



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0048475

(51)^{2020.01} C01G 49/00; H01F 1/34; C01G 51/00

(13) B

(21) 1-2021-07345

(22) 08/04/2020

(86) PCT/JP2020/015761 08/04/2020

(87) WO 2020/217982 29/10/2020

(30) 2019-083563 25/04/2019 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/01/2022 406A

(73) NITTETSU MINING CO., LTD. (JP)

3-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku, Tokyo 1008377 Japan

(72) MURATANI Naoki (JP); ARAI Tsubasa (JP); KISHIMOTO Akira (JP).

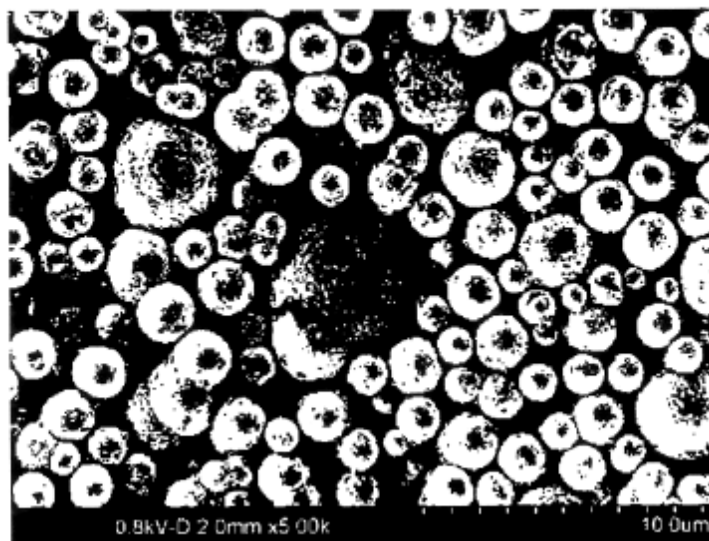
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CÁC HẠT COBAN FERIT

(21) 1-2021-07345

(57) Sáng chế đề cập đến các hạt từ tính (coban ferit) có đường kính hạt trung bình ở mức micromet và đường kính hạt tương đương. Tiền chất coban ferit được gia nhiệt với sự có mặt của sulfite, bằng cách đó thu được các hạt từ tính coban ferit mong muốn.

Fig. 1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất các hạt coban ferit và các hạt coban ferit được sản xuất bằng phương pháp này và do đó đề xuất các hạt coban ferit, cụ thể, có đường kính hạt trung bình tương đối lớn và, hơn nữa, còn có phân bố cỡ hạt hẹp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các hạt ferit được biết đến là vật liệu thấm ở mức độ cao hoặc vật liệu của nam châm vĩnh cửu. Ngày nay, các bột có từ tính là vật liệu mới của các chất điều màu của máy photocopy, mực có từ tính, các chất lỏng MR, và tương tự, và được kỳ vọng sẽ cải thiện được chất lượng hoặc tính năng của nó.

Cụ thể, coban ferit được biết đến là, trong số các ferit spinel, vật liệu có từ tính có tính không đẳng hướng từ của tinh thể lớn và độ kháng từ lớn. Ngoài ra, coban giống như sắt về các đặc tính hóa học và do đó có thuận lợi là dễ dàng điều chỉnh trong quy trình sản xuất của nó.

Về phương pháp sản xuất các hạt ferit, các phương pháp như phương pháp đồng kết tủa, phương pháp oxy hóa ướt và phương pháp thủy nhiệt đã được biết đến.

Phương pháp đồng kết tủa là phản ứng trong đó hai hoặc nhiều loại ion bị kết tủa cùng lúc. Nếu sản xuất các hạt coban ferit bằng phương pháp đồng kết tủa, kiềm được đưa vào dung dịch nước chứa các ion Fe^{3+} và Co^{2+} , và sau đó dung dịch thu được được gia nhiệt để làm tăng tốc phản ứng bằng cách đó thu được các hạt ferit kích cỡ nano. Ở phương pháp này, phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ 80°C đến 100°C , đường kính hạt trung bình của các hạt thu được xấp xỉ 20 đến 50 nm, và phân bố cỡ hạt của các hạt thu được tương đối rộng (tài liệu sáng chế 1).

Phương pháp oxy hóa ướt là phương pháp trong đó chất oxy hóa như không khí được phản ứng với dung dịch nước nguyên liệu chứa các ion Fe^{2+} và Co^{2+} trong khi gia nhiệt. Nếu sử dụng không khí làm chất oxy hóa, nhiệt độ phản ứng

xấp xỉ 60°C đến 100°C, và các hạt có kích cỡ xấp xỉ 0,05 đến 0,3 μm thu được (tài liệu sáng chế 2 và tài liệu sáng chế 3). Ở phương pháp trong đó phản ứng giữa dung dịch nước nguyên liệu và chất lỏng oxy hóa được thực hiện liên tục, phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ 30°C đến 100°C, và các hạt ferit có kích cỡ 3 đến 20 nm thu được (tài liệu sáng chế 4).

Phương pháp thủy nhiệt là phương pháp trong đó hỗn hợp của dung dịch nước chứa các ion Co^{2+} và dung dịch nước chứa các Fe^{2+} được sử dụng để tổng hợp thủy nhiệt trong nồi hấp, và các hạt ferit có đường kính hạt tương đối lớn từ 0,3 đến 8 μm được sản xuất nhờ phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ cao từ 160°C đến 300°C (tài liệu sáng chế 5).

Nếu sản xuất các hạt ferit bằng kỹ thuật thông thường, các hạt ferit có thể được sản xuất ở các nhiệt độ tương đối thấp nhờ phương pháp đồng kết tủa hoặc phương pháp oxy hóa ướt, nhưng chỉ thu được các hạt nhỏ ở mức nanomet. Bằng phương pháp thủy nhiệt, có thể thu được các hạt ở mức micromet tương đối lớn, nhưng cần phải thực hiện phản ứng thủy nhiệt (phản ứng Schikorr) ở nhiệt độ cao và áp suất cao, mà có vấn đề với phương tiện dễ dàng và chi phí.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Bằng Nhật Bản số 4138344

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn Nhật Bản số H3-24412

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn Nhật Bản số S60-47722

Tài liệu sáng chế 4: Bằng Nhật Bản số 5504399

Tài liệu sáng chế 5: Đơn Nhật Bản số H5-275224

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Sáng chế khắc phục được các vấn đề được mô tả ở trên ở các tài liệu liên quan và đề xuất phương pháp sản xuất có khả năng tổng hợp các hạt coban ferit có đường kính hạt trung bình lớn hơn các hạt coban ferit thông thường và có đường kính hạt tương đương với năng lượng thấp hơn. Và sáng chế đề xuất các

hạt coban ferit có các dạng hình cầu và đường kính hạt tương đương được sản xuất bằng phương pháp nêu trên.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Về các phương pháp giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên, các phương pháp sau đây được sử dụng trong sáng chế.

- (1) Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit, bao gồm tiến hành xử lý nhiệt đối với tiền chất ferit được hình thành từ muối sắt và muối coban với sự có mặt của sulfit.
- (2) Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit theo mục (1), trong đó xử lý nhiệt theo mục (1) được thực hiện trong bình cao áp ở nhiệt độ nằm trong khoảng 100°C hoặc cao hơn và 190°C hoặc thấp hơn ở điều kiện thủy nhiệt.
- (3) Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit theo mục (1), trong đó xử lý nhiệt theo mục (1) được thực hiện bằng cách gia nhiệt tiền chất ferit ở áp suất thường ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60°C hoặc cao hơn và thấp hơn 100°C.
- (4) Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit, trong đó muối sắt và muối coban ở mục (1) lần lượt là sắt(II) sulfat và coban(II) sulfat.
- (5) Các hạt coban ferit có dạng hình cầu và đường kính hạt trung bình là 0,5 đến 2 μm .
- (6) Các hạt coban ferit có dạng hình cầu và đường kính hạt trung bình là 2 đến 5 μm .
- (7) Chất điều màu máy photocopy chứa các hạt coban ferit theo mục (5) hoặc (6).
- (8) Mực có từ tính chứa các hạt coban ferit theo mục (5) hoặc (6).
- (9) Chất lỏng MR chứa các hạt coban ferit theo mục (5) hoặc (6).
- (10) Bột trắng có các hạt coban ferit theo mục (5) hoặc (6), trong đó màng titan oxit và màng kim loại bạc được tạo ra theo thứ tự này trên các bề mặt của các hạt coban ferit.
- (11) Bột trắng theo mục (10), có độ chói L^* là 75 hoặc cao hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Khi phương pháp sản xuất của sáng chế được sử dụng, có thể sản xuất các hạt coban ferit có từ tính có đường kính hạt tương đương với năng lượng thấp so với các hạt từ tính được sản xuất bằng các phương pháp thông thường. Ngoài ra, đường kính hạt của các hạt từ tính cần sản xuất có thể kiểm soát bằng cách bổ sung tiền chất ferit vào dung dịch phản ứng ở giữa giai đoạn phản ứng và tiến hành xử lý nhiệt.

Các hạt coban ferit thu được bằng phương pháp sản xuất của sáng chế có các dạng hình cầu và đường kính hạt tương đương và do đó được mong đợi sử dụng trong các ứng dụng về các chất điều màu của máy photocopy, mực có từ tính, và các chất lỏng MR. Ngoài ra, các hạt coban ferit của sáng chế có thể trở thành bột trắng có độ chói cao bằng cách tẩy trắng các hạt coban ferit bằng phương pháp đã biết hoặc bột được nhuộm bằng màu sáng bằng cách tạo thêm lớp được nhuộm màu.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là ảnh SEM của mẫu bột của ví dụ 2.

Fig.2 là ảnh SEM của mẫu bột của ví dụ 4.

Fig.3 là ảnh SEM của mẫu bột của ví dụ so sánh 2.

Fig.4 là ảnh SEM của mẫu bột của ví dụ so sánh 3.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, phương pháp sản xuất các hạt coban ferit của sáng chế sẽ được mô tả theo trình tự các bước sau.

(Sản xuất tiền chất ferit)

Đầu tiên, muối sắt và muối coban được hòa tan trong nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nguyên liệu.

Muối sắt được sử dụng ở phương pháp của sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm sắt(II) clorua, sắt(II) sulfat và sắt (II)nitrat. Chất lỏng thải do rửa sắt hoặc tương tự từ các lò ống hoặc các lò điện cũng được ưu tiên làm nguyên liệu rẻ tiền. Sắt(II) sulfat thích hợp làm tiền chất và do đó được

ưu tiên nhất. Muối coban cũng không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm coban(II) clorua và coban(II) nitrat. Vì lý do tương tự, coban(II) sulfat được ưu tiên nhất.

Ở đây, lý do sử dụng nước đã khử ion và loại không khí là trạng thái tích điện của các ion kim loại của sắt và tương tự hòa tan trong dung dịch được ngăn không bị ảnh hưởng bởi muối hòa tan hoặc oxy. Chẳng hạn, được biết là, khi oxy tự do có mặt trong hệ phản ứng, sắt hóa trị hai được oxy hóa thành sắt hóa trị ba, và các hạt nhỏ có đường kính hạt không mong muốn được tạo ra.

Tiếp đó, kiềm như natri hydroxit, kali hydroxit, canxi hydroxit hoặc amoniac và sulfit được hòa tan trong nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nước kiềm. Sau đó, dung dịch nguyên liệu và dung dịch nước kiềm được trộn với nhau. Khi các thành phần nguyên liệu được trộn với nhau theo thứ tự này, các thành phần nguyên liệu được hòa tan hoàn toàn, và không có trường hợp xảy ra các quá trình phản ứng không mong muốn.

Khi dung dịch nguyên liệu và dung dịch nước kiềm được trộn với nhau, các hydroxit của các nguyên tố kim loại được bổ sung bị đồng kết tủa để tạo ra tiền chất dạng gel.

(Sulfit)

Sáng chế khác biệt ở chỗ xử lý nhiệt được thực hiện đối với tiền chất dạng gel bao gồm muối sắt và muối coban với sự có mặt của sulfit. Các tác giả sáng chế cho rằng sulfit có ảnh hưởng dưới đây đến phản ứng tổng hợp của ferit. Tuy nhiên, ảnh hưởng dưới đây của sulfit được các tác giả sáng chế suy ra từ các quy trình của nhiều phản ứng dù sáng chế không bị ràng buộc bởi giả thuyết này.

Các sulfit thường được biết đến là có hoạt động khử và được sử dụng làm chất chống oxy hóa cho nhiều vật. Mặt khác, như được mô tả ở trên, tiền chất dạng gel theo sáng chế được tạo ra nhờ đồng kết tủa các hydroxit của các nguyên tố kim loại. Ở giai đoạn trước khi bắt đầu gia nhiệt, sulfit có tác dụng hoạt động khử bình thường đối với tiền chất dạng gel và ngăn sự oxy hóa của các hydroxit kim loại. Điều này ngăn sự tạo ra các oxit không mong muốn ngoài ferit.

Được coi là khi tiền chất dạng gel sau đó được gia nhiệt đến nhiệt độ cao, các ion sulfit và các ion sulfat được tạo ra do sự oxy hóa một số các ion sulfit có tác dụng như là nguồn cung cấp oxy.

Điều này được chứng minh bằng cách xác nhận sự tạo ra sắt coban sulfua khi thí nghiệm tổng hợp coban ferit được thực hiện bằng phương pháp thủy nhiệt ở 180°C. Đó là bởi vì sự tạo ra sulfua kim loại được xem là góp phần vào việc các ion sulfit hoặc các ion sulfat bị khử và liên kết với các ion kim loại.

Do đó, oxy ở các ion sulfit hoặc các ion sulfat được xem là còn được cung cấp cho phản ứng tổng hợp ferit.

Trong trường hợp như vậy, được coi là, khi việc gia nhiệt bắt đầu, sulfit dần mất đi khả năng khử và, ngược lại, hoạt động như là chất oxy hóa. Do đó, ngay cả khi tiền chất dạng gel được gia nhiệt, có thể làm giảm tốc độ oxy hóa bằng cách gia nhiệt và tăng đường kính hạt của các hạt ferit cần tổng hợp. Hơn nữa, các hạt ferit có đường kính hạt tương đương có thể được sản xuất.

Sáng chế đã được hoàn thành dựa vào các phát hiện nói trên do các tác giả sáng chế mới khám phá ra.

(Xử lý nhiệt)

Theo sáng chế, có thể tồn tại hai phương pháp xử lý nhiệt. Các phương pháp đó là xử lý nhiệt bằng phương pháp thủy nhiệt trong đó bình cao áp được sử dụng và xử lý nhiệt được thực hiện ở áp suất thường sử dụng bể nước.

Nhiệt độ gia nhiệt là 60°C hoặc cao hơn và thấp hơn 100°C nếu tiến hành xử lý nhiệt ở áp suất thường, và 100°C hoặc cao hơn và cao nhất là xấp xỉ 190°C nếu tiến hành xử lý nhiệt bằng phương pháp thủy nhiệt. Sự thay đổi về các điều kiện xử lý nhiệt làm cho có thể tạo ra các hạt coban ferit có các đường kính hạt trung bình khác nhau.

Cụ thể, nếu sản xuất các hạt coban ferit bằng phương pháp thủy nhiệt trong đó bình cao áp được sử dụng ở các điều kiện nhiệt độ cao và áp suất cao, thu được các hạt tương đối nhỏ có đường kính hạt trung bình xấp xỉ 0,5 đến 2 μm . Mặt khác, nếu sản xuất các hạt coban ferit bằng cách gia nhiệt ở áp suất thường sử

dụng bể nước, thu được các hạt coban ferit có đường kính hạt tương đối lớn, và đặc biệt đường kính hạt trung bình xấp xỉ 2 đến 5 μm .

Dưới đây, mỗi phương pháp tổng hợp sẽ được mô tả một cách đơn giản.

(Phương pháp thủy nhiệt)

Bình cao áp được sử dụng theo sáng chế có thể là bình chứa phản ứng có áp suất cao thông thường, và các ví dụ của nó bao gồm nồi hấp, nồi áp suất và nồi hơi. Nồi hấp được ưu tiên vì tính đa dụng, chẳng hạn.

Ở phương pháp Schikorr thông thường, phản ứng được diễn ra ở nhiệt độ cao là 200°C hoặc cao hơn; tuy nhiên, theo sáng chế, các hạt coban ferit có từ tính có thể được tổng hợp ở nhiệt độ nằm trong khoảng 100°C đến 190°C. Trong bình cao áp, phản ứng oxy hóa diễn ra thay cho phản ứng Schikorr, mà gây ra sự thủy phân oxy hóa.

Điều này có thể được xác nhận từ thực tế dưới đây: trong trường hợp phản ứng Schikorr diễn ra, khí hydro về cơ bản được tạo ra, ngược lại không có khí hydro được tạo ra theo sáng chế. Do sự tạo ra sulfua được xác nhận như được mô tả ở trên, phản ứng oxy hóa trong đó các ion sulfit đóng vai trò làm chất oxy hóa được xem là đã xảy ra.

Các hạt từ tính thu được được thu gom bằng cách rửa để loại bỏ sản phẩm phụ không có từ tính.

(Phương pháp áp suất thường)

Tiền chất dạng gel thu được ở bước trước được đặt vào vật chứa, được ngâm trong bể nước được duy trì ở 60°C đến 100°C, và được xử lý nhiệt. Tiền chất dạng gel được duy trì trong khoảng 48 giờ ở trạng thái này để tiến hành phản ứng tổng hợp từng bước coban ferit. Phản ứng oxy hóa tương tự như ở phương pháp thủy nhiệt được xem là đã diễn ra.

Sản phẩm thu được được rửa, sau đó, được rửa trong khí quyển, và được xử lý nhiệt, bằng cách đó sản xuất các hạt từ tính.

(Các hạt coban ferit)

Các hạt coban ferit được sản xuất bởi sáng chế là các hạt tương đối lớn có đường kính hạt trung bình ở mức micromet. Ngoài ra, do mỗi hạt coban ferit đều có hình dạng gần với dạng hình cầu và có phân bố cỡ hạt hẹp, đặc tính cố kết giữa các hạt yếu, và các hạt coban ferit có thể được bó chặt khi đúc, làm cho có thể cải thiện được các đặc tính từ của vật đúc hoặc làm cho có thể tăng dung trọng.

Do đó, khi được sử dụng trong các ứng dụng về các chất điều màu của máy photocopy, mực có từ tính, và các chất lỏng MR, các hạt coban ferit có khả năng bộc lộ đầy đủ các đặc tính này.

(Bột trắng)

Các hạt coban ferit của sáng chế có thể được tạo thành bột trắng bằng cách tẩy trắng hoặc có thể được tạo thành bột được nhuộm màu nhờ được tẩy trắng và sau đó được tạo thêm lớp được nhuộm màu.

Các hạt coban ferit có thể được tẩy trắng bằng phương pháp đã biết, nhưng được mong muốn tẩy trắng bằng, chẳng hạn, phương pháp tẩy trắng (bằng Nhật Bản số 4113045), mà được cấp bằng bởi các chủ đơn này.

Phương pháp tẩy trắng này là phương pháp để tẩy trắng bột bằng cách tạo ra màng titan oxit giữa hạt nền và màng kim loại bạc. Cụ thể là, các hạt coban ferit có thể được tẩy trắng bằng cách tạo ra màng titan oxit trên bề mặt của hạt nền nhờ sự thủy phân titan alkoxit (chẳng hạn, công bố đơn quốc tế số WO 96/28269), phản ứng từ dung dịch nước muối titan (chẳng hạn, đơn Nhật Bản số 11-131102), hoặc tương tự và sau đó tạo ra màng kim loại bạc bằng phương pháp đã biết như phương pháp mạ không điện cực.

Đây là phương pháp làm cho có thể sản xuất bột trắng có màng titan oxit và màng kim loại bạc theo thứ tự này trên bề mặt của hạt coban ferit của sáng chế và làm cho có thể cải thiện độ chói L^* đến 75 hoặc cao hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn nhờ các ví dụ, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Các đường kính hạt trung bình và phân bố cỡ hạt của các hạt coban ferit được sản xuất ở các ví dụ được xác định bằng các phương pháp dưới đây.

(Đường kính hạt trung bình)

Đường kính hạt trung bình được xác định như sau.

Ảnh trong đó mạng lưới bao gồm 16 đường thẳng đứng và 16 đường nằm ngang được bố trí đều đặn được vẽ trên ảnh SEM của mẫu bột được in, đường kính của tổng cộng 256 hạt mà ở tại các chỗ giao nhau của đường thẳng đứng và đường nằm ngang hoặc gần các chỗ giao nhau nhất được đo bằng thước cặp, và thu được giá trị trung bình của nó. Ngoài ra, chiều dài của thang chia độ trên ảnh SEM được đo, và đường kính hạt thu được theo đơn vị milimet được chuyển thành đường kính hạt theo đơn vị micromet sử dụng trị số chiều dài của thang chia độ. Kết quả được sử dụng làm đường kính hạt trung bình.

(Phân bố cỡ hạt)

Các hạt coban ferit của sáng chế có đường kính hạt như nhau hay không được xác định với trị số CV là hệ số biến thiên của đường kính hạt.

Cụ thể là, theo thống kê, độ lệch tiêu chuẩn được sử dụng làm một đơn vị đo lường của các biến thiên về phân bố dữ liệu; tuy nhiên, hiện nay, độ lệch tiêu chuẩn được tiêu chuẩn hóa bằng cách chia nó cho giá trị trung bình về số học của dữ liệu để đánh giá biến thiên về dữ liệu. Đây là trị số CV là hệ số biến thiên, và, theo sáng chế cũng là trị số CV được sử dụng để đánh giá thực tế là đường kính hạt của các hạt coban ferit được tạo ra khác nhau ở một giới hạn nhỏ. Trị số CV nhỏ cho thấy biến thiên về phân bố cỡ hạt nhỏ. Cụ thể là, các hạt có trị số CV bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 được xem là các hạt monodisperse, và các đặc tính của nó là được chú ý.

Ví dụ 1. Xử lý nhiệt I bằng phương pháp áp suất thường

(1) Chuẩn bị nước đã khử ion và loại không khí

480 g nước khử ion được khử khí bằng N_2 với tốc độ 2,5 L/phút trong 30 phút để tạo ra nước đã khử ion và loại không khí.

(2) Chuẩn bị dung dịch nước nguyên liệu

45 g sắt sulfat heptahydrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) và 9 g coban sulfat heptahydrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) được hòa tan trong 118 g nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nước nguyên liệu.

(3) Chuẩn bị dung dịch nước kiềm

14 g natri hydroxit (NaOH) và 50 g natri sulfit (Na_2SO_3) được hòa tan trong 240 g nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nước kiềm.

(4) Chuẩn bị tiền chất dạng gel

Dung dịch nước nguyên liệu và dung dịch nước kiềm được trộn với nhau trong vật chứa được làm sạch bằng N_2 và được khuấy trong năm phút, bằng cách đó tạo ra tiền chất dạng gel.

(5) Chuẩn bị các hạt từ tính yếu nhờ xử lý nhiệt tiền chất dạng gel

Tiền chất dạng gel được cho vào vật chứa được làm sạch bằng N_2 và được ngâm trong bể nước ở 60°C trong 20 ngày để được xử lý nhiệt, bằng cách đó tạo ra các hạt từ tính yếu.

(6) Rửa các hạt từ tính yếu

Các hạt từ tính yếu được lọc, được rửa với nước đi qua, và được phân tán trong 4 L nước khử ion ở 80°C , và thể phân tán được khuấy trong 24 giờ. Sau đó, các hạt từ tính yếu được phân tán trong 1 L nước khử ion có độ pH từ 2,5 đến 3 được điều chỉnh bằng axit sulfuric theo tỷ lệ 1:1, và thể phân tán được chiếu xạ sóng siêu âm trong điều kiện khuấy. Sau đó, thể phân tán được tách thành rắn và lỏng sử dụng nam châm, bằng cách đó loại được sản phẩm phụ không có từ tính.

(7) Làm khô các hạt từ tính yếu

Các hạt từ tính yếu đã rửa được làm khô ở 110°C trong khí quyển trong hai giờ.

(8) Xử lý nhiệt các hạt từ tính yếu

Các hạt từ tính yếu đã khô được xử lý nhiệt ở 600°C trong khí quyển chứa N_2 trong ba giờ, bằng cách đó thu được các hạt từ tính.

Ví dụ 2. Xử lý nhiệt II bằng phương pháp áp suất thường

Các hạt từ tính được tạo ra bằng phương pháp giống như ở ví dụ 1 ngoại trừ, khi xử lý nhiệt tiền chất dạng gel ở ví dụ 1, tiền chất dạng gel được ngâm trong bể nước ở 90°C trong 48 giờ và được xử lý nhiệt.

Ví dụ so sánh 1

Các hạt từ tính được tạo ra bằng phương pháp giống như ở ví dụ 1 ngoại trừ, khi xử lý nhiệt tiền chất dạng gel ở ví dụ 1, tiền chất dạng gel được ngâm trong bể nước ở 30°C và được xử lý nhiệt.

Ví dụ so sánh 2

Các hạt từ tính được tạo ra bằng phương pháp giống như ở ví dụ 2 ngoại trừ, khi xử lý nhiệt tiền chất dạng gel ở ví dụ 2, natri sulfit không được sử dụng.

Ví dụ 3. Xử lý nhiệt I bằng phương pháp tổng hợp thủy nhiệt

(1) Chuẩn bị nước đã khử ion và loại không khí

480 g nước khử ion được khử khí bằng N_2 với tốc độ 2,5 L/phút trong 30 phút để tạo ra nước đã khử ion và loại không khí.

(2) Chuẩn bị dung dịch nước nguyên liệu

45 g sắt sulfat heptahydrat ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) và 9 g coban sulfat heptahydrat ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) được hòa tan trong 118 g nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nước nguyên liệu.

(3) Chuẩn bị dung dịch nước kiềm

14 g natri hydroxit ($NaOH$) và 50 g natri sulfit (Na_2SO_3) được hòa tan trong 240 g nước đã khử ion và loại không khí để tạo ra dung dịch nước kiềm.

(4) Chuẩn bị tiền chất dạng gel

Dung dịch nước nguyên liệu và dung dịch nước kiềm được trộn với nhau trong vật chứa được làm sạch bằng N_2 và được khuấy trong năm phút, bằng cách đó tạo ra tiền chất dạng gel.

(5) Chuẩn bị các hạt từ tính bằng cách xử lý thủy nhiệt tiền chất dạng gel

Tiền chất dạng gel được cho vào nồi hấp được làm sạch bằng N_2 và được xử lý thủy nhiệt ở $100^\circ C$ trong 20 giờ ở điều kiện khuấy, bằng cách đó thu được các hạt từ tính.

(6) Rửa các hạt từ tính

Các hạt từ tính được lọc, được rửa với nước đi qua, và được phân tán trong 4 L nước khử ion ở $80^\circ C$, và thể phân tán được khuấy trong 24 giờ. Sau đó, các hạt từ tính được phân tán trong 1 L nước khử ion có độ pH từ 2,5 đến 3 được điều chỉnh bằng axit sulfuric theo tỷ lệ 1:1, và thể phân tán được chiếu xạ bằng sóng siêu âm ở điều kiện khuấy. Sau đó, thể phân tán được tách thành rắn và lỏng sử dụng nam châm, bằng cách đó loại được sản phẩm phụ không có từ tính.

(7) Làm khô các hạt từ tính

Các hạt từ tính đã rửa được làm khô ở $110^\circ C$ trong khí quyển trong hai giờ.

Ví dụ 4. Xử lý nhiệt II bằng phương pháp tổng hợp thủy nhiệt

Các hạt từ tính được tạo ra bằng phương pháp giống như ở ví dụ 3 ngoại trừ, khi xử lý thủy nhiệt tiền chất dạng gel ở ví dụ 3, xử lý thủy nhiệt được thực hiện ở $190^\circ C$ trong bốn giờ.

Ví dụ so sánh 3

Các hạt từ tính được tạo ra bằng phương pháp giống như ở ví dụ 4 ngoại trừ, khi xử lý thủy nhiệt tiền chất dạng gel ở ví dụ 4, natri sulfit không được sử dụng.

Nhiều đặc tính của các hạt từ tính được sản xuất ở các ví dụ 1 đến 4 và các ví dụ so sánh 1 đến 3 như được thể hiện trong bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ so sánh 3
Phương pháp phản ứng	Phương pháp áp suất thường	Phương pháp áp suất thường	Phương pháp áp suất thường	Phương pháp áp suất thường	Phương pháp thủy nhiệt	Phương pháp thủy nhiệt	Phương pháp thủy nhiệt
Nhiệt độ phản ứng (°C)	30	60	90	90	100	190	190
Sulfit	Được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Không được sử dụng	Được sử dụng	Được sử dụng	Không được sử dụng
Đường kính hạt trung bình (µm)	N/A	2,33	2,15	0,48	1,64	1,09	0,47
Độ lệch tiêu chuẩn (µm)	N/A	1,59	0,81	0,26	0,63	0,38	0,15
Trị số CV	N/A	0,68	0,38	0,53	0,38	0,35	0,32

Các hạt coban ferit của các ví dụ 1 đến 4, mà được sản xuất ở các điều kiện sản xuất được sử dụng trong phương pháp sản xuất của sáng chế, là các hạt ferit có đường kính hạt trung bình lớn. Mặt khác, nếu thử sản xuất các hạt coban ferit ở các điều kiện của ví dụ so sánh 1, các hạt ferit không được tạo ra, và, ở các điều kiện của các ví dụ so sánh 2 và 3, chỉ thu được các hạt có đường kính hạt trung bình nhỏ. Các trị số CV của các hạt của các ví dụ 1 đến 4 gần như là bằng các trị số CV của các ví dụ so sánh 1 đến 3.

Khi được quan sát với SEM, hình dạng của các hạt ferit được sản xuất như được thể hiện ở Fig.1 đến Fig.4.

Fig.1 là ảnh SEM của mẫu bột của ví dụ 2 và cho thấy các hạt ferit thu được nhờ xử lý nhiệt ở áp suất thường tương ứng với điểm 3. Fig.2 là ảnh SEM của

mẫu bột của ví dụ 4 và cho thấy các hạt ferit thu được nhờ xử lý nhiệt ở các điều kiện thủy nhiệt tương ứng với điểm 2. Tất cả các mẫu bột được nhận thấy là có các dạng hình cầu.

Mặt khác, Fig.3 và Fig.4 là các ảnh SEM của các mẫu bột của các ví dụ so sánh 2 và 3, mà đều là các hạt ferit thu được nhờ xử lý nhiệt ở điều kiện không có mặt sulfite. Được nhận thấy là các hạt ferit đều là các hạt có dạng hình khối và các hạt ferit khác hoàn toàn các hạt ferit ở các ví dụ.

Từ các kết quả của các ví dụ và các ví dụ so sánh này, ý nghĩa về mặt kỹ thuật của sự có mặt sulfite và thiết lập các điều kiện sản xuất thích hợp tương ứng với nó là hiển nhiên.

Ví dụ 5

2,2 mL dung dịch titan tetraclorea (16,0 đến 17,0% tính theo Ti), 5,84 g dung dịch amoniac, và 10,0 g nước hydro peroxit được trộn với 19,8 g nước khử ion để tạo ra dung dịch axit peroxotitanic trong suốt màu vàng. 9,92 g boric anhydrit, 11,72 g kali clorua, và 2,55 g natri hydroxit được hòa tan trong 535,81 g nước khử ion, và 16,75 g các hạt ferit thu được ở ví dụ 2 được tạo huyền phù trong đó. Dung dịch axit peroxotitanic chảy nhỏ giọt vào và được trộn với huyền phù trong khi huyền phù được khuấy, và sau đó các chất rắn đã tạo huyền phù được làm khô, bằng cách đó thu được bột được phủ màng titan oxit.

4,78 g glucoza, 0,48 g axit tartric, và 8,50 g etanol được hòa tan trong 106,24 g nước khử ion để tạo ra chất lỏng khử. 5 g natri hydroxit, 7,00 g bạc nitrat, và 12,00 g dung dịch amoniac được trộn với 360 g nước khử ion để tạo ra dung dịch phức bạc amin, và 10,40 g bột được phủ titan oxit được tạo huyền phù trong dung dịch phức bạc amin. Chất lỏng khử được trộn với huyền phù trong khi huyền phù được chiếu xạ bằng sóng siêu âm, và các chất rắn được tạo huyền phù được làm khô, bằng cách đó thu được bột được phủ màng bạc. Bột trắng thu được có độ chói L^* là 78,62.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Các hạt coban ferit thu được bằng phương pháp sản xuất của sáng chế có các dạng hình cầu và đường kính hạt tương đương và do đó được mong đợi là được sử dụng trong các ứng dụng về các chất điều màu của máy photocopy, mực có từ tính, và các chất lỏng MR.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit, bao gồm bước:

tiến hành xử lý nhiệt đối với tiền chất ferit được tạo ra từ muối sắt và muối coban với sự có mặt của sulfit, trong đó các hạt coban ferit có các dạng hình cầu,

khi việc gia nhiệt bắt đầu, sulfit dần mất đi khả năng khử và ngược lại hoạt động như một chất oxy hóa.

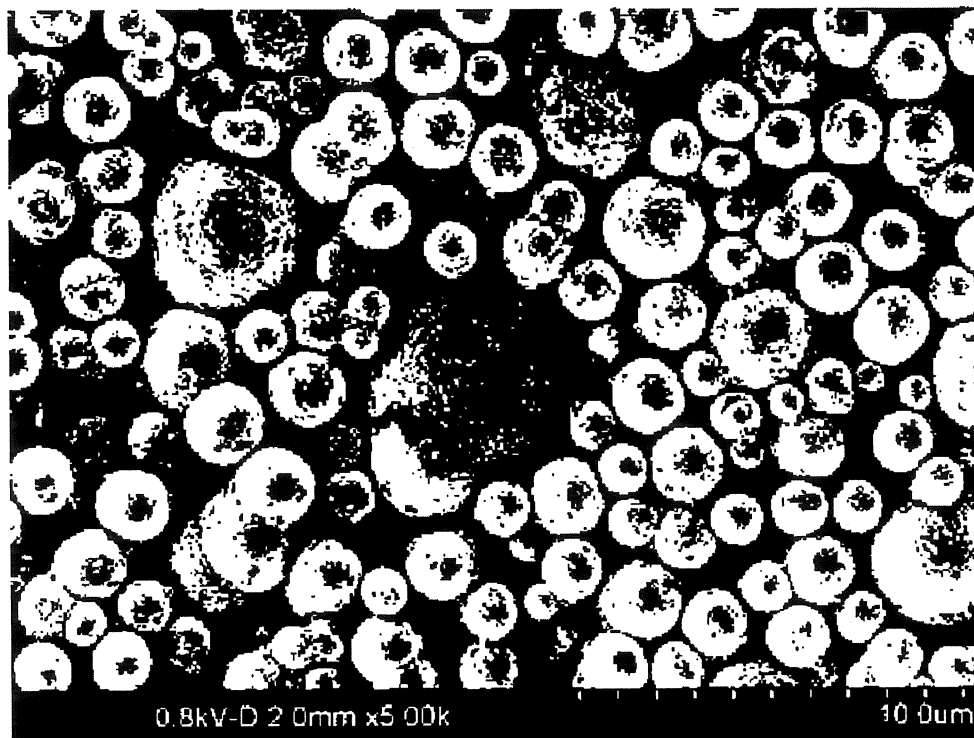
2. Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit theo điểm 1, trong đó việc xử lý nhiệt được thực hiện trong bình cao áp ở nhiệt độ nằm trong khoảng 100°C hoặc cao hơn và 190°C hoặc thấp hơn ở điều kiện thủy nhiệt.

3. Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit theo điểm 1, trong đó việc xử lý nhiệt được thực hiện bằng cách gia nhiệt tiền chất ferit ở áp suất thường ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60°C hoặc cao hơn và thấp hơn 100°C.

4. Phương pháp sản xuất các hạt coban ferit theo điểm 1, trong đó muối sắt và muối coban lần lượt là sắt(II) sulfat và coban(II) sulfat.

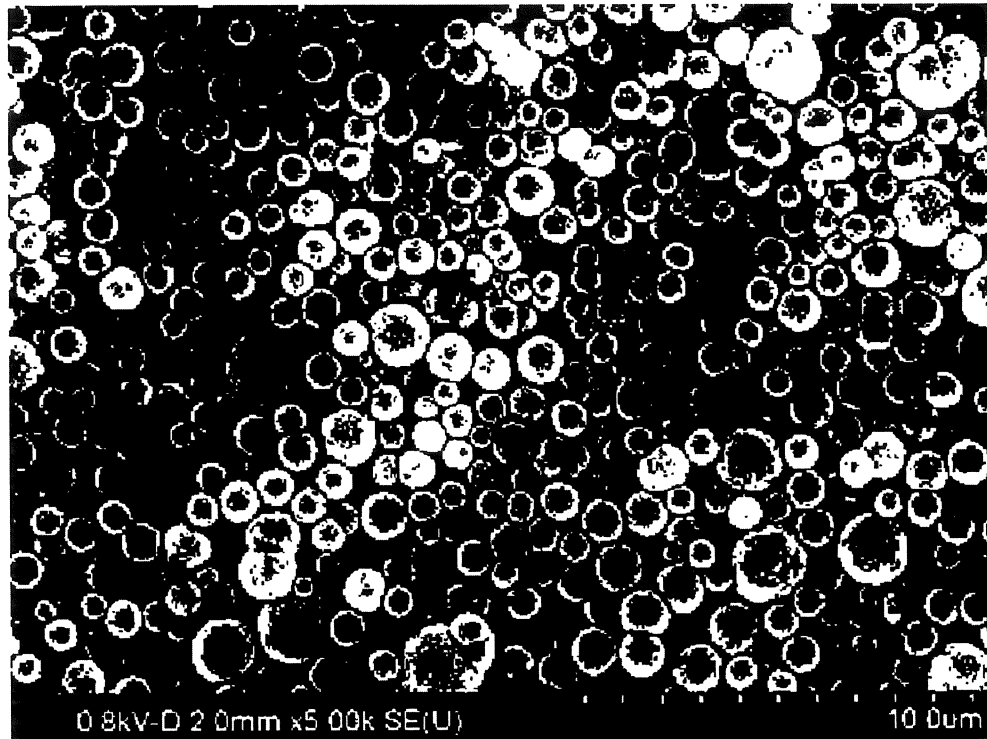
1/4

Fig. 1



2/4

Fig. 2



3/4

Fig. 3



4/4

Fig. 4

