

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C01G 49/06

(45) 공고일자 1989년 10월 10일
(11) 공고번호 89-003881

(21) 출원번호	특1983-0003185	(65) 공개번호	특1984-0005416
(22) 출원일자	1983년 07월 13일	(43) 공개일자	1984년 11월 12일
(30) 우선권 주장	123918 1982년 07월 16일 일본(JP)		
(71) 출원인	이시하라상교 가부시끼가이샤 이시하라 겐조 일본국 오오사카시 니시구 에도보리 1쵸메 3방 22고		
(72) 발명자	혼마 이찌로 일본국 시가켄 모리야마시 후께쵸 321-31 고야마 아라따 일본국 시가켄 모리야마시 후께쵸 321-31 아마노 마사토시 일본국 시가켄 모리야마시 후께쵸 321-31 다쿠미 노부스게 일본국 시가켄 구사쓰시 히라이쵸 424-34		
(74) 대리인	이준구, 백락신		

심사관 : 정훈 (책자공보 제1660호)

(54) 코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철의 제조방법

요약

내용 없음.

명세서

[발명의 명칭]

코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 자기 녹음 매체용 물질로서 유용한 강자성 산화철의 제조방법에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 높은 보자성(coercivity) 및 양호한 보자성 분포와 같은 우수한 자성을 갖는 코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철의 제조방법에 관한 것이다.

지금까지 일반적으로 사용되어온 γ -Fe₂O₃분말 또는 코발트만 함유하는 자성 산화철 분말과

비교할때, 코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철 분말은 현저하게 높은 보자성을 가지며 이로부터 생산된 자기 녹음 매체는 고밀도 녹음이 가능하며 또한 고주파 지역에서 고감도와 같은 우수한 특성을 갖는다.

최근에, 이와같은 코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철 분말을 제조하는 여러가지 방법이 제안되었다. 예를들어, 하기의 방법들이 대표적으로 공지되어 있다 : (1) 코발트염 용액을 γ -Fe₂O₃의 수성 슬러리에 가한다음, γ -Fe₂O₃의 입자 표면을 수산화 코발트로 피복하기 위하여 거기에 알칼리를 가한 다음이 슬러리에 제 1 철 염의 수용액을 가함(일본국 특허 공보 48444/81호) ; (2) 가열하(1)의 방법을 행함(일본국 특허공개 104721/81호) ; 그리고 (3) γ -Fe₂O₃ 입자를 제 1 철염 및 코발트염의 혼합 수용액에 분산시킨 다음 알칼리를 가하여 상기 γ -Fe₂O₃ 입자의 표면을 수산화 제 1 철 및 수산화 코발트로 동시에 피복함(일본국 특허 공보 36751/77).

그러나, 상술한(1) 및 (2)의 방법에 따라, 보자성이 개량된다 할지라도 수득된 자성 산화철 분말은 보자성의 분포가 불만족스러우며 상기와 같은 분말을 사용함으로써 생산된 자기 테이프는 반전자계 분포, 각형비, 배향성(orientability) 및 기타 특성이 나쁘다는 것이 증명되어 있다. (3)의 방법의 경우, 자성 산화철 입자 표면은 알칼리에 의하여 부분적으로 용해될수록 거칠게되며, 또한 에피택셜 반응이 급격히 진전되어 보자성의 분포가 넓어진다. 그러므로, 이들 방법들에 대한 개량점이 요구된다.

본 발명에 따라 수득된 코발트 및 제 1 철 함유 강자성 산화철은 종래기술 제품과 비교하여 보자성 및 보자성 분포에 있어서 우수하며, 또한 본 발명의 이와같은 산화철을 사용하여 제조된 마그네틱 테이프는 보자성 뿐 아니라 반전자계분포 및 기타 자성에 있어서 우수하다.

본 발명의 방법은 특히 하기와 같은 점에 있어서 어떠한 종래의 방법과도 구별된다 : (1) γ - Fe_2O_3 의 슬러리에 가하기 전에 코발트염 용액, 제1철염 용액 및 알칼리 용액으로 현탁액을 제조한다. (2) 상기 제1철염 및 코발트 염은 서로 직접 혼합하지 않고 다음의 방법으로, 예를들어, 제1철염 용액을 먼저 알칼리 수용액에 가하여 수산화 제1철을 형성한 다음 여기에 코발트염 용액을 가하여 코발트염 또는 수산화 코발트 입자가 수산화 제1철의 침전 입자 주위에 머무는 현탁액을 제조한다. (3) 이와 같이 제조된 현탁액을 γ - Fe_2O_3 슬러리와 혼합하여 이 혼합 슬러리를 어떤 특정 초과 애 농도로 조절한다.

그러므로, 본 발명은 자성 산화철 분말을 물 중에 분산시킴으로써 형성된 슬러리를, 제1철염 용액을 알칼리로 중화하여 수산화 제1철을 형성한 다음, 여기에 코발트염 용액을 가하고 혼합슬러리의 초과 애 농도를 0.05~3몰/l로 조절함으로써 제조된 코우팅 현탁액과 혼합함을 특징으로 하는 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철의 제조방법을 제공하는 것이다.

본 발명에 사용되는 자성 산화철 분말은, 예를들어, γ - Fe_2O_3 분말, γ - Fe_3O_4 분말 또는 γ - Fe_2O_3 를 적절한 방법으로 처리함으로써, 예를들어, 수소와 같은 환원기체 중에서 γ - Fe_2O_3 를 부분적으로 환원시킴으로써 수득된 베르톨라이드 화합물의 분말일수 있다. 이들 중 γ - Fe_2O_3 분말의 가장 바람직하다.

여기에서 사용된 "현탁액"은 상기 자성 산화철 분말의 입자 표면을 피복할 제1철 화합물 및 코발트 화합물을 함유하는 현탁액이다. 본 발명의 방법은 특히 이 현탁액이 특징이다. 이와같은 현탁액은 제1철염 용액을 알칼리로 중화하여 수산화 제1철을 형성한 다음 여기에 코발트염 용액을 가함으로써 쉽게 수득될 수 있다. 코발트 염 용액을 가한후, 현탁액을 보통 5분 내지 2시간 동안 교반시키나, 상기의 금속염을 가하는데 장시간이 경과되는 경우에는 이와같은 것은 생략되어도 무방하다.

첨가될 알칼리의 양은 실질적으로 제1철염 전체를 중화시키기에 충분한 량이어도 무방하나, 바람직하기는 제1철염 전체를 중화하기에 충분한량 내지 제1철염 및 코발트염 전체를 중화하기에 충분한량 이상의 범위내가 바람직하다. 첨가되는 알칼리의 양이 상술한 범위 이하이면, 생성물은 스퀘어니스 및 방향성과 같은 기타 자성 및 보자성이 빈약한 것이 입증된다.

첨가될 알칼리량의 가장 바람직한 범위는 코발트염 전체를 중화하기에 충분한 량으로 부터 그의 과량, 예를들어, 현탁액중 초과 애 농도가 0~2몰/l, 바람직하게는 0.1~0.5ml/l의 범위내의 양이다.

상기 현탁액은 0~100°C, 바람직하게는 60°C이하, 가장 바람직하게는 10~50°C의 범위내의 온도에서 제조되어야 한다. 온도가 상술한 범위보다 훨씬 더 높으면, 생성된 수산화물 입자는 성장이 촉진되어, 자성 산화철이 보자성의 증진을 억제하는 그의 활성이 감소된다. 한편, 수산화물을 활성 상태로 하는데 필요한 장시간동안 매우 낮은 온도가 요구되는데 경제성이 나쁘다. 상기 현탁액의 제조는 비산소 분위기하 수행되는 것이 바람직하나, 산화성 기체의 양성적인 도입이 계의 바깥으로부터 만들어지지 않으면 개방계 중에서 수행될 수 있다. 상기 현탁액의 제조를 위한 제1철 염으로서, 염화 제1철, 황산 제1철 등이 사용되며, 코발트 염으로서 황산코발트, 염화코발트, 아세트산코발트 등이 사용될 수 있다. 알칼리로서, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 산화나트륨, 탄산칼슘 등과 같은 알칼리 금속 또는 알칼리토 금속의 수산화물, 산화물 또는 탄산염이 사용될수 있다. 첨가된 제1철염의 양은 보통, Fe로서 계산할때, 자성 산화철 분말 중 철 원자를 기준으로 해서 2~30원%, 바람직하게는 4~25원자%, 가장 바람직하게는 5~20원자%의 범위이다. 코발트염에 대해서는, 보통 Co로서 계산할때, 자성 산화철 분말 중 철 원자를 기준으로 해서 1~20원자%, 바람직하게는 2~10원자%, 가장 바람직하게는 3~7원자%가 사용된다.

이와같이 제조된 현탁액을 상기 자성 산화철 슬러리와 혼합하고 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도를 0.05~3몰/l, 바람직하게는 0.5~2몰/l로 조절한다. 초과 애 농도가 상기의 범위보다 더 높으면, 피복된 코발트 및 수산화 철이 용해되어 소기의 효과를 얻을 수가 없으며, 상술한 범위보다 더 낮은 초과 애 농도이면 보자성, 보자성의 분포 및 기타 자성의 약화가 유발된다. 이 혼합 조작 동안, 혼합 슬러리의 온도는 보통 50°C 또는 그 이하, 바람직하게는 10~40°C로 유지된다.

다음의 방법은 상술한 범위내에서 혼합 슬러리의 초과 애 농도를 조절하기 위하여 이용될 수 있는데 : (1) 예정량의 알칼리를 혼합 슬러리에 가하는 방법 ; (2) 상기 현탁액이 제조되는 경우, 제1철 및 코발트 염의 당량 이상의 양의 알칼리를 첨가하는 방법 ; 그리고 (3) 자성 산화철 분말을 수중에 분산시킴으로써 형성된 슬러리에 알칼리를 가하는 방법. 이들 방법들 중에서, 방법(3)이 바람직하다.

상술한 범위내로 유지된 초과 애 농도를 가진 이 혼합현탁액을 보통 30분 이상, 바람직하게는 1시간 이상, 교반한 또는 교반없이 방치한다. 이 반응 및 속성은 비산소 분위기하, 예를들어, 불활성 기체를 혼합 슬러리에 도입하거나 또는 반응기중의 공기를 불활성 기체로 치환시킴으로써 이룩되는 것이 바람직하다.

상술한 처리를 통하여 수득된 자성 산화철의 혼합 슬러리를 여과 및 수세 그리고 통상의 방법으로 건조시킴으로써 본 발명의 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철 분말이 수득된다. 여과하기 전에 혼합 슬러리를 100~200°C의 오오토클레이브중에서 알칼리와 함께 열수처리 시키고, 그리고 여과 및 수세후 또는 비산소 또는 산소 분위기 중에서 건조시킨 수 케익을 60~250°C의 온도에서 비산소 또는 산소 분위기 중에서 가열처리하거나, 또는 여과 및 수세후 습상 케익을 수증기하 100~300°C의 온도에서 가열 처리하는 것이 추천되는데, 왜냐하면 이들 처리들은 훨씬 더 양호한 자성을 가진 강자성 산화철 분말을 제공할 수 있기 때문이다. "수증기하의 가열처리"는 습상 케익을 수증기 존재하 가열하는 것을 의미한다. 더 명확하게, 여과 및 수세후의 강자성 산화철의 습상 케익을 수증기하 가열 처리하거나 또는 습상 케익을 비산소 분위기 중 가능한 낮은 온도에서 건조시킨 다음 수증기 존재하 가열시킨다. 상기의 케익이 오오토클레이브와 같은 밀폐 용기 또는 질소 기체가 가득한 개방형 튜브형로 또는 뜨거운 수증기 존재하 유동층에서 가열하는 처리가 포함된다. 또한 비산소 또는 산소 분위기에서의 상기 가열 처리는 오오토클레이브 중에서 상기 열수처리후 또는 수증기하 상기 가열 처리 후 수행될 수 있다.

본 발명의 상술한 방법에 따라 수득된 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철은 보자성, 보자성의 분포 및 기타 자기성에 있어서 우수하며, 이와같은 강자성 산화철을 사용하여 만든 자기 테이프는 또한 보자성, 반전자계분포 및 기타 자성이 우수하다.

[실시예 1]

75g의 γ -Fe₂O₃ 분말(보자성 : 420 Oe)을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 만들고 이 슬러리에 10몰/l의 농도를 갖는 수산화나트륨 수용액 102ml를 가한다. 반응기에 질소 기체를 공급하여 계를 비산소 분위기로 만든다. 한편, 10몰/l의 농도를 갖는 수산화나트륨 수용액 29.5ml를 30℃의 비산소 분위기 중에서 105ml의 황산 제1철 수용액(0.895몰/l, Fe로서)에 가하여 수산화 제1철을 형성한 다음 여기에 52.5ml의 황산 코발트수용액(0.848몰/l, Co로서)을 가하여 현탁액을 제조한다. 이 현탁액의 초과 애 농도는 0.1몰/l이다. 이 현탁액을 비산소 분위기 중에서 상술한 슬러리와 혼합하고 혼합된 슬러리를 실온에서 5시간 동안 교반하 숙성시킨다. 이 혼합 슬러리는 1몰/l의 초과 애 농도로 갖는다.

이와같은 수득된 슬러리를 통상의 방법으로 여과 및 수세하여 얻은 습성 케익을 분리 용기에 넣은 물과 함께 오오토클레이브에 넣는다. 오오토클레이브 기체를 N₂ 기체로 치환시킨 후, 오오토클레이브를 닫고 그 속에 든 물질을 포화수증기압하 130℃에서 6시간 동안 가열 처리한 다음 60℃에서 건조시킨다.

[실시예 2]

숙성 후 혼합 슬러리를 130℃의 오오토클레이브 중에서 3시간 동안 열수 처리하는 것을 제외하고는 실시예 1의 방법을 반복하고, 얻은 슬러리를 통상의 방법으로 여과 및 수세하면 습한 케익을 수득하고 이 케익을 60℃에서 건조시킨다.

[실시예 3]

실시예 1에서 사용된 것과 동일한 γ -Fe₂O₃ 분말 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고 이 슬러리에 10몰/l 농도를 갖는 수산화 나트륨 수용액 8ml를 가한다. 계를 비산소 분위기로 하기 위하여 반응기에 질소 기체를 공급한다.

이와는 별도로, 105ml의 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.895몰/l)을 비산소 분위기 중 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액 29.5ml를 가하여 수산화 제1철을 형성하고 여기에 52.5ml의 황산 코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l)을 가하여 현탁액을 제조한다. 이 현탁액의 초과 애 농도는 0.1몰/l이다. 이 현탁액을 비산소 분위기 중에서 미리 형성된 슬러리와 혼합하고 혼합된 슬러리를 10몰/l의 수산화 나트륨수용액 94ml와 함께 가하고 실온에서 5시간 동안 교반하 숙성시킨다. 이 혼합된 슬러리는 1몰/l의 초과 애 농도로 갖는다. 이와같이 수득된 슬러리를 통상의 방법으로 여과 및 수세한 다음, 실시예 1과 같은 방법으로 수증기 존재하 가열 처리하여 60℃에서 더 건조시킨다.

[실시예 4]

실시예 1에서와 동일한 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고 여기에 113ml의 10몰/l의 수산화나트륨 수용액을 가한다. 그런다음, 질소기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소 분위기로 바꾼다. 이와는 별도로, 105ml의 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.895몰/l)을 30℃에서 10몰/l의 수산화 나트륨 18.8ml에 가하여 수산화 제1철을 형성하고 여기에 52.5ml의 황산코발트 수용액(Co로서, 0.848몰/l)을 가하여 현탁액을 제조한다. 이 현탁액을 상술한 슬러리와 혼합하고 실온에서 5시간 동안 교반하 숙성시킨다. 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 수득된 슬러리를 실시예 1과 같은 방법으로 여과, 수세 및 수증기로 처리하여 60℃에서 건조시킨다.

[실시예 5]

실시예 1에서와 동일한 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고 이 슬러리에 102ml의 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액을 가한다. 그런다음, 질소 기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소 분위기로 만든다. 한편, Fe로서 0.895몰/l농도의 황산 제1철 수용액 105ml를 40℃에서 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액 29.5ml에 가하여 수산화 제1철을 형성하고, 여기에 Co로서 계산된 0.848몰/l의 농도를 갖는 황산 코발트 수용액 52.5ml를 가하여 현탁액을 제조하여, 이 현탁액을 40℃로 유지한다. 이 현탁액을 비산소 분위기 중에서 상술한 슬러리와 혼합하여 교반하 실온에서 5시간 동안 숙성시킨다. 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 이와같이 수득된 슬러리를 여과하고 수세한 후 실시예 1과 같은 방법으로 수증기 가열 처리하여 60℃에서 건조시킨다.

[비교예 1]

29.5ml의 수산화 나트륨 수용액(농도, 10몰/l)을 우선 52.5ml의 황산 코발트 수용액(0.848몰/l, Co로서)에가하여 수산화 코발트를 형성한 다음 여기에 105ml의 황산 제1철 수용액(0.895몰/l, Fe로서)을 가하여 현탁액을 제조하고, 이 현탁액을 γ -Fe₂O₃ 분산 슬러리와 함께 혼합한다.

[비교예 2]

실시예 1에서 사용된 것과 같은 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성한다. 이 슬러리에 123ml의 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액을가하고 질소 기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소 분위기로 바꾼다. 이를 제외하고, 52.5ml의 황산 코발트 수용액(0.848몰/l, Co로서)을 8.9ml의 10몰/l 수산화 나트륨 수용액에 가하여 수산화 코발트를 생성하고 여기에 105ml의 황산 제1철 용액(Fe로서 0.895몰/l)을 가하여 현탁액을 제조한다. 이 현탁액을 비산소 분위기 중 상술한 슬러리와 함께 혼합하여 교반하 실온에서 5시간 동안 숙성시킨다. 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 수득된 슬러리를 수증기 존재하 실시예 1과 같은 방법으로 여과, 수세 및 가열 처리하여 60℃에서 더

건조시킨다.

[비교예 3]

실시에 1에서 사용된 것과 동일한 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고 이 슬러리에 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액 120ml를 가한다. 그런 다음 반응기에 질소 기체를 공급하여 계를 비산소성 분위기로 만든다. 이와는 별도로, 52.5ml의 황산 코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l) 및 105ml의 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.895몰/l)을 동시에 29.5ml의 10몰/l의 수산화나트륨 수용액에 가하여 현탁액을 제조한다. 이 현탁액과 상술한 슬러리를 비산소성 분위기 중에서 혼합하여 실온에서 교반하 5시간동안 숙성시킨다. 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 이와같이 수득된 슬러리를 실시에 1과 같은 방법으로 여과 및 수세한후 수증기로 가열 처리하여 60℃에 건조시킨다.

[비교예 4]

실시에 1에서 사용된 것과 동일한 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고 슬러리를 30℃로 조절하고, 질소 기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소 분위기로 만든다. 이 슬러리에 52.5ml의 황산코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l)을 함유하는 수용액을 가한 다음 10몰/l의 수산화 나트륨 수용액 8.9ml를 가하여 수산화 코발트를 생성한 다음, 10몰/l의 수산화나트륨 수용액 122.7ml를 가한 후 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.895몰/l) 105ml를 가한다. 수득된 슬러리는 1몰/l의 초과 애 농도를 갖는다. 이 슬러리를 실온에서 5시간 동안 교반하 숙성시킨다. 생성된 슬러리를 실시에 1과 같은 방법으로 여과, 수세 및 수증기 존재하 가열 처리하여 60℃에서 건조시킨다.

[비교예 5]

실시에 1에서 사용된 것과 동일한 γ -Fe₂O₃ 75g을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 105ml의 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.895몰/l)을 함유하는 수용액에 가하고 52.5ml의 황산 코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l)을 가하여 교반시킨다. 이 슬러리를 90℃로 가열하고, 이 온도로 유지시키면서, 비산소 분위기 중에서 132ml의 10몰/l의 수산화나트륨 수용액을 슬러리에 도입시킨다. 이 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 90℃로 유지된 이 슬러리를 교반하 5시간 동안 숙성시킨 다음 실시에 1과 같이 여과, 수세 및 수증기로 가열 처리하여 60℃에서 더 건조시킨다.

상술한 실시에 1~5 및 비교예 1~5에서 얻은 자성 산화철에 대해서는, 먼저 통상의 방법으로 그들의 보자성을 측정한 다음, 이들 산화철을 각각 사용하여 하기의 방법에 따라 혼합물을 제조하고 이 혼합물을 볼밀로 혼합하여 자성 코우팅액을 제조한다.

혼합물 :

- (1) 자성 산화철 100중량부
- (2) 대두 레시틴 1중량부
- (3) 계면 활성제 4중량부
- (4) 비닐 콜로라이드-비닐아세테이트 공중합체 수지 15중량부
- (5) 디옥틸 프탈레이트 5중량부
- (6) 메틸 에틸 케톤 111중량부
- (7) 톨루엔 122중량부

그런다음, 생성된 각각의 자성 코우팅 물질을 폴리에스테르 필름상에 바르고, 통상의 방법으로 배향 및 건조시켜 대략 9 μ m 두께의 자성 피복막을 갖는 자기 테이프를 만든다. 각 자기 테이프의 보자성, 각 형비(Br/Bm), 배향서(OR), 포화자속 밀도(Bm) 및 반전자계분포(SFD)를 공지의 방법으로 측정하여 그 결과를 표1에 나타내었다.

[표 1]

	분 말	테 이 프 에 대 한 측 정				
	Hc(Oe)	Hc(Oe)	Bm(가우스)	Br/Bm	OR	SFD
실시에 1	660	701	1587	0.84	2.12	0.39
실시에 2	627	672	1509	0.84	2.27	0.39
실시에 3	638	660	1665	0.83	2.07	0.39
실시에 4	645	668	1620	0.82	2.05	0.41
실시에 5	653	671	1657	0.83	2.05	0.40
비교예 1	555	608	1574	0.85	2.15	0.43
비교예 2	582	600	1576	0.82	2.00	0.49
비교예 3	600	630	1605	0.83	2.04	0.45
비교예 4	663	694	1533	0.81	1.89	0.45
비교예 5	510	551	1541	0.83	2.23	0.43

[실시에 6]

75g의 γ -Fe₂O₃ 분말(보자성 : 420 Oe ; 주축에 따른 평균 입경 : 0.4 μ m ; 축비 : 8)을 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성하고, 이 슬러리에 10몰/l의 농도를 갖는 102ml의 수산화 나트륨 수용액을 가한다. 질소기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소성 분위기로 만든다. 한편, 10몰/l의 농도를 갖는 29.5ml의 수산화 나트륨 수용액을 비산소성 분위기중 30℃에서 105ml의 황산 제1철 용액(Fe로서 0.895몰/l)에서 가하여 수산화 제1철을 형성한 다음 여기에 52.5ml의 황산 코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l)을 가하여 현탁액을 제조한다. 상기 현탁액의 초과 애 농도는 0.1몰/l이다. 이 현탁액을 비산소성 분위기 중에서 상술한 슬러리와 혼합하고 이 혼합 슬러리를 실온에서 교반한 5시간 동안 숙성시킨다. 상기 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다.

이와같이 수득된 슬러리를 통상의 방법으로 여과 및 수세하고 수득된 습식 케익을 질소 분위기 중 150℃에서 2시간 동안 가열 처리한다.

[비교예 6]

실시에 6에서 사용된 75g의 γ -Fe₂O₃ 를 물에 분산시켜 750ml의 슬러리를 형성한다. 슬러리 온도를 30℃로 조절한 후, 질소 기체를 반응기에 공급하여 계를 비산소 분위기로 바꾼다. 반응기에 52.5ml의 황산 코발트 수용액(Co로서 0.848몰/l)을 가한 다음, 8.9ml의 10몰/l 수산화 나트륨 수용액을 가하여 수산화 코발트를 생성한 다음 여기에 122.7ml의 10몰/l 수산화 나트륨 수용액 그리고 105ml의 황산 제1철 수용액(Fe로서 0.898몰/l)을 가한다. 이 슬러리의 초과 애 농도는 1몰/l이다. 상기 슬러리를 실온에서 교반한 5시간 동안 숙성시킨다. 이와같이 얻은 슬러리를 통상의 방법으로 여과 및 수세하여 얻은 습식 케익을 실시에 6과 같은 방법으로 가열 처리한다.

실시에 6 및 비교예 6에서 제조된 자성 산화철에 대해 통상의 방법으로보자성을 측정한다. 그런 다음, 전술한 실시에와 같은 방법으로 상기의 산화철을 사용하여 자기테이프를 생산한다. 각 자기 테이프의보자성, 각형비(Br/Bm), 배향성(OR), 포화자속밀도(Bm) 및 반전자계분포(SFD)를 통상의 방법으로 측정한다. 결과는 표 2와 같다.

[표 2]

	분 발 명					
	Hc(Oe)	Hc(Oe)	Bm(가우스)	Br/Bm	OR	SFD
실시에 6	633	664	1473	0.83	2.13	0.45
비교예 6	630	662	1455	0.80	1.88	0.50

표2에 명백한 바와같이, 본 발명의 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철로 부터 만들어진 자기 테이프는 우수한 각형비, 배향성 및 반전자계분포를 갖는다.

표1로부터, 본 발명의 방법에 따라 제조된 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철은 우수한보자성을 가지며 이를 사용하여 만들어진 자기 테이프는보자성, 반전자계분포(SFD ; 일반적으로 SFD의 값이 약 0.40 또는 그 이하인 것이 바람직함) 및 기타 자성이 우수함을 알 수 있다.

(57) 청구의 범위**청구항 1**

자성 산화철 분말을 물에 분산시킴으로써 형성된 슬러리를, 제1철 염 용액을 알칼리로 중화하여 수산화 제1철을 형성한 다음 여기에 코발트염 용액을 가함으로써 제조된 현탁액과 혼합하고, 이 혼합 슬러리의 초과 애 농도를 0.05~3몰/l로 조절함을 특징으로 하는 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 첨가되는 알칼리의 양이 제1철염 전체를 실제로 중화시키기에 충분한량 이상임이 특징인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 알칼리 양이 제1철염 및 코발트 염 전부를 충분히 중화시킬수 있는 양 내지 현탁액의 초과 애 농도를 0~2몰/l로 하기에 충분한 량인 과량의 범위임을 특징으로 하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 알칼리의 양이 제1철염 및 코발트 염의 전부를 충분히 중화시킬수 있는 양 내지 현탁액의 초과 애 농도를 0.1~0.5몰/l로 하기에 충분한 량인 과량이 범위임을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 자성 산화철 분말을 물에 분산시킴으로써 형성된 슬러리에 미리 알칼리를 가열함을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 혼합 슬러리의 초과 애 농도를 0.5~2몰/l로 조절함을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 혼합 슬러리를 여과 및 수세후 얻은 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철이 케익을 60~300℃에서 수증기하 가열 처리함을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 혼합 슬러리를 여과 및 수세후 얻은 코발트 및 제1철 함유 강자성 산화철의 케익을 비산소 또는 산소 분위기하 60~250℃의 온도에서 가열처리를 특징으로 하는 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 혼합 슬러리를 여과하기 전에 알칼리 중 100~200℃의 온도에서 열수 처리함을 특징으로 하는 방법.