



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU/195784

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 18 08 78

(21) [PV 5427-78]

(40) Zveřejněno 31 05 79

(45) Vydáno 15 05 82

(51) Int. Cl³.

C 09 C 1/24

C 01 G 49/02

(75)

Autor vynálezu

ŠOLCOVÁ ALEXANDRA, prom. chem., ŠUBRT JAN ing. CSc.,
ZAPLETAL VLADIMÍR ing. CSc. a MLČOCH ANTONÍN ing. PRAHA

(54) Způsob výroby fázově čistého lepidokrokitu

1

Vynález se týká způsobu výroby fázově čistého lepidokrokitu, s obsahem amorfních příměsí maximálně 1 %, oxidačním srážecím roztoků železnatých solí, zejména síranu železnatého, kyslíkem nebo vzduchem.

Příprava fázově čistých hydratovaných oxidů železa je obtížná vzhledem k tomu, že srážení odpovídajících roztoků solí železa je složitý proces, náročný na dodržení všech reakčních podmínek. Stejně je tomu při získávání lepidokrokitu neboli γ -FeOOH, který může být použit přímo jako železitý pigment nebo jako výchozí surovina k přípravě jiných kyslíčků železa s technicky důležitými vlastnostmi, například magnetickými. V takových případech přítomnost jiných krystalických fází může být na závadu.

Dosavadní popsané postupy vedoucí k získání lepidokrokitu vycházejí ze solí dvojmocného železa, prakticky vždy z chloridu železnatého (Ulmans Encyklopädie der technischen Chemie, 3. vyd. 13. Band, s. 797, Urban & Schwarzenberg München 1962). V literatuře se uvádí, že pokusy získat čistý lepidokrok z roztoků síranu železnatého nevedly k žádoucímu výsledku [Z. Elektrochem. 63, 34 (1959), Bull. Chem. Soc. Japan 45, 3423 (1972), Chemia Stosowana 20, 355 (1976)]. Jako oxidovadlo jsou kromě kyslíku doporučovány dusitany, jodičnany, nit-

2

rosní plyny a další sloučeniny s oxidační schopností. Roztok bývá zpravidla pufován, například hexamethylentetraminem. Získané preparáty však vždy obsahují 20 až 50 % amorfní složky, tzv. „železitého gelu“.

Uvedenou závadu podstatnou měrou snižuje vynález způsobu výroby fázově čistého lepidokrokitu, s obsahem amorfních příměsí maximálně 1 %, oxidačním srážecím roztoků železnatých solí, zejména síranu železnatého, kyslíkem nebo vzduchem, podle něhož se při pH roztoku železnaté soli v rozmezí 6 až 10 a teplotě v rozmezí 0 až 50 °C za stálého míchání přivádí kyslík nebo vzduch v takovém množství, aby oxidace probíhala rychlostí v rozmezí $0,1 \cdot 10^{-2}$ až $5,0 \cdot 10^{-2}$ mol. min⁻¹. l⁻¹. Po skončení oxidace se získaná sraženina zfiltruje, promyje a vysuší.

Získaný lepidokrok obsahuje maximálně 1 % příměsí, včetně železitého gelu.

Dále je uveden příklad provedení způsobu podle vynálezu.

Do termostátované reakční nádoby o objemu 3 litry bylo předloženo 1,5 litru roztoku 0,3 M síranu železnatého, jehož teplota byla udržována na 20 °C. Za míchání v inertní atmosféře bylo pH roztoku upraveno alkálií na hodnotu 7, a poté byl přivá-

děň kyslík tak, aby rychlost oxidace dvojmocného železa byla $1,33 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{l}^{-1}$. Po ukončení reakce byl produkt zfiltrován, promyt destilovanou vodou do vymizení reakce na sírany a vysušen. Infračer-

venou a Mössbauerovou spektroskopickou analýzou bylo zjištěno, že takto získaný produkt je fázově čistý lepidokrokrit $\gamma\text{-FeOOH}$ s obsahem příměsí menším než 1 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby fázově čistého lepidokrokritu, s obsahem amorfních příměsí maximálně 1 %, oxidačním srážením roztoků železnatých solí, zejména síranu železnatého, kyslíkem nebo vzduchem, vyznačený tím, že při pH roztoku železnaté soli v rozmezí 6

až 10 a teplotě od 0 do 50°C se za stálého míchání přivádí kyslík nebo vzduch v takovém množství, aby rychlost oxidace byla v rozmezí $0,1 \cdot 10^{-2}$ až $5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{l}^{-1}$, načež se po skončení oxidace získaná sraženina zfiltruje, promyje a vysuší.