

ний магнитной индукции на уровне из-  
ого состава.

Шок	Показатели		
	Нс, Э	Вг, Гс	Выход по току, %
0	1500	8000	99
	1490	7900	100
	1520	8000	98
	1500	7900	97
	1850	9800	98
	1830	9900	99
	1875	9900	97
0	1850	9800	95
	1350	8000	99
	1500	7900	65
	1380	8000	98
	1490	7900	70
	1350	7900	93
	1370	7900	90
1	1550	9800	98
	1825	9500	63
	1520	9700	97
	1830	9800	64
	1530	9600	95
	1560	9500	91
2	1380	8000	98
	1550	9800	97

Коректор А. Обручар

Підписне

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВО

# ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СКЛАД ОРГАНІЧНОГО ШАРУ ДВОШАРОВОЇ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ВАННИ ДЛЯ ОДЕР-  
ЖАННЯ МАГНІТНИХ ПОРОШКІВ

1

(21) 93005462  
(22) 19.08.93  
(24) 25.04.97  
(31) 5059866/02  
(32) 24.08.92  
(33) RU  
(46) 25.04.97. Бюл. № 2  
(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 712463, кл. С 25 С 5/02, опубл. 1980.  
(72) Багрий Василь Андрійович, Желібо  
Євген Петрович  
(73) Інститут колоїдної хімії та хімії води  
Ім. А.В. Думанського АН України (UA)

2

(57) Состав органического слоя двухслойной  
электролитической ванны для получения маг-  
нитных порошков, содержащий углеводород-  
ный растворитель и каприловую кислоту, о т-  
л и ч а ю щ и й с я тем, что он содержит в  
качестве растворителя фракцию перегонки  
нефти с температурой кипения 150-280°C и  
дополнительно олеиновую кислоту при следу-  
ющем соотношении компонентов, мас. %:

Каприловая кислота	0,03-0,12
Олеиновая кислота	0,7-2,0
Фракция перегонки нефти с температурой кипения 150-280°C	Остальное.

Изобретение относится к порошковой  
металлургии, в частности к составам получе-  
ния высокодисперсных порошков металлов  
и сплавов электролизом в двухслойной элек-  
тролитической ванне, и может быть исполь-  
зовано при производстве порошков для  
радиоэлектроники, вычислительной техни-  
ки и других областей техники.

Наиболее близким по технической сущ-  
ности и достигаемому эффекту к предлага-  
емому является состав органического слоя  
двухслойной электролитической ванны  
для получения магнитных порошков, вклю-  
чающий каприновую кислоту и органиче-  
ский растворитель - толуол, в который для  
повышения коэрцитивной силы порошков  
дополнительно вводят смесь каприловой, пе-  
ларгоновой, ундециловой, лауриновой, три-  
дециловой, миристиновой, пентадециловой

Каприновая кислота	0,03-0,25
Каприловая кислота	0,01-0,10
Пеларгоновая кислота	0,02-0,50
Ундециловая кислота	0,04-0,60
Лауриновая кислота	0,05-0,65
Тридециловая кислота	0,05-0,65
Миристиновая кислота	0,04-0,60
Пентадециловая кислота	0,04-0,55
Пальмитиновая кислота	0,03-0,50
Маргариновая кислота	0,03-0,45
Стеариновая кислота	0,02-0,35
Растворитель	Остальное.

Недостатком известного состава явля-  
ется низкий уровень магнитных свойств  
полученных порошков. Значения остаточ-  
ной магнитной индукции Вг и коэрцитивной  
силы Нс железных порошков равны соответ-  
ственно Вг = 3500 Гс и Нс = 1000 Э, железо-

UA 13981 C1

дополнительное введение в состав верхнего слоя нового компонента привело бы к увеличению коэрцитивной силы порошков при сохранении значительной остаточной магнитной индукции на уровне известного состава.

Для решения поставленной задачи предложен состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, содержащий углеводородный растворитель — фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C — и олеиновую кислоту, который согласно изобретению, дополнительно содержит каприловую кислоту при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Олеиновая кислота	0,7–2,0
Каприловая кислота	0,03–0,12
Фракция перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C	Остальное.

В предложенном составе небольшая добавка каприловой кислоты к составу, содержащему поверхностно-активное вещество — олеиновую кислоту и новый углеводородный растворитель — фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C, приводит к резкому увеличению коэрцитивной силы порошков. Н<sub>c</sub> железных порошков увеличивается при этом с 1380 Э до 1490–1520 Э (т. е. на 110–140 Э), железо-кобальтовых с 1550 Э до 1830–1875 Э (т. е. на 280–320 Э). Рост Н<sub>c</sub> порошков обусловлен усилением адсорбционной пассивации растущих частиц порошка молекулами смеси ПАВ — олеиновой и каприловой кислот в присутствии в верхнем слое фракции перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C. Образование на частицах порошка плотного и равномерного адсорбционного слоя из молекул олеиновой и каприловой кислот способствует измельчению частиц и увеличению коэрцитивной силы порошков при сохранении высоких значений остаточной индукции. Экспериментально установлено, что введение в состав верхнего слоя вместо каприловой других жирных кислот не приводит к достижению полученного технического результата.

Для приготовления 1 л органического слоя двухслойной электролитической ванны

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55

визным анодом из "Армко"-железа в случае получения порошка железа и дополнительным анодом из кобальта К-1 в случае получения порошка сплава железо-кобальт, заливают водный раствор соли осаждаемого металла, например, раствор хлористого железа (FeCl<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O, 30 г/л) при получении порошка железа и смеси солей (FeCl<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O + CoCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, 30 г/л) при получении порошка сплава железо-кобальт.

Затем настилают раствор смеси олеиновой и каприловой кислот в углеводородном растворителе — фракции перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C. При наложении электрического поля и вращения катода происходит электроосаждение и флотация магнитных частиц из нижнего слоя в верхний. Режим электроосаждения магнитного порошка: pH электролита 3,5–4,5; катодная плотность тока 20 А/дм<sup>2</sup>, скорость вращения катода 60 об/мин; продолжительность электролиза 2–3 ч. Во время электроосаждения проводят магнитную выборку порошка. Полученный порошок отжимают от избытка растворителя, промывают уайт-спиритом (t<sub>кип</sub> = 150–280°C) или керосином (t<sub>кип</sub> = 200–280°C). В отмытый черный порошок, напоминающий пастообразную массу — смесь с растворителем, добавляют дополнительно при перемешивании кремнийорганический мономер или олигомер в количестве 4–14 мас. %. Затем порошок загружают в термостойкий кварцевый реактор, соединенный с приводом двигателя и снабженный приспособлением для создания вакуума и подачи водорода. Рабочую зону реактора помещают в муфельную печь, имеющую скорость нагрева 5–7°/мин. Поочередно включают приводной двигатель, вакуумный насос и муфельную печь. Испаряющийся в процессе вакуумной термообработки растворитель проходит через обратный холодильник с водяным охлаждением, конденсируется и собирается в приемнике. По прекращению отгонки растворителя (40–60 мин) вакуум отключают и последующую термообработку проводят в среде остроосушенного водорода. К этому времени температура в печи достигает заданного конечного значения 300–350°C. Термообработку порошка вы-

термостойкий реактор (Химическая технология, 1976, 42, № 10, с. 1190–1194), анализ порошков на содержание проводили трилометрическим, а коллоидометрическим методом (Конкин В. И. Комплексометрический анализ, Киев, Техника, 1964, с. 225).

Выход по току Вт порошка рассчитывают из отношения веса порошка, фактически выделившегося на катоде, к теоретическому по формуле

$$Вт = \frac{m_{пор} \%Me}{q \cdot GMe}$$

где m<sub>пор</sub> — вес порошка, выделившегося на катоде, г;

%Me — процентное содержание металла в порошке по данным химического анализа;

q — количество прошедшего электричества, А · ч;

GMe — электрохимический эквивалент осаждаемого металла, г/А · ч.

Используемые химические реактивы:

Хлористое железо	ГОСТ 4147
Хлористый кобальт	ГОСТ 4577
Олеиновая кислота	ГОСТ 104
Каприловая кислота	ТУ 6-09-5
Углеводородный растворитель — фракция перегонки нефти с температурным диапазоном кипения:	

а) 150–280°C — бензин-растворитель лакокрасочной промышленности (уайт-спирит)

б) 200–280°C — керосин осветительный

КО-22, КО-30

Полиметилсилоксан

ТУ 6-02-4

П р и м е р. Для приготовления органического слоя двухслойной электролитической ванны берут 10 г олеиновой каприловой кислот и растворяют при перемешивании в 0,9893 л органического растворителя-фракции перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C. Верхний слой имеет следующий мас. %:

Олеиновая кислота

Каприловая кислота

Фракция перегонки нефти с температурой

1,0

0,0



УКРАЇНА

(19) UA (11) 13981 (13) C1

(51)5 C 25 C 5/02

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІД

(54) СКЛАД ОРГАНІЧНОГО ШАРУ ДВОШАРОВОЇ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ВАННИ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ МАГНІТНИХ ПОРОШКІВ

1

(21) 93005462  
 (22) 19.08.93  
 (24) 25.04.97  
 (31) 5059866/02  
 (32) 24.08.92  
 (33) RU  
 (46) 25.04.97. Бюл. № 2  
 (56) Авторское свидетельство СССР  
 № 712463, кл. C 25 C 5/02, опубл. 1980.  
 (72) Багрій Василь Андрійович, Желібо  
 Євген Петрович  
 (73) Інститут колоїдної хімії та хімії води  
 ім. А.В. Думанського АН України (UA)

2

(57) Состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, содержащий углеводородный растворитель и каприловую кислоту, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что он содержит в качестве растворителя фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C и дополнительно олеиновую кислоту при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Каприловая кислота	0,03–0,12
Олеиновая кислота	0,7–2,0
Фракция перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C	Остальное.

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к составам получения высокодисперсных порошков металлов и сплавов электролизом в двухслойной электролитической ванне, и может быть использовано при производстве порошков для радиоэлектроники, вычислительной техники и других областей техники.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту к предлагаемому является состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, включающий каприновую кислоту и органический растворитель – толуол, в который для повышения коэрцитивной силы порошков дополнительно вводят смесь каприловой, пеларгоновой, ундециловой, лауриновой, тридециловой, миристиновой, пентадециловой, пальмитиновой, маргариновой и стеариновой кислот при следующем содержании компонентов, мас. %:

Каприновая кислота	0,03–0,25
Каприловая кислота	0,01–0,10
Пеларгоновая кислота	0,02–0,50
Ундециловая кислота	0,04–0,60
Лауриновая кислота	0,05–0,65
Тридециловая кислота	0,05–0,65
Миристиновая кислота	0,04–0,60
Пентадециловая кислота	0,04–0,55
Пальмитиновая кислота	0,03–0,50
Маргариновая кислота	0,03–0,45
Стеариновая кислота	0,02–0,35
Растворитель	Остальное.

Недостатком известного состава является низкий уровень магнитных свойств полученных порошков. Значения остаточной магнитной индукции  $B_r$  и коэрцитивной силы  $H_c$  железных порошков равны соответственно  $B_r = 3500$  Гс и  $H_c = 1000$  Э, железокобальтовых –  $B_r = 3800$  Гс и  $H_c = 1100$  Э. К недостаткам известного состава следует отнести также большую трудоемкость его приготовления.

(19) UA (11) 13981 (13) C1

зывается на экономических показателях процесса.

Таким образом, преимуществом предложенного состава верхнего слоя двухслойной электролитической ванны по сравнению с известным является повышение

коэрцитивной силы железных порошков на 8-10% (с 1380 до 1490-1520 Э) и порошков сплава железо-кобальт (60:40) на 18-21% с 1530 до 1830-1875 Э) при сохранении значений магнитной индукции на уровне известного состава.

№ п/п	Состав органического слоя двухслойной электролитической ванны				Порошок	Показатели		
	Олеино- вая кис- лота, мас. %	Каприло- вая кис- лота, мас. %	Углеводородный растворитель, (мас. %) с температурой кипения, °С			Нс, Э	Вг, Гс	Выход по току, %
			150-200	200-280				
По изобретению								
1	1,0	0,07	98,93	98,93	Fe	1500	8000	99
2	0,7	0,03	99,27	99,27		1490	7900	100
3	1,5	0,1	98,40	-		1520	8000	98
4	2,0	0,12	97,88	97,88	Fe-Co- 60:40	1500	7900	97
5	1,0	0,07	98,93	98,93		1850	9800	98
6	0,7	0,03	99,27	-		1830	9900	99
7	1,5	0,1	98,4	98,4		1875	9900	97
8	2,0	0,12	97,88	97,88		1850	9800	95
Запредельные значения								
9	0,5	0,07	99,43	-	Fe	1350	8000	99
10	2,2	0,07	97,73	-		1500	7900	65
11	1,0	0,02	98,98	-		1380	8000	98
12	1,0	0,13	98,87	-	Fe-Co- 60:40	1490	7900	70
13	0,5	0,14	99,36	-		1350	7900	93
14	2,4	0,01	97,59	-		1370	7900	90
15	0,5	0,07	99,43	-		1550	9800	98
16	2,2	0,07	97,73	-		1825	9500	63
17	1,0	0,02	98,98	-		1520	9700	97
18	1,0	0,13	98,87	-		1830	9800	64
19	0,5	0,14	99,36	-		1530	9600	95
20	2,4	0,01	97,59	-		1560	9500	91
Прототип								
21	1,0	-	99,0	-	Fe	1380	8000	98
22	1,0	-	99,0	-	Fe-Co- 60:40	1550	9800	97

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор А. Обручар

Замовлення 4133

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101



УКРАЇНА

(19) UA (11) 13981 (13) C1

(51) C 25 C 5/02

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІД

(54) СКЛАД ОРГАНІЧНОГО ШАРУ ДВОШАРОВОЇ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ВАННИ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ МАГНІТНИХ ПОРОШКІВ

1

(21) 93005462  
 (22) 19.08.93  
 (24) 25.04.97  
 (31) 5059866/02  
 (32) 24.08.92  
 (33) RU  
 (46) 25.04.97, Бюл. № 2  
 (56) Авторское свидетельство СССР № 712463, кл. C 25 C 5/02, опубл. 1980.  
 (72) Багрий Василь Андрійович, Желібо Євген Петрович  
 (73) Інститут колоїдної хімії та хімії води ім. А.В. Думанського АН України (UA)

2

(57) Состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, содержащий углеводородный растворитель и каприловую кислоту, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что он содержит в качестве растворителя фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C и дополнительно олеиновую кислоту при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Каприловая кислота	0,03–0,12
Олеиновая кислота	0,7–2,0
Фракция перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C	Остальное.

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к составам получения высокодисперсных порошков металлов и сплавов электролизом в двухслойной электролитической ванне, и может быть использовано при производстве порошков для радиоэлектроники, вычислительной техники и других областей техники.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту к предлагаемому является состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, включающий каприновую кислоту и органический растворитель – толуол, в который для повышения коэрцитивной силы порошков дополнительно вводят смесь каприловой, пеларгоновой, ундециловой, лауриновой, тридециловой, миристиновой, пентадециловой, пальмитиновой, маргариновой и стеариновой кислот при следующем содержании компонентов, мас. %:

Каприновая кислота	0,03–0,25
Каприловая кислота	0,01–0,10
Пеларгоновая кислота	0,02–0,50
Ундециловая кислота	0,04–0,60
Лауриновая кислота	0,05–0,65
Тридециловая кислота	0,05–0,65
Миристиновая кислота	0,04–0,60
Пентадециловая кислота	0,04–0,55
Пальмитиновая кислота	0,03–0,50
Маргариновая кислота	0,03–0,45
Стеариновая кислота	0,02–0,35
Растворитель	Остальное.

Недостатком известного состава является низкий уровень магнитных свойств полученных порошков. Значения остаточной магнитной индукции  $B_r$  и коэрцитивной силы  $H_c$  железных порошков равны соответственно  $B_r = 3500$  Гс и  $H_c = 1000$  Э, железокобальтовых –  $B_r = 3800$  Гс и  $H_c = 1100$  Э. К недостаткам известного состава следует отнести также большую трудоемкость его приготовления.

(19) UA (11) 13981 (13) C1

Задачей изобретения является разработка такого состава органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, в котором дополнительное введение в состав верхнего слоя нового компонента привело бы к увеличению коэрцитивной силы порошков при сохранении значений остаточной магнитной индукции на уровне известного состава.

Для решения поставленной задачи предложен состав органического слоя двухслойной электролитической ванны для получения магнитных порошков, содержащий углеводородный растворитель – фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C – и олеиновую кислоту, который согласно изобретению, дополнительно содержит каприловую кислоту при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Олеиновая кислота	0,7–2,0
Каприловая кислота	0,03–0,12
Фракция перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C	Остальное.

В предложенном составе небольшая добавка каприловой кислоты к составу, содержащему поверхностно-активное вещество – олеиновую кислоту и новый углеводородный растворитель – фракцию перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C, приводит к резкому увеличению коэрцитивной силы порошков.  $H_c$  железных порошков увеличивается при этом с 1380 Э до 1490–1520 Э (т. е. на 110–140 Э), железо-кобальтовых с 1550 Э до 1830–1875 Э (т. е. на 280–320 Э). Рост  $H_c$  порошков обусловлен усилением адсорбционной пассивации растущих частиц порошка молекулами смеси ПАВ – олеиновой и каприловой кислот в присутствии в верхнем слое фракции перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C. Образование на частицах порошка плотного и равномерного адсорбционного слоя из молекул олеиновой и каприловой кислот способствует измельчению частиц и увеличению коэрцитивной силы порошков при сохранении высоких значений остаточной индукции. Экспериментально установлено, что введение в состав верхнего слоя вместо каприловой других высших жирных кислот не приводит к достижению полученного технического результата.

Для приготовления 1 л органического слоя двухслойной электролитической ванны берут 7–20 г олеиновой, 0,3–1,2 г каприловой кислот, остальное – растворитель – фракция перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C.

Технология получения порошка состоит в следующем.

В электролизер закрытого типа, оборудованный вращающимся катодом и неподвижным анодом из "Армко"-железа в случае получения порошка железа и дополнительным анодом из кобальта К-1 в случае получения порошка сплава железо-кобальт, заливают водный раствор соли осаждаемого металла, например, раствор хлористого железа ( $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ , 30 г/л) при получении порошка железа и смеси солей ( $FeCl_2 \cdot 4H_2O + CoCl_2 \cdot 6H_2O$ , 30 г/л) при получении порошка сплава железо-кобальт.

Затем насаивают раствор смеси олеиновой и каприловой кислот в углеводородном растворителе – фракции перегонки нефти с температурой кипения 150–280°C. При наложении электрического поля и вращения катода происходит электроосаждение и флотация магнитных частиц из нижнего слоя в верхний. Режим электроосаждения магнитного порошка: pH электролита 3,5–4,5; катодная плотность тока 20 А/дм<sup>2</sup>, скорость вращения катода 60 об/мин; продолжительность электролиза 2–3 ч. Во время электроосаждения проводят магнитную выборку порошка. Полученный порошок отжимают от избытка растворителя, промывают уайт-спиритом ( $t_{кип} = 150–280°C$ ) или керосином ( $t_{кип} = 200–280°C$ ). В отмытый черный порошок, напоминающий пастообразную массу – смесь с растворителем, добавляют дополнительно при перемешивании кремнийорганический мономер или олигомер в количестве 4–14 мас. %. Затем порошок загружают в термостойкий кварцевый реактор, соединенный с приводом двигателя и снабженный приспособлением для создания вакуума и подачи водорода. Рабочую зону реактора помещают в муфельную печь, имеющую скорость нагрева 5–7°/мин. Поочередно включают приводной двигатель, вакуумный насос и муфельную печь. Испаряющийся в процессе вакуумной термообработки растворитель проходит через обратный холодильник с водяным охлаждением, конденсируется и собирается в приемнике. По прекращению отгонки растворителя (40–60 мин) вакуум отключают и последующую термообработку проводят в среде остроосушенного водорода. К этому времени температура в печи достигает заданного конечного значения 300–350°C. Термообработку порошка выдержкой при конечной температуре проводят в течение 1,5–2 ч. После окончания термообработки нагрев отключают и реактор остывает на воздухе до 18–20°C.

Магнитные свойства порошков определяли по методике Галкина О.С., Захарова Н.Н., Лазарева Л.В. (Метод исследования концентрационных зависимостей ферро- и ферримагнитных порошков. - Завод. лаборатория, 1976, 42, № 10, с.1190-1194), химический анализ порошков на содержание железа проводили трилонометрическим, а кобальта - фотометрическим методом (Конкин В.Д., Жихарева В.И. Комплексометрический анализ. Киев, Техника, 1964, с. 225).

Выход по току Вт порошка рассчитывали из отношения веса порошка, фактически выделившегося на катоде, к теоретически возможному по формуле

$$W_t = \frac{m_{\text{пор}} \cdot \%Me}{q \cdot G_{Me}}$$

где  $m_{\text{пор}}$  - вес порошка, выделившегося на катоде, г;

$\%Me$  - процентное содержание металла в порошке по данным химического анализа;

$q$  - количество прошедшего электричества, А · ч;

$G_{Me}$  - электрохимический эквивалент осаждаемого металла, г/А · ч.

Используемые химические реактивы

Хлористое железо ГОСТ 4149-65

Хлористый кобальт ГОСТ 4574-68

Олеиновая кислота ГОСТ 10475-75

Каприловая кислота ТУ 6-09-529-75

Углеводородный растворитель-фракция перегонки нефти с температурным интервалом кипения:

а) 150-280°C - бензин-растворитель лакокрасочной промышленности (уайт-спирит) ГОСТ 3134-78

б) 200-280°C - керосин осветительный

КО-22, КО-30 ОСТ 3801407-86

Полиметилсилоксан ТУ 6-02-553-75

П р и м е р. Для приготовления 1 л органического слоя двухслойной электролитической ванны берут 10 г олеиновой и 0,7 г каприловой кислот и растворяют при перемешивании в 0,9893 л органического растворителя-фракции перегонки нефти с температурой кипения 150-280°C. Готовый верхний слой имеет следующий состав, мас. %:

Олеиновая кислота 1,0

Каприловая кислота 0,07

Фракция перегонки

нефти с температурой

кипения 150-280°C

Остальное.

В электролитическую ванну заливают 17 л водного раствора хлорида железа

( $FeCl_2 \cdot 4 \cdot H_2O$ , 30 г/л) при получении порошка железа и смеси солей  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ , 17,1 г/л +  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ , 12,9 г/л при получении порошка сплава железо-кобальт 60:40. Затем

наслаивают 2 л раствора смеси олеиновой (1 мас. %) и каприловой (0,07 мас. %) кислот в уайт-спирите ( $t_{\text{кип}} = 150-200^\circ C$ ) или керосине ( $t_{\text{кип}} = 200-280^\circ C$ ). Режим электроосаждения: температура 70°C; pH электролита = 3,5; напряжение на клеммах ванны 15 В, ток 50 А, плотность тока на катоде 20 А/дм<sup>2</sup>. Скорость вращения катода 60 об/мин. Продолжительность электролиза 2 ч. Полученный

черный порошок отжимают от избытка растворителя, промывают уайт-спиритом и при тщательном перемешивании вводят в порошок 5 г полиметилсилоксана. Образовавшуюся пасту в количестве 500 г загружают в термостойкий кварцевый реактор вакуумного

ротационного испарителя ИР-1М2. Реактор помещают в муфельную печь, имеющую скорость нагрева 7°/мин. После отгонки растворителя вакуум отключают. К этому времени (50 мин) температура в печи достигает заданного конечного значения 350°C. Последующую термообработку порошка выдержкой при конечной температуре 350°C проводят в течение 2 ч в среде остроосушенного водорода. После окончания термообработки нагрев отключают и реактор остывает на воздухе до температуры 20°C.

Магнитные свойства полученных порошков следующие:  $H_c = 1500$  Э,  $B_r = 8000$  Гс для железа и  $H_c = 1850$  Э,  $B_r = 9800$  Гс - для сплава железо-кобальт.

Установлено, что состав органического слоя ванны и диапазон рабочих концентраций ПАВ в верхнем слое выбраны из условий, обеспечивающих получение порошков с высокими значениями коэрцитивной силы и магнитной индукции (таблица, примеры 1-8).

Уменьшение концентрации одной из кислот в верхнем слое ниже заявляемой приводит к уменьшению коэрцитивной силы порошков как при сохранении концентрации другой кислоты на уровне заявляемой (примеры 9, 11, 15, 17), так и при ее превышении (примеры 13, 14, 19, 20). Если концентрация одной из кислот выше заявляемой, а другой - в пределах заявляемой, коэрцитивная сила порошков сохраняется на уровне изобретения (примеры 10, 12, 16, 18). Однако при этом резко уменьшается выход порошка по току. Расход электричества на полезный процесс выделения порошка уменьшается, согласно таблицы, с 95-100% до 63-70%, что отрицательно ска-

зывается на экономических показателях процесса.

Таким образом, преимуществом предложенного состава верхнего слоя двухслойной электролитической ванны по сравнению с известным является повышение

коэрцитивной силы железных порошков на 8-10% (с 1380 до 1490-1520 Э) и порошков сплава железо-кобальт (60:40) на 18-21% с 1530 до 1830-1875 Э) при сохранении значений магнитной индукции на уровне известного состава.

№ п/п	Состав органического слоя двухслойной электролитической ванны				Порошок	Показатели		
	Олеино- вая кис- лота, мас. %	Каприло- вая кис- лота, мас. %	Углеводородный растворитель, (мас. %) с температурой кипения, °С			Нс, Э	Вг, Гс	Выход по току, %
			150-200	200-280				
По изобретению								
1	1,0	0,07	98,93	98,93	Fe	1500	8000	99
2	0,7	0,03	99,27	99,27		1490	7900	100
3	1,5	0,1	98,40	-		1520	8000	98
4	2,0	0,12	97,88	97,88		1500	7900	97
5	1,0	0,07	98,93	98,93	Fe-Co- 60:40	1850	9800	98
6	0,7	0,03	99,27	-		1830	9900	99
7	1,5	0,1	98,4	98,4		1875	9900	97
8	2,0	0,12	97,88	97,88		1850	9800	95
Запредельные значения								
9	0,5	0,07	99,43	-	Fe	1350	8000	99
10	2,2	0,07	97,73	-		1500	7900	65
11	1,0	0,02	98,98	-		1380	8000	98
12	1,0	0,13	98,87	-		1490	7900	70
13	0,5	0,14	99,36	-	Fe-Co- 60:40	1350	7900	93
14	2,4	0,01	97,59	-		1370	7900	90
15	0,5	0,07	99,43	-		1550	9800	98
16	2,2	0,07	97,73	-		1825	9500	63
17	1,0	0,02	98,98	-		1520	9700	97
18	1,0	0,13	98,87	-		1830	9800	64
19	0,5	0,14	99,36	-		1530	9600	95
20	2,4	0,01	97,59	-		1560	9500	91
Прототип								
21	1,0	-	99,0	-	Fe	1380	8000	98
22	1,0	-	99,0	-	Fe-Co- 60:40	1550	9800	97

Упорядник

Техред М Моргентал

Коректор А. Обрунар

Заказ № 4133

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород вул. Гагаріна 101