

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(Case T. 2406+T.2554)

PATENTE DE INVENCION

NUMERO	468596	10	AT
FECHA DE PRESENTACION			

46 PRIORIDADES:	48 FECHA	49 PAIS
47 NUMERO		
22224-A/77	7 Abril 1.977	Italia
20508-A/78	22 Febrero 1.978	Italia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COIG//G11B	

54 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA ESTABILIZAR DIOXIDO DE CROMO FERROMAGNETICO"

71 SOLICITANTE (S)

MONTEDISON, S.p.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

MILAN (Italia)

72 INVENTOR (ES)

Giampiero Basile - Elio Gallinotti - Giancarlo Boero

73 TITULAR (ES)

MONTEDISON, S.p.A.

74 REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

POOR
QUALITY

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a dióxido de -
cromo ferromagnético estabilizado y a un procedimiento para
su obtención.

5 El dióxido de cromo es un material de eleva-
das características magnéticas que encuentra su aplicación
prevalente en el campo del registro de cinta magnética.

Presenta cierta reactividad química frente al
agua y ciertas sustancias orgánicas, particularmente frente
10 te a las que contienen grupos funcionales fácilmente oxida
bles tales como, por ejemplo, grupos hidroxilicos o amíni-
cos. Estos grupos funcionales están presentes, frecuente-
mente, en las resinas utilizadas en las formulaciones para
cintas de registro magnético, en donde las partículas de -
15 CrO_2 incorporadas en la cinta pueden oxidar dichos grupos
funcionales, reduciéndose, por lo menos superficialmente,
a compuestos de cromo de una valencia inferior, tal como -
 CrOOH , que no son ferromagnéticos y como consecuencia con el
tiempo puede descender la magnetización residual de la cin-
20 ta magnética.

Se obtiene que la cinta sobre la que se ha efectuado una gra-
bación puede presentar, después de cierto periodo de tiempo,
una reducción del nivel de rendimiento.

Se conoce estabilizar el CrO_2 sometiendo la su-
25 perficie de sus partículas a un tratamiento reductor, hacien-
dolo reaccionar, por ejemplo, con H_2S o con bisulfitos alca-
linos. Este tratamiento tiene no obstante el inconveniente
de consumir, a través de la reacción de reducción, una canti-
dad considerable del CrO_2 tratado (hasta alrededor del 30%).

30 Se ha sugerido estabilizar el CrO_2 revistiendo
sus partículas con diversas sustancias acuoinsolubles, como

por ejemplo, SiO_2 o Al_2O_3 . Sin embargo, no puede obtenerse un efecto estabilizante apreciable con estos revestimientos: si bien las partículas de CrO_2 , dispersadas en agua después del tratamiento, muestran una reducción considerable de su reactividad con agua, no puede detectarse ninguna mejora apreciable cuando se evalúa la estabilidad del CrO_2 en las cintas.

Así pues, un objeto de este invento consiste en proporcionar un dióxido de cromo que exhiba una elevada estabilidad química frente al agua y las sustancias orgánicas oxidables, y por consiguiente que exhiba una elevada estabilidad química en las cintas magnéticas en que se emplea.

Todavía otro objeto de este invento consiste en obtener este resultado por medio de un revestimiento simple, evitando así el consumir parte del CrO_2 durante el tratamiento para la estabilización.

Otro objeto del invento es el de proporcionar un procedimiento para la obtención de dicho CrO_2 estabilizado.

Todos estos objetos, así como todavía otros se obtienen con un dióxido de cromo ferromagnético estabilizado mediante un revestimiento sobre sus partículas de una sustancia estabilizante que, de conformidad con este invento, es un polifosfato de zinc un polifosfato de aluminio o un polifosfato de cromo (III), que tiene una elevada relación molar fósforo/metal y que tiene, dependiendo del metal, la fórmula siguiente:

$\text{P}_2\text{O}_5 \cdot n\text{ZnO} \cdot m\text{H}_2\text{O}$ en donde "n" está comprendido, por lo general entre 0,286 y 0,667, y en donde "m" en general está comprendido entre 0 y 2,570 o

$\text{P}_2\text{O}_5 \cdot n\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ en donde "n" está comprendido, en general, entre 0,225 y 0,500 mientras que "m" en general está comprendido entre 0 y 2,68 o

$P_2O_5 \cdot nCr_2O_3 \cdot mH_2O$ en donde "n", en general, está comprendido entre 0,143 y 0,333, mientras que "m", en general, está comprendido entre 0,002 y 2,46. La relación molar fosforo/metal en dichos polifosfatos está comprendida por tanto, en general, entre 3 y 7 en el caso de zinc, entre 2 y 4,5 en el caso de aluminio y entre 3 y 7 en el caso de cromo. Estos polifosfatos con una elevada relación molar fosforo/metal son sustancias poliméricas de por si conocidas y se han descrito, por ejemplo en la página 494 y siguientes del tratado de H.J. Meleus & J. S. Anderson: "Moderni aspetti della chimica inorganica", Edizioni Feltrinelli, Milan 1965 (traducción del texto original - "Modern aspects of inorganic chemistry", editado por Routledge and Kegan Paul Ltd., 1960).

Los polifosfatos de conformidad con este invento demuestran ser amorfos bajo los análisis difractométricos de rayos X. Los polifosfatos de zinc, que se prefieren, tienen por lo general un valor de "n" comprendido entre 0,286 y 0,500 (correspondiente a una relación molar P/Zn comprendida entre 4 y 7) y un valor de "m" comprendido entre 0,005 y 0,865. Los polifosfatos de zinc particularmente preferidos son aquellos que tienen un valor de "n" comprendido entre 0,333 y 0,500 (correspondiente a una relación molar P/Zn comprendida entre 4 y 6) y un valor de "m" comprendido entre 0,005 y 0,735.

Los polifosfatos de zinc de conformidad con el presente invento tienen un índice de refracción n_D a 25°C comprendido, por lo general, entre 1,450 y 1,520.

Los polifosfatos de aluminio preferidos tienen en general, un valor de "n" comprendido entre 0,250 y 0,333 (correspondiente a una relación molar P/Al comprendida entre 3 y 4) - mientras que el valor de "m" esta comprendido entre 0 y 1,45.

Los polifosfatos de cromo preferidos tienen; en general, un valor de "n" comprendido entre 0,200 y 0,250 (correspondiente a una relación molar P/Cr comprendida entre 4 y 5) mientras que el valor de "m" está comprendido entre 0,53 y 1,16.

Los polifosfatos preferidos son los polifosfatos de zinc y aluminio.

La cantidad de revestimiento de polifosfato metálico está comprendida, por lo general, entre 1% y 25% en peso referido al CrO_2 . En el caso de polifosfato de zinc la cantidad preferida está comprendida en general, entre 8% y 16%, mientras que se prefieren, particularmente, los valores comprendidos entre 8 y 12%. En el caso de polifosfato de aluminio la cantidad preferida está comprendida en general, entre 4% y 16%, mientras en el caso de polifosfato de cromo la cantidad preferida está comprendida, en general, entre 3 y 14%.

El CrO_2 estabilizado con polifosfato de zinc, aluminio o cromo puede obtenerse, de conformidad con este invento, por medio de un procedimiento en donde una primera etapa el CrO_2 se dispersa en agua y sobre ésta se precipita luego Zn-, Al- o Cr-ortofosfato o hidróxido.

El CrO_2 , revestido con el ortofosfato o hidróxido se separa luego del agua y se trata en una segunda etapa con H_3PO_4 tomado en cantidad tal que la relación molar entre el ZnO introducido en la primera etapa y el P_2O_5 introducido en ambas etapas esté comprendida en general entre 0,286 y 0,667 o que la relación $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ correspondiente esté comprendida, en general, entre 0,225 y 0,500 o que la relación correspondiente $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ esté comprendida en general, entre 0,143 y 0,333.

En una tercera etapa el producto intermediario así obtenido se trata a temperaturas comprendidas entre 100°

y 350°C cuando se parte de ortofosfato o hidróxido de zinc y comprendida entre 275° y 350°C cuando se parte de ortofosfato o hidróxido de Al o Cr.

En el caso de polifosfato de zinc, se utiliza, de preferencia, una temperatura comprendida entre 180°C y 350°C, mientras que la temperatura mas preferida está comprendida entre 300° y 350°C.

En el caso de polifosfato de Al o Cr, la temperatura preferida está comprendida entre 300° y 350°C.

El empleo de temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C mejora la resistencia mecánica del revestimiento que soporta mejor la operación de moituración a la que se somete el polvo de CrO_2 durante la fabricación de la cinta, asegurando así una mayor estabilidad del polvo en la cinta.

Como CrO_2 de partida puede utilizarse cualquier tipo de dióxido de cromo ferromagnético. Se puede utilizar CrO_2 libre de modificaciones, así como CrO_2 modificado con cualquier elemento modificador de CrO_2 , tal como, por ejemplo: Sb, Te, Fe, La y Ru, o con cualquier combinación de elementos modificadores, como por ejemplo Sb+Fe; Sb+Te; La+Fe; Te+Fe; Sb+Te+Fe, etc.

El dióxido de cromo modificado con un elemento modificador o combinación de elementos modificadores se describe en numerosas patentes, tal como, por ejemplo en las patentes estadounidenses siguientes:

2.885.365; 2.923.683; 2.923.684; 3.034.988; 3.068.176;
3.371.043; 3.640.871; 3.687.851; y 3.874.923.

El mayor beneficio se obtiene obviamente cuando el CrO_2 de partida tiene características apropiadas para su

empleo en cintas de registro magnéticas, o sea, cuando tiene: una fuerza coercitiva de, por lo menos, 450 oersted y una magnetización residual de, por lo menos 1500 gauss, una longitud media de las partículas no superior a 0,5 micras y una relación axial (longitud/anchura) de las partículas de alrededor de 10.

La mejor estabilidad se obtiene, en general, cuando se disgregan apropiadamente las partículas de CrO_2 de partida, para llevar el tamaño medio de los aglomerados por debajo del valor de 50 micras y, de preferencia, a un valor no superior a 10 micras.

Este estado de disgregación de las partículas puede obtenerse mediante molturación en húmedo o en seco. Particularmente conveniente parece ser la molturación en húmedo, por ejemplo en un vaso giratorio conteniendo material de molturación apropiado por ejemplo bolas de esteatita, o en un molino de micro-bolas con microbolas obtenidas, por ejemplo, de acero inoxidable.

La molturación en húmedo se lleva a cabo, en general, en agua con una concentración de CrO_2 comprendida entre 100 y 500 g/l. de suspensión, pero de preferencia a concentraciones comprendidas entre 250 y 350 g/l.

La primera etapa del tratamiento se efectúa, en general, con una concentración de 50 a 300 g de CrO_2 , por litro de suspensión. La precipitación del ortofosfato de Zn, Al o Cr puede obtenerse haciendo reaccionar una sal hidrosoluble del metal con ortofosfato alcalino. En calidad de sales solubles pueden utilizarse, por ejemplo, sulfato de zinc, cloruro de zinc o nitrato de zinc; sulfato, cloruro o nitrato de aluminio, o cloruro, nitrato o acetato de Cr(III). En calidad de ortofosfatos alcalinos pueden utilizarse, por

ejemplo, NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , KH_2PO_4 y K_2HPO_4 : Al medio reaccional se adiciona un hidróxido alcalino (por ejemplo NaOH) o amoníaco de modo que se lleve el pH a los valores mas apropiados para la precipitación del fosfato deseado, o sea a valores comprendidos entre 5 y 7 para el ortofosfato de zinc, entre 7,5 y 8,5 para el ortofosfato de aluminio y entre 7 y 8 para el ortofosfato de cromo.

El ortofosfato alcalino y la sal metálica se adicionan por separado o conjuntamente, mientras que el hidróxido alcalino o el amoníaco se adicionan, usualmente, al final. Cuando el fosfato alcalino y la sal metálica se adicionan por separado uno de estos dos reactivos puede introducirse en la etapa de molturación en húmedo.

La relación entre los iones metálicos y PO_4 es, en general, estequiométrica. Sin embargo, es también posible utilizar la sal metálica en exceso; en este caso, junto con el ortofosfato, precipita también el hidróxido. La reacción se lleva a cabo, en general, a la temperatura del ambiente.

Pueden utilizarse otros métodos para producir la precipitación del ortofosfato metálico sobre las partículas de CrO_2 ; así pues, por ejemplo, el ortofosfato de Cr(III) puede precipitarse del modo siguiente:

Se reduce CrO_3 (disuelto en una dispersión acuosa de CrO_2) a Cr^{+++} por medio de un compuesto reductor, tal como, por ejemplo SO_2 , NaHSO_3 o $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ en presencia de H_3PO_4 .

La suspensión así obtenida al final de la primera etapa, y constituida por CrO_2 revestido con fosfato metálico, se separa del agua, por ejemplo mediante filtración, y luego se lava el producto con agua para separar las sales solubles que se forman durante la reacción de la sal metáli-

ca con el fosfato alcalino,

Es conveniente eliminar una mayor parte del agua de enbebiación de la torta hasta obtener una torta que contenga, por ejemplo, del 40% al 60% de agua; esto puede obtenerse, por ejemplo, mediante succión bajo vacío o en una prensa de filtro. Luego se adiciona a la torta ácido fosfórico tomado en cantidades tales que se ajusten a las relaciones molares de óxido metálico frente a P_2O_5 definidas anteriormente. Para esta finalidad es preferible utilizar una solución acuosa de H_3PO_4 .

La torta que se ha adicionado con ácido fosfórico se agita luego vigorosamente, por ejemplo durante 10-60 minutos. La segunda etapa se lleva a cabo, usualmente, a la temperatura del ambiente. La primera y sobre todo, la segunda etapa, se llevan a cabo bajo vigorosa agitación de modo que se asegure una distribución uniforme, especialmente en la segunda etapa, de los reactivos en la masa del dióxido de cromo. A continuación se calienta la torta en la tercera etapa a las temperaturas previamente definidas.

La duración del calentamiento es tal, en general, que asegure que el producto permanezca a la temperatura elegida durante un período de tiempo superior a 2 horas, pero de preferencia durante un período de tiempo comprendido entre 5 horas y 10 horas. El calentamiento puede llevarse a cabo, por ejemplo, en corriente de aire caliente o en un horno rotatorio.

Durante el tratamiento térmico, sobre las partículas de CrO_2 se forma el revestimiento de polifosfato. El valor de "n" decrece con la elevación de la temperatura de tratamiento; a igual temperatura la disminución de "n" es mayor para los productos que tienen un elevado valor de "n".

Los polifosfatos de zinc preferidos en donde "n" está comprendido entre 0,286 y 0,500 y "m" está comprendido entre 0,005 y 0,865, se obtienen utilizando una relación molar entre el ZnO introducido en la primera etapa y el P_2O_5 introducido en la primera y segunda etapa, -
5 comprendida entre 0,286 y 0,500 y tratando luego el producto intermediario a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C. Los polifosfatos de zinc que son mas preferidos, en donde "n" está comprendido entre 0,333 y 0,500 y "m" está comprendido entre 0,005 y 0,735, se obtienen con una
10 relación molar ZnO/P_2O_5 comprendida entre 0,333 y 0,500 y tratando el producto intermediario a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.

Los polifosfatos de aluminio preferidos, en donde "n" está comprendido entre 0,250 y 0,333 y "m" está comprendido entre 0 y 1,45, se obtienen utilizando una relación molar entre el Al_2O_3 introducido en la primera etapa y el P_2O_5 introducido en la primera y segunda etapa, comprendida entre 0,250 y 0,333 y tratando luego el producto
15 intermediario a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.

Los polifosfatos de cromo preferidos, en donde "n" está comprendida entre 0,200 y 0,250 y "m" está comprendido entre 0,53 y 1,16, se obtienen utilizando una relación molar entre Cr_2O_3 introducido en la primera etapa y el P_2O_5 introducido en la primera y segunda etapas, comprendida entre 0,200 y 0,250 y tratando el producto intermediario a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.
25

Las cantidades de compuestos de zinc, aluminio o cromo y de H_3PO_4 con referencia al CrO_2 se calculan, obviamente, en función de la cantidad de revestimiento deseado. Asi pues, por ejemplo, para obtener un revestimiento
30

constituido por una cantidad comprendida entre 1 y 25% en peso de $P_2O_5 \cdot nZnO \cdot mH_2O$ (en donde "n" está comprendido entre 0,286 y 0,667 y "m" está comprendido entre 0 y 2,570) referido al CrO_2 , en la primera etapa se utiliza de 0,11 a 6,94% en peso de sal de zinc soluble, calculado como ZnO , con respecto al CrO_2 de partida, y globalmente en la primera y segunda etapa se utiliza del 0,67% al 18,06% en peso de fosfato alcalino y H_3PO_4 , calculado como P_2O_5 , con respecto al CrO_2 de partida.

5

10

El dióxido de cromo revestido con el polifosfato metálico se moltura luego en seco, por ejemplo en un molino de vástago de impacto con discos de vástago contragiratorios, hasta reducirlo a un tamaño de partícula inferior a 50 micras y, de preferencia, no superior a 10 micras.

15

20

Tal como ya se ha explicado, en la primera etapa, en lugar de ortofosfatos metálicos pueden precipitarse los hidróxidos metálicos. La precipitación de $Zn(OH)_2$, $Al(OH)_3$, o $Cr(OH)_3$ en general se obtiene por reacción, en la suspensión de CrO_2 , de una sal de zinc soluble, sal de aluminio soluble o sal de cromo soluble, por ejemplo una de las definidas previamente, con un hidróxido alcalino (por ejemplo $NaOH$) o amoníaco.

25

La sal metálica se introduce primero, mientras que se adiciona sucesivamente el hidróxido alcalino o el amoníaco, en cantidades tales que se lleve el pH a los valores que sean los mejores para la precipitación del hidróxido, o sea, a valores comprendidos entre 5 y 7 en el caso de $Zn(OH)_2$, entre 8 y 9 para $Al(OH)_3$ y entre 6 y 7 para $Cr(OH)_3$.

30

La disgregación preliminar del CrO_2 y los otros detalles de esta primera etapa son idénticos con los del procedimiento en donde se precipita el ortofosfato metálico

Las otras dos etapas son completamente idénticas a excepción evidentemente, de la cantidad de H_3PO_4 adicionada en la segunda etapa que es mayor para que se ajuste a las relaciones molares antes indicadas entre el óxido metálico y el P_2O_5 .
5 Así pues, por ejemplo, para obtener un revestimiento constituido por una cantidad comprendida entre 1% y 25% en peso, referida al CrO_2 , de $P_2O_5 \cdot nZnO \cdot mH_2O$ (en donde "n" está comprendido entre 0,286 y 0,667 y "m" está comprendido entre 0 y 2,570, en la primera etapa se utiliza del 0,11 al
10 6,94% en peso de una sal soluble de Zn, calculado como ZnO , con respecto al CrO_2 de partida, mientras que en la segunda etapa se utiliza del 0,67% al 18,06% en peso de H_3PO_4 calculado como P_2O_5 con respecto al CrO_2 de partida.

Los productos de conformidad con este invento
15 muestran una estabilidad considerable con respecto al agua y sustancias orgánicas oxidables y exhiben, por tanto, una estabilidad considerable en las cintas de registro magnéticas.

La estabilidad de los productos antes citados
20 se determina, prevalentemente sobre cinta, bajo condiciones particularmente severas, según un método de por sí conocido, que consiste en exponer durante unos pocos días la cinta magnética a base de CrO_2 en un medio caliente con una humedad relativa dada, y medir el decaimiento de la magnetización residual y de saturación de la cinta producido por dicha
25 exposición.

Los ejemplos que siguen se ofrecen para evidenciar con mayor claridad la idea inventiva del invento.

Ejemplo 1

30 El dióxido de cromo de partida es CrO_2 modificado con 0,27% en peso (referido al CrO_2) de lantano. Su

fuerza coercitiva ascendió a 445 oersted. La magnetización máxima B_m (medida en un campo de 1000 oersted) fue de 2950 gauss, mientras que la magnetización residual ascendió a -1750 gauss.

5 70 g de este dióxido de cromo se dispusieron en un vaso cilíndrico de 750 cc junto con 300 g de agua en la que se había disuelto 9,33 g de sulfato de zinc heptahidrato (al 99%). A continuación se introdujo también 400 g de bolas de esteatita de 12 mm de diámetro. Luego se hizo girar el vaso durante 15 horas a una velocidad de 30 rpm. disponiéndolo entre dos rodillos giratorios. Al final de la molienda el tamaño de partícula medio de los aglomerados de partículas de CrO_2 fue inferior a 40 micras.

10 Luego se separaron las bolas de esteatita de la suspensión de CrO_2 reuniéndolas sobre un tamiz y se lavaron con 750 g de agua. El agua de lavado se adicionó a la suspensión cuya concentración en CrO_2 descendió hasta 66 g/l de suspensión.

15 A continuación se introdujo 2,120 cc de esta suspensión en un cubilete de 5000 cc y se sometió durante 15 minutos a agitación con un agitador mecánico de 4 paletas girando a 200 rpm. Durante 10 minutos se adicionaron -15,5 g de $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ (99%) disuelto en 150 cc de agua. Luego se adicionaron, durante unos 15 minutos, 22,2 cc de una solución de NaOH a 113 g/l, con lo que se obtuvo un pH final de 7.

20 Luego se filtró la suspensión en un embudo Buchner después de lo cual se lavó abundantemente con agua. La torta resultante se sometió a succión de aire durante unos 30 minutos, después de lo cual se subdividió en 3 porciones iguales de 74 g cada una. Luego se adicionó a cada

porción 50 cc de una solución de H_3PO_4 a 98,2 g/l y luego se agitó durante 15 minutos por medio de un agitador de paletas.

La primera porción se trató a 250°C en una corriente de aire durante 3 horas. La masa sinterizada así obtenida el término del tratamiento se molturó en un mortero hasta reducirla a fino polvo.

El producto estabilizado así obtenido contuvo 14,04% en peso (calculado sobre el CrO_2) de $P_2O_5 \cdot 0,667ZnO \cdot 0,47 H_2O$. Su fuerza coercitiva (445 oersted) permaneció inalterada. Su máxima magnetización B_m descendió hasta 2650 gauss, mientras que la magnetización residual B_r descendió a 1550 gauss; esta caída no significa que se produce una alteración del producto, sino que depende únicamente del hecho de que se lleve a cabo la medición sobre un polvo que no consiste solo de CrO_2 puro sino que comprende CrO_2 y polifosfato de zinc. En efecto, los valores B_m y B_r son proporcionales a la cantidad porcentual del CrO_2 presente en la muestra, por lo que la caída de B_m y B_r da también una indicación de la cantidad porcentual del revestimiento.

Por el contrario, la caída del B_r y B_m en la cinta magnética, como función del tiempo, depende solo de la descomposición del CrO_2 y es sustancialmente proporcional a ésta.

Para la preparación de la cinta magnética se procede como sigue:

A 5 g de dióxido de cromo estabilizado se adicionó 15 g de una formulación de barniz a base de CrO_2 constituida por:

- | | |
|---|-------------|
| - compuestos poliméricos (poliuretano saturado mas copolímero de acetato y cloruro de vinilo) | 18% en peso |
| - metiletilcetona | 40% " " |
| - tetrahidrofurano | 20% " " |

- dimetilacetamida 20% en peso
- tensioactivo aniónico 2% " "

A ello se le adicionaron 15 g de tetrahidrofurano y el conjunto de la mezcla se introdujo en un recipiente de vidrio de 100 cc junto con 45 g de pequeñas esferas de vidrio de 5 mm ϕ . Luego se dispuso el recipiente sobre un dispersador vibratorio que se sometió a vigorosa agitación exactamente durante 1 hora.

A continuación se adicionaron 10 g de la formulación anterior y 5 gramos de tetrahidrofurano, manteniéndose la agitación durante otros 5 minutos.

El barniz homogéneo así obtenido se roció sobre un soporte de polietilentereftalato flexible por medio de un rociador de película apto para producir un espesor de 8 mils (203,2 micras). Sobre esta rociadura, dejada secar durante 24 horas, se midió luego el B_m y el B_r por medio de un histerisígrafo de corriente alterna, con un campo magnetizante de 1000 oersted. Luego se expuso la cinta durante 6 días a 65°C en un medio con una humedad relativa del 50%. Luego se midió de nuevo la B_m y la B_r y se calculó la disminución porcentual de dichos valores siguiendo la exposición antes indicada.

La caída de B_m y B_r resultó corresponder al 19,07%.

Con una cinta idéntica, preparada según los mismos procedimientos y a partir de 5 g del mismo CrO_2 sin estabilizar y sometida, simultáneamente, a la misma prueba de estabilidad, la caída de B_m y B_r resultó igual al 36,37%.

EJEMPLOS 2 - 3

Aquí se procedió exactamente como en el ejemplo 1, a excepción de que el tratamiento térmico se llevó a

100°C y 185°C. El producto tratado a 100°C contuvo el 16,5% en peso, referido al CrO_2 , de $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,667\text{ZnO} \cdot 2,47\text{H}_2\text{O}$ y mostró un B_m de 2550 gauss y un B_r de 1500 gauss, mientras que su H_{ci} permaneció inalterado.

5 Después de la prueba de exposición al aire caliente y húmedo descrita en el ejemplo 1, se observó una caída del B_r y B_m del 28,27% frente al 36,37% para el producto sin estabilizar.

10 El producto tratado a 185°C contuvo 14,67% de $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,667\text{ZnO} \cdot 0,97\text{H}_2\text{O}$ y mostró un B_m de 2600 gauss y un B_r de 1550 gauss, mientras que su H_{ci} permaneció invariable. Después de la exposición al aire caliente y húmedo se observó una caída de la B_r y de la B_m del 19,14% frente al 36,37% para el producto no estabilizado.

15 EJEMPLO 4

El dióxido de cromo de partida en esta prueba fue CrO_2 modificado con 0,08% en peso de telurio.

20 Su fuerza coercitiva ascendió a 500 oersted, mientras que su magnetización máxima B_m (todavía medida en un campo de 1000 oersted) ascendió a 2950 gauss. La magnetización residual B_r ascendió a 1750 gauss. 250 gramos de este dióxido de cromo y 950 g de agua se dispusieron en un recipiente de aluminio de 3 litros junto con 1000 g de esferas de vidrio de 2,5 mm de diámetro. Luego se sometió el recipiente a 25 agitación durante 90 minutos sobre un dispersador vibratorio.

30 Al final de la molienda el tamaño de partícula de los aglomerados fue de alrededor de 10 micras. Esta suspensión se dispuso en un recipiente de vidrio equipado con un agitador de paletas, junto con el agua de lavado de las esferas de vidrio, con lo que la concentración de la suspensión ascendió a alrededor de 250 g de CrO_2 por litro de suspensión.

Bajo agitación se adicionó a la suspensión 16,5 g de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ en estado sólido, 13,7 g de $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ (99%) disueltos en 300 cc de agua y una solución de NaOH a 113 g/l hasta un pH de 7.

5 Luego se filtró y lavó el producto, a continuación se dejó bajo succión de aire y por último se trató en un recipiente de aluminio con 28,66 g del 85% en peso de ácido fosfórico disuelto en 150 cc de agua, con lo que se obtuvo una relación molar PO_4 / Zn^{++} de 5.

10 El recipiente se sometió a agitación durante 60 minutos en un dispensador vibratorio.

 Luego se secó el producto a 95°C, bajo vacío, y se molturó en un molino de vástago de impacto con discos de vástago contra-giratorios. A continuación se trató durante 15 5 horas a 350°C. El producto contuvo 10,84% en peso de $P_2O_5 \cdot 0,400ZnO \cdot 0,89H_2O$ con respecto al CrO_2 . Su B_m ascendió a 2630 gauss mientras que su B_r ascendió a 1560 gauss y su H_{ci} a 500 oersted.

 La prueba de estabilidad sobre la cinta se llevó a cabo según los procedimientos descritos en el ejemplo 1, 20 exceptuando la duración que en este caso fue de 4 días. Después de la prueba el producto mostró una caída de la B_m y B_r en la cinta de 14,5% frente al 36,0% para el producto no estabilizado.

25 EJEMPLOS 5 - 7

 En la prueba 5 se molturaron en húmedo, según los mismos procedimientos que los del ejemplo 1, 70 g del mismo CrO_2 del ejemplo 1, adicionándole sulfato de zinc en tal cantidad que se obtuviera una relación ponderal Zn^{++}/CrO_2 30 de 2,24:100.

 A la suspensión conteniendo 66 g de CrO_2 /litro de suspensión se adicionaron 200 cc de H_2O conteniendo

5,79 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (99%); luego el pH de la suspensión se llevó, durante 15 minutos, a un valor de 5,5 por medio de una solución de NaOH a 113 g/litro.

5 Luego se filtró el producto, se lavó la torta y luego se sometió a succión, todavía según los procedimientos del ejemplo 1.

10 A continuación se agitó el producto durante al rededor de 15 minutos con 71 cc de una solución de H_3PO_4 a 77,22 g/litro. Luego se secó el conjunto a 185°C durante unas 5 horas y a continuación se molidó. El producto así obtenido contuvo 10,95% (todavía en peso con respecto al CrO_2) de $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,667\text{ZnO} \cdot 0,97\text{H}_2\text{O}$. Su B_m ascendió a 2640 gauss mientras que su B_r ascendió a 1570 gauss y su H_{ci} a 450 Oersted.

15 Después de la prueba de estabilidad sobre la cinta, tal como se ha descrito en el ejemplo 1, el producto mostró una pérdida en B_m y B_r en la cinta del 22,4%. La no estabilizada, sometida contemporáneamente a la misma prueba de estabilidad, mostró una pérdida de B_m y B_r en la cinta -
20 del 36,41%.

En la prueba 6 se procedió como en el ejemplo 5, a excepción de que se adicionó sulfato de zinc en una cantidad tal que se obtuviera una relación ponderal $\text{Zn}^{++}/\text{CrO}_2$ igual a 1,45:100. A la mezcla se adicionó luego 3,75 g de
25 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (99%) y en la etapa sucesiva 86,3 cc de una solución de H_3PO_4 a 77,22 g/l, el producto se trató también durante 5 horas a 185°C.

El producto así obtenido contuvo 11,48% de $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,400\text{ZnO} \cdot 1,82\text{H}_2\text{O}$. Su B_m ascendió a 2580 gauss, su B_r fue igual a
30 1530 gauss, mientras que su H_{ci} ascendió a 450 oersted. Después de la prueba de estabilidad sobre la cinta el produc

to mostró una caída de la B_m y B_r en la cinta del 21,65% -
frente al 36,41% para el producto no estabilizado.

5 En la prueba 7 se procedió como en el ejemplo
5, a excepción de que se adicionó a la mezcla sulfato de zinc
en una relación ponderal Zn^{++}/CrO_2 de 1,07:100.

10 Luego se adicionaron 2,78 g de $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$
(99%) y, en la etapa sucesiva, 92,5 cc de una solución de
 H_3PO_4 a 77,22 g / l. El tratamiento se llevó a cabo asimis-
mo a 185°C durante 5 horas. El producto así obtenido contu-
vo 11,40% de $P_2O_5 \cdot 0,286ZnO \cdot 2,03H_2O$. Su B_m ascendió a 2570
gauss, su B_r a 1520 gauss mientras que su H_{ci} a 455 oersted.

15 Después de la prueba de estabilidad sobre la
cinta el producto mostró una caída de la B_m y B_r en la cinta
del 23,02% frente al 36,41% para el producto no estabilizado.

EJEMPLO 8.

20 En esta prueba se procedió como en la prueba
6, a excepción de que se precipitó en la primera etapa $Zn(OH)_2$
en lugar de $Zn_2(PO_4)_3$. El hidróxido de zinc se precipitó
con una solución de NaOH a 113 g/l hasta alcanzar un pH de
6,5. En la segunda etapa la cantidad de solución de H_3PO_4
se aumentó hasta 98,51 cc de modo que se alcanzará la misma
relación Zn^{++}/PO_4 que en la prueba 6. Asimismo el tratamien-
to térmico fue idéntico. El producto contuvo 11,48% en peso
de $P_2O_5 \cdot 0,400ZnO \cdot 1,82H_2O$. La B_m del producto ascendió a -
2580 gauss, la B_r a 1530 gauss y la H_{ci} a 450 oersted.

25 Después de la prueba de estabilidad de la cin-
ta el producto mostró una caída de la B_m y B_r en la cinta del
23,5% frente al 36,41% del producto no estabilizado.

EJEMPLO 9.

30 El dióxido de cromo de partida fue CrO_2 modifi-
cado con 0,54% en peso (referido al CrO_2) de antimonio. Su

H_{ci} ascendió a 495 oersted, su B_m a 2480 gauss y su B_r a 1745 gauss. Sobre 1 kg. de este producto se repitió el mismo tratamiento que el del ejemplo 6, con la sola diferencia de que la mezcla de fosfato de zinc con ácido fosfórico se
5 llevó a cabo durante 1 hora. También el tratamiento térmico resultó idéntico al del ejemplo 6. El producto contuvo 11,48% de $P_2O_5 \cdot 0,400ZnO \cdot 1,82 H_2O$. Su B_m ascendió a 1630 gauss, su B_r a 1650 gauss, mientras que su H_{ci} ascendió a 480 oersted.

10 Después de la prueba de estabilidad usual sobre la cinta el producto mostró una caída en B_m y B_r en la cinta del 15,77% frente al 36,5% medido para el producto sin estabilizar. La mejor estabilidad obtenida en comparación con la del ejemplo 6 depende, fundamentalmente, de que el
15 CrO_2 de partida tenga una granulometría mas fina.

EJEMPLOS 10-11.

En la prueba 10 se introdujeron en un vaso cilindrico y 3 litros 250 g del mismo CrO_2 del ejemplo 1 y 950 g de agua junto con 1000 gramos de pequeñas bolas de vidrio de 2,5 mm de diámetro.
20

Luego se sometió el vaso a agitación durante 90 minutos en un dispersador vibratorio. Al final de esta molidura el tamaño de partícula de los aglomerados fue de alrededor de 10 micras.

25 Esta suspensión se dispuso en un recipiente de vidrio equipado con agitador de paletas, junto con el agua de lavado de las pequeñas bolas de vidrio, con lo que la concentración de la suspensión ascendió a alrededor de 250 g de CrO_2 /litro de suspensión.

30 Bajo agitación se adicionaron luego 16,5 g de $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ en estado sólido, 13,7 g de $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ (99%) disuelto en 300

cc de agua y una solución de NaOH a 113 g/l hasta alcanzar un pH de 7.

5 Luego se filtró y lavó el producto, se sometió a la aspiración de aire y luego se dispuso en un recipiente de vidrio equipado con agitador de paletas y a continuación se trató durante 1 hora con 41,86 g de un ácido fosfórico al 85% en peso disuelto en 150 cc de agua, con lo que se obtuvo una relación molar PO_4^{---} / Zn^{++} de 7.

10 Luego se secó el producto bajo vacío a 95°C y se molturó en un molino de vástago de impacto. A continuación se trató el producto durante 5 horas a 350°C.

Este producto contuvo 13,38% en peso de $P_2O_5 \cdot 0,286ZnO \cdot 0,53 H_2O$ referido al CrO_2 . Su B_m ascendió a 2700 gauss, su B_r a 1580 gauss, mientras que su H_{ci} ascendió a 450 oersted.

15 Después de la prueba de estabilidad sobre la cinta, llevada a cabo como en el ejemplo 1, el producto mostró una caída de la B_m y B_r en la cinta del 21,0% frente al 36,6% del mismo producto pero sin estabilizar.

20 En la prueba 11 se operó exactamente como en la prueba 10, a excepción de que se utilizó una relación molar PO_4^{---} / Zn^{++} de 3. El producto obtenido contuvo 6,51 % de $P_2O_5 \cdot 0,667ZnO$ anhidro.

Su B_m ascendió a 2770 gauss, su B_r a 1620 gauss, mientras que su H_{ci} fue igual a 445 oersted.

25 Después de la prueba de estabilidad sobre la cinta el producto mostró una caída de la B_m y B_r del 23,0%, frente al 36,6% para el mismo producto pero sin estabilizar.

EJEMPLO 12.

30 Los ejemplos 12-17 se refieren al CrO_2 estabilizado con polifosfato de aluminio.

El dióxido de cromo de partida es un CrO_2 modifi

cado con 0,27% de lantano. Su fuerza coercitiva H_{ci} ascendió a 445 oersted, mientras que su magnetización máxima B_m (medida en un campo de 1000 oersted) ascendió a 2850 gauss, y su magnetización residual B_r fue igual a 1700 gauss. 250 g de este CrO_2 se introdujeron en un recipiente de 4 litros

5

junto con 2250 g de pequeñas bolas de vidrio de 2,5 mm de diámetro y con 1000 cc de agua.

A continuación se sometió a agitación el recipiente durante 45 minutos en un dispersador vibratorio.

10 Después de separar las bolas de vidrio se introdujo la suspensión en un recipiente de 10 litros equipado con agitador de paletas. En este recipiente se introdujo luego agua en una cantidad tal que se llevara la concentración de la suspensión a 30 g de CrO_2 por litro, y luego se adicionó 13,90 g de $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$. A continuación el

15

pH se llevó hasta 8,5 por medio de una solución de NaOH a 50 g/litro. Esta mezcla se filtró y se lavó.

La torta resultante se introdujo en un recipiente de 4 litros junto con 1500 g de pequeñas bolas de vidrio

20

600 g de agua y 17,10 g de un H_3PO_4 al 85%. A continuación se sometió el recipiente a agitación durante 30 minutos en un dispersador vibratorio.

La suspensión se secó luego a 90°C durante 12 horas bajo vacío y se molturó el producto seco en un molino de vástago de impacto. Luego se calcinó el producto seco

25

durante 10 horas a 350°C. El producto obtenido contuvo 5,50% en peso de $P_2O_5 \cdot 0,250 Al_2O_3 \cdot 1,09H_2O$ con respecto al CrO_2 , y mostró las propiedades magnéticas siguientes:

H_{ci} : 445 oersted; $B_m = 2.700$ gauss; $B_r = 1600$ gauss.

30 La prueba de estabilidad sobre la cinta se llevó a cabo según los procedimientos del ejemplo 1, a excep-

ción de que su duración fue de 4 días. Después de la prueba se apreció una caída de la B_m del 18% frente al 36% observado para el mismo producto sin estabilizar.

EJEMPLOS 13 - 14

5 Se procedió exactamente de igual modo que en el ejemplo 12, a excepción que la cantidad de $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ y H_3PO_4 fue respectivamente doblada (prueba 13) y triplicada (prueba 14) con respecto al ejemplo 12.

10 El producto 13 contuvo 11,00% de $P_2O_5 \cdot 0,250 Al_2O_3 \cdot 1,09H_2O$ (siempre con respecto al CrO_2) y mostró las propiedades magnéticas siguientes:

$$H_{ci} = 450 \text{ oersted}; B_m = 2540 \text{ gauss}; B_r = 1520 \text{ gauss.}$$

15 Después de la prueba de estabilidad (llevada a cabo también durante 4 días), la caída de la B_m ascendió al 14% frente al 36% para el producto no estabilizado.

El producto 14 contuvo 16,50% de $P_2O_5 \cdot 0,250 Al_2O_3 \cdot 1,09 H_2O$ y mostró las propiedades magnéticas siguientes:
 $H_{ci} = 400 \text{ oersted}; B_m = 2400 \text{ gauss}; B_r = 1450 \text{ gauss.}$

20 Después de la prueba usual de estabilidad, para la B_m se observó una caída del 19% frente al 36% observada para el producto no estabilizado.

EJEMPLO 15.

25 En este caso se operó como en el ejemplo 12, a excepción de que en la segunda etapa se utilizó solo 12,82 g de H_3PO_4 con concentración del 85%, para obtener una relación P_2O_5/Al_2O_3 igual a 3, y que el producto, tratado con H_3PO_4 , se secó luego durante 24 horas a 90°C.

30 El producto así obtenido contuvo 3,94% de $P_2O_5 \cdot 0,333 Al_2O_3$ exento de agua, y mostró las propiedades magnéticas siguientes:

$$H_{ci} = 445 \text{ oersted}; B_m = 2740 \text{ gauss y } B_r = 1650 \text{ gauss.}$$

Después de la prueba de estabilidad (llevada a cabo asimismo durante 4 días) la caída de la B_m fue del 19% frente al 36% para el producto no estabilizado.

EJEMPLO 16 - 17

5 Se operó como en el ejemplo 15, a excepción de que la cantidad de $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ y H_3PO_4 se dobló y triplicó, respectivamente, con respecto al ejemplo 15.

10 El producto 16 contuvo 7,89% de $P_2O_5 \cdot 0,333 Al_2O_3$ exento de agua y mostró las propiedades magnéticas siguientes:

$H_{ci} = 435$ oersted; $B_m = 2600$ gauss; $B_r = 1550$ gauss.

Después de la prueba usual de estabilidad la caída de la B_m fue del 17% frente al 36% del producto no estabilizado.

15 El producto 17 contuvo 11,83% de $P_2O_5 \cdot 0,333 Al_2O_3$ exento de agua y mostró las propiedades magnéticas siguientes:

$H_{ci} = 445$ oersted; $B_m = 2530$ gauss y $B_r = 1520$ gauss.

20 Después de la prueba de estabilidad usual la caída de la B_m fue del 17% frente al 36% del producto no estabilizado.

EJEMPLO 18

Los ejemplos 18 - 27 se refieren al CrO_2 estabilizado con polifosfato de cromo.

25 El dióxido de cromo de partida fue igual al del ejemplo 12.

30 Se introdujeron 250 g de CrO_2 en un recipiente de 4 litros junto con 2250 g de pequeñas bolas de vidrio de 2,5 mm de diámetro y con 1000 cc de agua. El recipiente se sometió luego a agitación durante 45 minutos en un dispersador vibratorio. Después de la separación de las peque

5 ñas bolas de vidrio se introdujo la suspensión en un recipiente de 10 litros equipado con un agitador de paletas. Luego se le adicionó agua hasta alcanzar una concentración de la suspensión correspondiente a 30 g de CrO_2 /litro, y a ello se adicionaron 2,40 g de CrO_3 y 2,76 g de H_3PO_4 con una concentración del 85%.

10 Luego se calentó la mezcla hasta 70°C y a continuación, bajo agitación, se le adicionó, lentamente, 5,80 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ con concentración del 95% disuelto en 250 cc de H_2O , manteniendo la temperatura a 70°C. Al término de la reacción de reducción y de la precipitación del fosfato de cromo se filtró el producto y se lavó.

15 Luego se introdujo la torta en un recipiente de 4 litros junto con 1500 g de pequeñas bolas de vidrio, 600 g de agua y 11,07 g H_3PO_4 al 85%. Luego se sometió el recipiente a agitación durante 30 minutos en un dispersador vibratorio.

20 Luego se secó la suspensión durante 12 horas a 90°C, bajo vacío, y a continuación se molturó el producto seco en un molino de vástago de impacto. Por último se calcinó el producto a 350°C durante 10 horas.

25 El producto así obtenido, contuvo 4,49% en peso (con respecto al CrO_2 de $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,200\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot 0,98 \text{H}_2\text{O}$ y presentó las propiedades magnéticas siguientes:
 $H_{ci} = 455$ oersted; $B_m = 2720$ gauss y $B_r = 1600$ gauss.

30 La prueba de estabilidad sobre la cinta se llevó a cabo según los procedimientos del ejemplo 1, a excepción de que su duración fue de 4 días. Después de la prueba de estabilidad se observó una caída de la B_m del 24% frente al 36%, observado para un producto idéntico pero sin estabilizar.

EJEMPLOS 19 - 27

Se procedió como en el ejemplo 18, utilizando diferentes relaciones de P_2O_5 frente al Cr_2O_3 y operando de modo que se obtuvieran distintas cantidades de revestimiento sobre las partículas de CrO_2 .

5

Los resultados obtenidos se exponen en la

Tabla I.

TABLA I

Número de la prueba	Cantidad de revestimiento	Fórmula del revestimiento	Propiedades magnéticas del producto estabilizado			Caída porcentual de la B_m después de la prueba de estabilidad
			H_{ci} (oersted)	B_m (gauss)	B_r (gauss)	
	(% en peso con respecto al CrO_2)					
19	8,98	$P_2O_5 \cdot 0,200Cr_2O_3 \cdot 0,98H_2O$	440	2600	1550	22
20	13,47	"	450	2450	1470	24
21	3,63	$P_2O_5 \cdot 0,250Cr_2O_3 \cdot 0,53H_2O$	440	2750	1640	25
22	7,27	"	445	2650	1580	22
23	10,90	"	440	2540	1510	23
24	2,80	$P_2O_5 \cdot 0,333Cr_2O_3 \cdot 0,002H_2O$	445	2780	1630	27
25	5,60	"	450	2700	1600	24
26	8,39	"	455	2650	1560	26
27	12,74	$P_2O_5 \cdot 0,143Cr_2O_3 \cdot 1,43H_2O$	440	2490	1480	27

EJEMPLOS 28 - 30

Estos ejemplos se refieren al CrO_2 estabilizado con polifosfato de aluminio.

5 Se procedió como en el ejemplo 12, utilizando relaciones diferentes de $\text{P}_2\text{O}_5/\text{Al}_2\text{O}_3$ y operando de modo que se obtuvieran distintas cantidades de revestimiento sobre las partículas de CrO_2 .

En la prueba 30 el producto se calcinó a 300°C . en lugar de a 350°C .

10 Los resultados obtenidos se exponen en la Tabla II.

TABLA II

Número de la prueba	Cantidad del revestimiento (en % en peso con respecto al CrO_2)	Fórmula del revestimiento	Propiedades magnéticas del producto estabilizado		Caída porcentual de la B después de la prueba de estabilidad
			B_m (en gauss)	B_r (en gauss)	
28	5,72	$\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,500\text{Al}_2\text{O}_3$, anhidro	2695	1610	25
29	12,62	$\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,225\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1,38\text{H}_2\text{O}$	2490	1455	29,5
30	8,00	$\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 0,333\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,15\text{H}_2\text{O}$	2620	1570	19

EJEMPLO 31

Este ejemplo representa una prueba comparativa llevada a cabo con CrO_2 revestido con SiO_2 , siguiendo un pro-

cedimiento del arte anterior

5 Se molidó 100 g del mismo CrO_2 del ejemplo 1 en un molino de vástago de impacto. Al final de la molidura el tamaño medio de las partículas aglomeradas estuvo comprendido entre 70-80 micras. Este producto molido se lavó luego con agua y a continuación se dispersó en 1000 cc de agua en un vaso de 2000 cc, en donde se sometió a agitación mecánica con un agitador de paletas.

10 A esta dispersión se adicionó, durante 10 minutos, 40 cc de una solución de H_2SiF_6 con un contenido de SiO_2 de 50 g/l, y simultáneamente una solución de NaOH -2N en una cantidad tal que se mantuviera el pH entre 2,5 y 3. Esto se llevó a cabo con la adición de solución de NaOH hasta alcanzar, después de 1 hora, un pH de 8. Se filtró el producto obtenido, se lavó abundantemente y luego se secó durante 15 24 horas a 110°C , con lo que se obtuvo un revestimiento del 2% de SiO_2 calculado sobre el CrO_2 .

20 Después de exposición al aire caliente y húmedo, según la prueba del ejemplo 1, se determinó una caída de la B_r y B_n igual al 31,6% en la cinta, mientras que la caída ascendió al 34% para una cinta preparada con una muestra de CrO_2 sin estabilizar.

= . =

25

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

30 1.- Procedimiento para estabilizar dióxido de cromo ferromagnético, caracterizado porque esencialmente comprende el revestimiento de sus partículas con una subs-

tancia estabilizante constituida por un polifosfato de zinc, aluminio o cromo (III) con una elevada relación molar fósforo/metal y que presentan dependiendo del metal, la fórmula siguiente: $P_2O_5 \cdot nZnO \cdot mH_2O$ en donde "n" está comprendido, en general, entre 0,286 y 0,667 mientras que "m" está comprendido, por lo general, entre 0 y 2,570; o bien $P_2O_5 \cdot nAl_2O_3 \cdot mH_2O$ en donde "n" está comprendido, en general, entre 0,225 y 0,500, mientras que "m" está comprendido, generalmente, entre 0 y 2,68; o bien $P_2O_5 \cdot nCr_2O_3 \cdot mH_2O$ en donde "n" está comprendido, en general, entre 0,143 y 0,333, mientras que "m" está comprendido, por lo general, entre 0,002 y 2,46, caracterizado porque en una primera etapa se dispersa el dióxido de cromo en agua y, sobre ésta, se precipita ortofosfato o hidróxido de zinc, aluminio o cromo, y el dióxido de cromo revestido con el ortofosfato o el hidróxido se separa del agua de la dispersión y en una segunda etapa se trata el producto formado con H_3PO_4 tomado en cantidad tal que se obtenga una relación molar entre el ZnO introducido en la primera etapa y el P_2O_5 introducido en ambas etapas, comprendida en general, entre 0,286 y 0,667 o bien la relación correspondiente Al_2O_3/P_2O_5 está comprendida, en general, entre 0,225 y 0,500 o bien la relación correspondiente Cr_2O_3/P_2O_5 está comprendida, en general, entre 0,143 y 0,333; tratando finalmente el producto intermediario así obtenido a temperaturas comprendidas entre 100° y 350°C cuando se parte de un ortofosfato o hidróxido de zinc y entre 275° y 350°C cuando se parte de un ortofosfato o hidróxido de aluminio o cromo.

2.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en la realización de la

primera etapa del proceso el ortofosfato de zinc, aluminio o cromo se precipita sobre el dióxido de cromo dispersado en agua adicionando a la dispersión una sal soluble de zinc, - aluminio o cromo y un ortofosfato alcalino y llevando luego la dispersión, por medio de un hidróxido alcalino o amoniaco, a un pH comprendido entre 5 y 7 en el caso de ortofosfato de zinc, entre 7,5 y 8,5 en el caso de ortofosfato de aluminio y entre 7 y 8 en el caso de ortofosfato de cromo.

3.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en la primera etapa del proceso se precipita el hidróxido de zinc, aluminio o cromo sobre el dióxido de cromo dispersado en agua, adicionando a la dispersión una sal soluble de zinc, aluminio o cromo y un hidróxido alcalino o amoniacado tomada en cantidad tal que se asegure un valor pH comprendido entre 5 y 7 en el caso de $Zn(OH)_2$, entre 8 y 9 en el caso de $Al(OH)_3$ y entre 6 y 7 en el caso de $Cr(OH)_3$.

4.- Procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el producto intermediario obtenido en la segunda etapa del proceso se trata a una temperatura preferentemente comprendida entre 180°C y 350°C, pero especialmente entre 300°C y 350°C, en el caso de polifosfato de zinc y a una temperatura comprendida entre 300°C y 350°C en el caso de polifosfato de aluminio o cromo.

5.- Procedimiento, de conformidad con una o mas de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en una realización selectiva se forma dióxido de cromo estabilizado con un polifosfato de zinc en donde "n" está comprendido entre 0,286 y 0,500 y "m" está comprendido entre 0,005 y 0,865, cuando el tratamiento se verifica manteniendo

una relación molar ZnO/P_2O_5 comprendida entre 0,286 y 0,500, y el producto intermediario formado en la segunda etapa se trata a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.

- 6.- Procedimiento, de conformidad con
5. una o mas de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque también selectivamente se forma dióxido de cromo estabilizado con un polifosfato de aluminio en donde "n" está comprendido entre 0,250 y 0,333 y "m" está comprendido entre 0 y 1,45, cuando el tratamiento se verifica manteniendo una relación molar Al_2O_3/P_2O_5 comprendida entre 0,250 y 0,333, y el
10. producto intermediario formado en la segunda etapa se trata a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.

- 7.- Procedimiento de conformidad con una o mas de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque también selectivamente, se forma dióxido de cromo estabilizado con un polifosfato de cromo en donde "n" está comprendido entre 0,200 y 0,250 y "m" está comprendido entre 0,53 y 1,16, cuando el tratamiento se verifica manteniendo una relación molar Cr_2O_3/P_2O_5 comprendida entre 0,200 y 0,250
15. y el producto intermediario obtenido en la segunda etapa del proceso se trata a temperaturas comprendidas entre 300° y 350°C.
- 20.

- 8.- Procedimiento, de conformidad con una o más de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en su realización el dióxido de cromo ferromagnético estabilizado en el tratamiento contiene 1 a 25% en peso de polifosfato con respecto al CrO_2 .
- 25.

- 9.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 8, caracterizado porque, más especialmente
30. el dióxido de cromo estabilizado en el proceso contiene del 8 al 16% de polifosfato de zinc, del 4 al 16% de polifosfato

de aluminio ó del 3 al 14% de polifosfato de cromo.

10.- Procedimiento para estabilizar dióxido de cromo ferromagnético

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 32 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 6 ABR. 1978

p.a.

JAIME ISERN

p. p.



Firmado: JESUS PICAZO