta Número 7: El óxido férrico gamma magnético contenido en esta cinta, es igual que aquel descrito para la Cinta Número 1 en el Ejemplo VII, con la excepción de que el óxido se densifica mecánicamente hasta aproximadamente 0,85 gramos por centímetro cúbico antes de incorporarse en la cinta, para obtener una mejor respuesta de frecuencia. El óxido es fabricado por Pfizer Inc., y se designa MO-2230.

Cinta Número 8: El óxido férrico gamma magnético contenido en esta cinta es aquel preparado en el Ejemplo IX.

El Cuadro 2 que se da a continuación proporciona una comparación del funcionamiento magnético de las tres cintas descritas en lo que antecede. Las cintas 6 y 7, se probaron en una máquina grabadora reproductora de cinta Ampex 440 y la cinta 8 se probó en una máquina Ampex 300. La velocidad de la cinta en todos los casos fue de 19,05 centímetros por segundo.

CUADRO 2

<u>Cinta No.</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>
Tiempo de molienda (horas)	48	48	48,7
Viscosidad de Molienda (UK)	82	86	92
Grueso de revestimiento (milímetros)	10,439	10.033	9.881
Polarización Máxima (mA)	5,6	6,3	5,9
Respuesta de frecuencia a 100 Hz (dB)	1,8	-0,7	1,2
a 1 kHz (dB)	2,8	0,4	2,0
a 7,5 kHz (dB)	5,8	2,8	4,9

400836



CUADRO 2 (Continuación)

Cinta No.	6	7	8
a 10 kHz (dB)	6,2	3,0	5,8
a 15 kHz (dB)	5,6	1,6	8,6
5 SALIDA a 3% de DAT (dB)	11,3	8,2	11,0
Ruido de corriente alterna (1-5 kHz) (dB)	-69,4	-69,7	-69,4
Ruido de corriente directa (1-5 kHz) (dB)	-65,0	-63,6	-61,3
Salida saturada (dB) 500 Hz	17,4	15,3	17,6
10 Salida saturada (dB) 15 kHz	0,9	-1,2	1,0
Escala dinámica (dB)	72,2	70,1	71,4
Señal/Ruido (dB)	80,7	77,9	80,4
Impresión Thru (dB)	46,0	48,0	48,5
Hc de la cinta (1 kOe)	286	302	311
15 Br de la cinta (GAUSS)	1475	1205	1411
Bm de la cinta (GAUSS)	1723	1566	1612
Br/Bm a 1 kOe	0,856	0,777	0,875
Relación de orientación a 1000 oersted	2,90	1,65	
20 Resistencia (10^9 OHMIOS)	1,1	>1000	0,5

EJEMPLO XI

La distribución del campo de cambio de las partículas en las cintas 6 y 7 (que se describen en el Ejemplo X) también se miden obteniendo el lazo de histéresis y diferenciando el mismo con respecto al campo aplicado. Las medidas se efectúan mediante procedimientos normales, usando un Medidor de Lazo de Histéresis. El máximo obtenido a la fuerza coercitiva se caracteriza, midiendo el ancho en oersted a 50 por ciento de la altura máxima. El ancho de la mitad de la altura para la Cinta



Número 6 (la partícula dada a conocer en la invención) es de 79 oersteds en comparación con 131 oersteds para la Cinta Número 7. La distribución de campo de cambio estrecha se produce mediante las partículas que están bien orientadas. Debido a que la Cinta Número 6 tiene una distribución de campo de cambio que es aproximadamente dos veces más angosta que la Cinta Número 7, hay menos partículas presentes que se cambian a campos bajos, produciendo una cinta que es menos fácil de desmagnetizar que la Cinta Número 7. Por lo tanto, los campos de autodesmagnetización producidos a frecuencias elevadas reducen menos la salida a 15.000 Hz para la cinta Número 6 que para la Cinta Número 7. Sus salidas saturadas respectivas a 15,000 Hz son de 0,9 db y de -1,2 db.

EJEMPLO XIII

Se probaron treinta cintas que contenían óxidos férricos gamma magnéticos, dados a conocer en la presente invención y proporcionaron la distribución típica siguiente de Br/Bm y los valores de orientación en un campo de 1000 oersteds.

<u>No. de las Muestras</u>	<u>Br/Bm</u>
7	de 0,88 a 0,89
12	de 0,87 a 0,88
4	de 0,86 a 0,87
4	de 0,85 a 0,86
3	de 0,84 a 0,85

400836 20



No. de las Muestras	Relación de Orientación
2	de 3,2 a 3,4
12	de 3,0 a 3,2
9	de 2,8 a 3,0
5 4	de 2,6 a 2,8
3	de 2,4 a 2,6

EJEMPLO XIII

10 A. Preparación de la Lepidocrocita Sintética

A un tanque de capacidad de 946,25 litros equipado con un agitador mecánico y un rociador de aire de tubo perforado, se añadieron 484,48 litros de agua de la llave a temperatura de 27° C., y 61,32 litros de una solución acuosa que contiene 29,28 kilogramos de cloruro ferroso. Se diluye la mezcla hasta 575.32 litros. La solución se calienta a temperatura de 30° C. Mientras que se agita vigorosamente a través de un período de 15 minutos, se bombean 128,69 litros de amoníaco acuoso que contienen 15.897 litros de hidróxido de amonio (de acuerdo con el ensayo con un contenido de NH_3 al 28,8 por ciento). Se continúa la agitación, se conecta el aire, y se oxida completamente hasta un pH de 3,45 en una hora, para formar una suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita sintética. Se completa la precipitación de la lepidocrocita calentando la suspensión acuosa anteriormente citada a temperatura de 37° C., bombeando una solución adicional de amoníaco (204,39 litros que contienen 13.172 litros de hidróxido de amonio (según ensayo con un contenido de NH_3 al 28,8 por ciento) a razón de .439 litros por minuto. Des-



pués de 7 horas, 28 minutos, se termina la precipitación, habiéndose usado 182.437 litros de solución de amoníaco y el volumen del lote era de 915,97 litros y contenía 18,52 kilogramos de óxido férrico gamma hidratado, la lepidocrocita. El valor de pH final era de 3,52.

Se toman medidas en un aparato micrográfico electrónico sobre el producto de lepidocrocita anteriormente obtenido, y se encuentran los siguientes resultados de distribución de tamaño de partícula, suponiendo que cada partícula es de forma cilíndrica y calculando la distribución como un porcentaje del volumen total calculado de las partículas.

Partícula que tiene una relación de longitud/ancho entre:	Porcentaje de partículas en total sobre una base en volumen.
de 1,0 a 5,0	1,49
de 5,0 a 10,0	25,34
de 10,0 a 15,0	29,04
de 15,0 a 20,0	34,03
de 20,0 a 25,0	5,80
de 25,0 a 30,0	4,30
	<hr/> 100,00

EJEMPLO XIV

Preparación de la Lepidocrocita Sintética

En un tanque de capacidad de 946,25 litros, equipado con agitador mecánico y rociador de aire de tubo perforado, se añadieron 624,52 litros de agua de la llave a temperatura de 29° C., y 61,70 litros de una solución

400836 20 MAR



acuosa que contenía 30,19 kilogramos de cloruro ferroso. Se diluye la mezcla hasta 717,74 litros. Mientras que se agita vigorosamente a través de un período de 15 minutos, se bombean 181,68 litros de amoníaco acuoso que contienen 14,76 litros de hidróxido de amonio (según ensayo con un contenido de 28,8 por ciento de NH_3), se continúa la agitación, se conecta el aire y se oxida completamente hasta un pH de 3,3 en 52 minutos para formar una suspensión acuosa de semilla de lepidocrocita sintética. Se completa la precipitación de la lepidocrocita manteniendo la suspensión acuosa anteriormente citada a temperatura de 38° C. inyectando gas de NH_3 a razón de 1.132 a 1.415 centímetros cúbicos por minuto, mientras que se continúa la aereación y agitación. Después de 7 horas, 20 minutos la precipitación se termina, se han usado 4,31 kilogramos de gas de NH_3 , y el volumen del lote era de 915,97 litros y contenía 17,61 kilogramos de óxido férrico, gamma hidratado, la lepidocrocita. El valor de pH final era de 3,52. Esto representa una relación de producto total de lepidocrocita a semilla de aproximadamente 2:1.

Preparación del Oxido Férrico Gamma Magnético Sintético

El tratamiento de superficie se efectuó calentando la suspensión acuosa del tanque del producto de lepidocrocita a temperatura de 80° C., y luego mientras que se agitaba se añade una mezcla del agente de tratamiento de superficie de .499 kilogramos de ácido graso de aceite de coco y .091 kilogramos de morfolina en 15.140 litros de agua caliente. Se continúa el calentamiento a temperatura de 88° C., se filtra y la torta de filtro se lava para quedar exenta de la sal. El producto es la lepidocrocita



prácticamente pura revestida con aproximadamente 2 1/2 por ciento en peso del agente de tratamiento de superficie de ácido graso.

5 Este material se redujo en un horno de tratamiento ya sea del tipo intermitente o continuo, a temperatura de 398° C., en una atmósfera de hidrógeno en óxido ferroso-férrico y subsecuentemente se oxida en una corriente de aire a temperatura de 243° C., en óxido férrico gamma cuyas propiedades magnéticas se mejoraron densificándose mecánicamente durante 45 minutos, en una máquina mezcladora.

10 El óxido acabado resultante probado magnéticamente en un campo de 1000 oersteds como un polvo seco mostró un Hc de 350, un Br de 2080, un Bm de 3690.

15 Se llevaron a cabo las medidas en un aparato micrográfico electrónico sobre el producto de óxido férrico gamma obtenido en lo que antecede, y se encontraron los siguientes resultados de la distribución del tamaño de partícula, suponiendo que cada partícula es de configuración cilíndrica y calculando la distribución como un porcentaje del volumen total calculado de las partículas.

Partículas que tienen una relación de longitud/anchura entre:	% de partículas totales sobre una base en volumen
de 1,0 a 4,0	16,63
25 de 4,0 a 7,0	47,00
de 7,0 a 10,0	24,37
de 10,0 a 13,0	9,05
de 13,0 a 16,0	1,83
de 16,0 a 18,6	1,12
30	100,00

400836



5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 17 de Marzo de 1.971, bajo el número 125.331 y 11 de Febrero de 1.972, número 225.636, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª.- Un procedimiento para producir óxido férrico magnético sintético a partir de lepidocrocita, caracterizado por combinar cloruro ferroso con álcali acuoso, siendo la concentración de cloruro ferroso de aproximadamente 30 a 60 gramos por litro; agitar vigorosamente la mezcla al tiempo que se introduce un gas que contiene

25

26-6-74

- 37 -

MCE



5
10
oxígeno hasta que el pH de la mezcla esté comprendido entre 2,9 y 4,1; mantener la suspensión formada en una condición de agitación vigorosa a una temperatura de 27 a 60°C y un pH comprendido entre 2,9 y 4,1 en presencia de cloruro ferroso en exceso, mientras se introduce simultánea y continuamente álcali y un gas que contiene oxígeno hasta que se forman 1,2 a 5 partes en peso del producto total por cada parte en peso de dicha semilla; reducir y oxidar la lepidocrocita obtenida y densificar mecánicamente el producto de óxido férrico gamma.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el álcali acuoso es NaOH, NH₄OH ó Ca(OH)₂.

15
3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la agitación vigorosa de una temperatura de 27 a 60°C y un pH entre aproximadamente 2,9 y 4,1 es en presencia de hierro metálico y cloruro ferroso en exceso.

20
4ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque el gas que contiene oxígeno se introduce hasta que el pH de la mezcla es 3-3,5.

25
5ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque antes de la reducción y la oxidación las partículas de

mce

400836-1



lepidocrocita son revestidas con al menos un ácido monocarboxílico alifático hidrófobo que tiene 8-24 átomos de carbono.

6ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR OXIDO FERRO-MAGNETICO SINTETICO A PARTIR DE LEPIDOCROCITA.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 1 JUL. 1974

P.A.

Alberto de Elizaburu

Por Euzen

amE

26-6-74
jui