RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 492 801**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 20088**

(54) **Procédé de préparation de poudre d'hydroxyoxyde ferrique gamma.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **C 01 G 49/08; G 11 B 5/68.**

(22) Date de dépôt..... 26 octobre 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Japon, 24 octobre 1980, n° 149 801/80.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 17 du 30-4-1982.

(71) Déposant : Société dite : SONY CORPORATION, résidant au Japon.

(72) Invention de : Kenji Ogisu, Makoto Inoue, Kenji Yazawa et Haruko Masuya.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Bert, de Keravenant et Herrburger,
115, bd Haussmann, 75008 Paris.

L'invention concerne un procédé de préparation de poudre d'hydroxyoxyde ferrique gamma et plus précisément un procédé de production d'hydroxyoxyde ferrique gamma par au moins deux étapes d'oxydation d'intensités différentes, de manière à obtenir un matériau brut destiné à former des poudres magnétiques utilisées pour la fabrication de moyens d'enregistrement magnétiques.

Pour préparer une poudre magnétique telle que de l'oxyde ferrique gamma, on peut utiliser de nombreux matériaux de départ parmi lesquels l'hydroxyoxyde ferrique alpha aciculaire (goethite) ou l'hydroxyoxyde ferrique gamma aciculaire (lepidocrocite). Ces matériaux sont deshydratés réduits puis oxydés ensuite pour former l'oxyde ferrique gamma voulu. Dans ce cas particulier, la forme gamma présente par rapport à la forme alpha l'avantage d'avoir des caractéristiques de dispersion supérieures car elle donne des cristaux sans branches et permet d'obtenir une poudre magnétique à forte densité de flux magnétique résiduelle. Cependant, l'utilisation de l'hydroxyoxyde ferrique gamma comme matériau de départ nécessite la mise en oeuvre de conditions de préparation très précises par rapport à la forme alpha, de sorte que le procédé de fabrication des poudres magnétiques à partir d'un matériau sous la forme gamma n'est pas très répandu.

Le lepidocrocite est obtenu en produisant de l'hydroxyde ferreux par réaction d'un hydroxyde de métal alcalin, tel que de l'hydroxyde de sodium, sur un sel ferreux tels que du chlorure ferreux en solution alcaline aqueuse, la réaction s'obtenant en faisant passer un gaz oxydant dans la solution alcaline aqueuse. Il est classique de produire l'hydroxyoxyde ferrique gamma en utilisant un produit intermédiaire obtenu par le procédé dit de la rouille verte.

Lors de la production des cristaux de semence, la technique habituelle consiste à faire croître les cristaux à la taille voulue à partir de cette semence. Par suite, il est préférable que les cristaux de semence soient aussi petits que possible de façon que la taille des cristaux finaux reste petite. Cependant, lorsqu'on forme des lepidocrocites, il n'est généralement pas possible d'obtenir des cristaux de semence de taille suffisamment petite par une oxydation à grande vitesse, car les cristaux prennent dans ces conditions

un aspect en forme de veine ne convenant pas bien pour réaliser une transformation en oxyde ferrique utilisable pour la réalisation d'agents d'enregistrement magnétique.

L'invention a pour but de pallier les inconvénients ci-dessus en créant un procédé de préparation de lepidocrocite gamma convenant parfaitement bien à la fabrication d'une poudre magnétique présentant des caractéristiques magnétiques perfectionnées. Le matériau de meilleure qualité obtenu selon l'invention présente en effet une meilleure forme cristalline.

A cet effet l'invention concerne un procédé de préparation d'hydroxyoxyde ferrique gamma, procédé caractérisé en ce qu'il comprend les différentes étapes consistant à faire réagir les ions ferreux dans une solution alcaline pour produire une suspension d'hydroxyde ferreux, à faire passer un gaz oxydant dans cette suspension au cours d'une première étape d'oxydation se poursuivant suffisamment pour produire la formation de noyaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma, et à réduire, dans une seconde étape d'oxydation, la vitesse d'oxydation du gaz, après formation des noyaux, jusqu'à une valeur de l'ordre de $1/5^{e}$ à $1/50^{e}$ de la vitesse d'oxydation de la première étape, de manière à obtenir la croissance des cristaux sur les noyaux formés au cours de la première étape, sans augmenter sensiblement la quantité de nouveaux noyaux formés.

Suivant une autre caractéristique de l'invention, la première étape d'oxydation se poursuit jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer en solution se situe entre 0,3 et 0,48, et de préférence entre 0,35 et 0,47.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description détaillée qui suit et qui se réfère aux dessins ci-joints dans lesquels :

- la figure 1 est un graphique représentant le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer dans la suspension en cours d'oxydation, en fonction de la durée d'oxydation,

- les figures 2 à 4 sont des reproductions de microphotographies de particules cristallines obtenues par le procédé selon l'invention, et

- les figures 5 à 8 sont des reproductions de microphotographies de particules cristallines obtenues par des procédés auxquels on compare le procédé selon l'invention.

Comme indiqué ci-dessus, lorsqu'on fait la synthèse du lepidocrocite, il est classique de produire ce matériau en utilisant un produit intermédiaire connu sous le nom de rouille verte et obtenu au cours du processus d'oxydation en faisant passer un gaz oxydant dans une solution contenant l'hydroxyde. Les inventeurs de l'invention ont découvert que pendant l'oxydation de l'hydroxyde mentionée ci-dessus, par injection de gaz d'oxydation à grande vitesse et pour un état d'oxydation donné, les cristaux de rouille fins ou microscopiques de lepidocrocite, ces minocristaux de lepidocrite étant constitués de particules de taille relativement uniformes présentant une forme carrée définie avec précision. On a constaté cependant que si l'on poursuivait l'oxydation à grande vitesse au-delà de ce point, la forme du lepidocrocite se modifiait sensiblement pour prendre une forme de veine.

L'invention est basée sur un procédé permettant d'obtenir des cristaux de lepidocrocite de meilleure forme et par conséquent des poudres magnétiques présentant des caractéristiques magnétiques supérieures, en particulier en ce qui concerne la densité de flux résiduelle et la forme carrée, ces poudres étant réalisées en utilisant ces cristaux de lepidocrocite de meilleure qualité comme matériau de base.

Selon l'invention, le processus d'oxydation se fait en au moins deux étapes. Dans la première étape on utilise un gaz contenant de l'oxygène avec des vitesses d'oxydation relativement élevées, et dans la seconde étape on utilise un processus d'oxydation relativement lent. Ces processus d'oxydation rapide et lent peuvent se régler en modifiant la teneur en oxygène du gaz contenant de l'oxygène, en faisant varier la vitesse d'agitation ou autre. Selon l'invention, l'oxydation à grande vitesse présente une vitesse de réaction suffisante pour produire des noyaux de lepidocrocite tandis que l'oxydation lente ne produit pas de quantités significatives de noyaux supplémentaires, mais fournit des conditions plus favorables à la croissance convenable des cristaux sur les noyaux existants.

Dans la première étape d'oxydation, on réalise des conditions telles que les petits cristaux de rouille verte coexistent avec les petits cristaux de lepidocrocite. La progression de la réaction se règle en déterminant la quantité d'ions ferriques présents au cours de la progression de la réaction, et l'on commute du processus de réaction rapide au processus de réaction lente lorsque le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer dissoute dans la solution atteint une valeur prédéterminée. L'oxydation à grande vitesse est maintenue tant que le rapport des ions hydroxyle aux ions ferreux est inférieur à 1, et tant que le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer se situe dans la plage de 0,3 à 0,48, et de préférence dans la plage de 0,35 à 0,47.

Quand ces conditions sont atteintes, la seconde étape de réaction à faible vitesse débute avec une vitesse d'oxydation correspondant à environ $1/5^{e}$ à $1/50^{e}$ de la vitesse d'oxydation rapide de la première étape. Dans la seconde étape, on fait croître les petits cristaux de rouille verte et les petits noyaux de lepidocrocite gamma pour obtenir les cristaux plus gros du produit voulu. Ces cristaux présentent une forme centrale rectangulaire et ne font apparaître aucune forme de veine appréciable.

Quand les cristaux de semence de lepidocrocite gamma ainsi obtenus sont traités par de la rouille verte provenant d'une source séparée ne contenant pas de noyaux de lepidocrocite gamma, et quand le mélange est soumis à un troisième étage d'oxydation à faible vitesse dans les mêmes conditions que dans le second étage, on peut faire croître facilement les cristaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma voulus, dans des conditions de contrôle très faciles à réaliser.

En considérant maintenant les dessins, la courbe 1 en trait plein de la figure 1 représente le programme d'oxydation par injection de gaz selon le procédé de l'invention. A partir de l'instant de départ t_0, l'oxydation à grande vitesse s'effectue jusqu'à l'instant t_1 où les corps en suspension présentent un rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer représenté par le point P. A ce stade commence l'étape d'oxydation à faible vitesse, comme indiqué par le changement de pente de la courbe. Comme indiqué plus haut, le point P est atteint lorsque le rapport se situe dans la plage

de 0,3 à 0,48, et de préférence dans la plage de 0,35 à 0,47. Les cristaux de semence voulus sont obtenus dans la seconde étape d'oxydation à faible vitesse, où la rouille verte préparée séparément est ajoutée à la solution, à l'instant t_2 pour lequel le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer atteint la valeur Q. La troisième étape d'oxydation commence alors à une vitesse sensiblement égale à celle utilisée entre les instants t_1 et t_2.

La ligne en pointillés 1' de la figure 1 représente la progression de la réaction dans le cas d'un procédé classique selon l'art antérieur dans lequel on n'utilise pas la seconde étape d'oxydation lente selon l'invention.

Les exemples particuliers ci-après de réalisation de l'invention, sont donnés dans le but de rendre sa compréhension plus claire.

EXEMPLE 1

Un mélangeur homogène d'un volume de 10 litres est rempli de 973,7 grammes de $Fe\ Cl_2 . 4\ H_2O$; 196 grammes de Na OH et 7 litres d'eau désionisée. Le mélange est agité de façon que la pale du mélangeur tourne à une vitesse d'environ 10.000 tours/minute. Ensuite un mélange d'environ 50 % d'oxygène et 50 % d'azote est ajouté dans le mélangeur, avec un débit d'environ 25 litres/minute, pour obtenir une oxydation à vitesse rapide pendant 5 minutes et 25 secondes à une température initiale de 30° C. Ce mélange passe à 100 % d'azote pour stopper l'oxydation. A ce moment le rapport des ions ferriques à la quantité de fer en solution est de 0,47. Le mélange ou la suspension sont alors transférés dans un agitateur à ventilation de type circulaire, et un mélange de gaz contenant 10 % d'oxygène et 90 % d'azote, est envoyé dans cet agitateur avec un débit de 15 litres/minute. Ces conditions d'oxydation à faible vitesse sont maintenues à une température de 30° C pendant que l'hélice de l'agitateur tourne à une vitesse de 1050 tours/minute. Le précipité ainsi obtenu ne contient essentiellement que de l'hydrpxyoxyde ferrique gamma, comme cela a pu être confirmé par un test de diffraction des rayons X.

La figure 2 est une reproduction d'une microphotographie de l'hydroxyoxyde ferrique gamma grossi 30.000 fois, montrant que les cristaux obtenus sont uniformes et présentent une forme sensiblement rectangulaire de très belle

apparence.

EXEMPLE 2

Dans un mélangeur homogène de 10 litres de volume on introduit 973,7 grammes de $Fe\ Cl_2 . 4\ H_2O$; 196 grammes de Na OH ; et 7 litres d'eau. Le mélange est agité dans des conditions telles que la vitesse de rotation de la pale du mélangeur soit de 10.000 tours/minute. On introduit ensuite un mélange de gaz contenant 50 % d'oxygène et 50 % d'azote, avec un débit de 25 litres/minute, pour obtenir une oxydation à grande vitesse à 30° C. Au bout de 3 minutes on remplace le mélange de gaz par un gaz constitué de 100 % d'azote pour stopper l'oxydation. A ce moment le rapport des ions ferriques à la quantité de fer contenue dans la solution est de 0,336. Le mélange ou l'émulsion sont alors transférés dans un agitateur à ventilation de type circulaire, dans lequel on ajoute un mélange de gaz contenant 10 % d'oxygène et 90 % d'azote avec un débit de 15 litres/minute. L'oxydation à faible vitesse se fait à une température de 30° C pendant que l'hélice de l'agitateur tourne à une vitesse de 1.050 tours/minute.

La figure 3 est une reproduction d'une microphotographie des particules ainsi obtenues, avec un grossissement de 30.000 fois.

EXEMPLE 3

La suspension d'hydroxyoxyde ferrique gamma obtenue dans l'exemple 1 est placée dans une atmosphère de 100 % d'azote gazeux et évacuée du récipient de traitement. On verse ensuite dans le récipient deux litres d'une solution contenant de la rouille verte préparée séparément, et l'on agite le mélange . Cette solution contenant de la rouille verte est préparée par légère oxydation de l'émulsion obtenue dans l'exemple 1.

L'oxydation consiste à faire passer un mélange de gaz contenant 50 % d'oxygène et 50 % d'azote, avec un débit de 25 litres/minute pendant 1 minute, dans la solution, à une température de 30° C, après quoi ce mélange de gaz est remplacé par 100 % d'azote. On obtient ainsi une solution contenant de la rouille verte mais ne contenant pas de cristaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma. Le rapport des ions ferriques à la quantité de fer du mélange est de 35,5 %. On introduit ensuite dans la suspension un mélange de gaz conte-

nant 10 % d'oxygène et 90 % d'azote, avec un débit de 15 litres/minute, et la réaction se fait pendant 2 heures à une température de 30° C, l'hélice de l'agitateur tournant à une vitesse de 1.050 tours/minute. Les cristaux obtenus de cette façon sont analogues à ceux de l'exemple 1 mais leur taille est beaucoup plus grande. La figure 4 est une reproduction d'une microphotographie de ces cristaux grossis 30.000 fois.

Les matériaux obtenus selon l'invention sont comparés ci-après avec ceux obtenus par d'autres types de procédés classiques, comme indiqué dans les exemples qui suivent

Exemple comparatif 1

Un mélangeur est rempli de 79,52 grammes de $FeCl_2.4H_2O$ et 16,0 grammes de NaOH dissous dans 800 ml d'eau désionisée. Ce mélange est soumis à une réaction d'oxydation par apport d'air à un débit de 7 litres/minute dans le mélangeur à 25° C. Le précipité obtenu à ce moment est constitué par des cristaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma présentant une apparence veinée. La nature de ces cristaux se détermine par un test de diffraction des rayons X. La figure 5 est une reproduction d'une microphotographie de ces cristaux grossis 30.000 fois.

Exemple comparatif 2

On réalise un mélange ou suspension de 311, 84 grammes de rouille verte préparée séparément, dans 500 ml d'un liquide de dispersion contenant 0,18053 gramme/20 ml de cristaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma obtenus selon l'exemple comparatif 1. Le mélange ou suspension est ensuite agité en présence d'azote, puis on y ajoute un mélange de gaz contenant 2,5 % d'oxygène et 97,5 % d'azote, ce mélange étant introduit à raison de 5 litres/minutes à 30° C, dans un flacon séparable, et la vitesse de rotation de l'hélice de mélange étant de 352 tours/minute. Le précipité ainsi obtenu est constitué de 100 % d'hydroxyoxyde ferrique gamma. La figure 6 est une reproduction d'une microphotographie des particules de cristaux obtenus, avec un grossissement de 30.000 fois.

L'hydroxyoxyde ferrique gamma des exemples 1, 2 et 3, ainsi que celui des exemples comparatifs 1 et 2 est ensuite soumis à une oxydation pour former des poudres magnétiques Fe_2O_3 gamma repérées respectivement par les numéros d'échantillons 1 à 5.

Les caractéristiques magnétiques constituées par le champ coercitif Hc, le facteur de magnétisation σ_s et le rapport de forme carrée R_s, des poudres magnétiques ci-dessus, sont portées dans le tableau 1 ci-dessous.

TABLEAU 1

EChantillon n°	H_c (Oe)	σ_s (emu/g)	R_s
1	330	70,1	0,42
2	362	70,5	0,51
3	392	73,5	0,48
4	144	57,4	0,344
5	240	62,3	0,46

Comme celà apparaît à l'évidence sur le Tableau 1, les poudres magnétiques correspondant aux exemples selon l'invention utilisant deux étapes d'oxydation, présentent des caractéristiques magnétiques bien meilleures que celles des poudres des exemples comparatifs obtenues par simple oxydation par injection de gaz à fort débit.

De plus, la poudre magnétique utilisant comme matériau de base le lepidocrocite de meilleure qualité obtenu selon l'invention, peut s'utiliser pour former une couche magnétique pour milieu d'enregistrement magnétique. Le procédé utilisé est décrit dans l'exemple 4 ci-après.

EXEMPLE 4

On prépare une peinture magnétique présentant la composition en poids suivante :

400 parties de Fe_2O_3 gamma (échantillon n° 3) combinées à 100 parties d'un copolymère de chlorure de polyvinyle-acetate de polyvinyle-alcool de polyvinyle (VAGH), 12 parties de lecithin servant d'agent de dispersion, et 1.250 parties d'un solvant constitué par un mélange dans le rapport 1/1 de methyl-ethyl-ketone et de cyclohexanone.

La peinture magnétique ainsi obtenue sert à enduire un film de terphtalate de polyéthylène pour former un support d'enregistrement magnétique. Le champ coercitif, la densité de flux magnétique résiduelle et le rapport de forme carrée que l'on mesure, sont portés dans le Tableau 2 ci-après.

A titre de comparaison, on porte également dans le Tableau 2 les résultats obtenus sur un support

d'enregistrement magnétique utilisant comme matériau de base l'hydroxyoxyde ferrique gamma obtenu selon l'exemple comparatif 2.

TABLEAU 2

	H_c (Oe)	Br (Gauss)	R_s
Exemple 4	370	1310	0,88
Exemple comparatif 2	230	1050	0,77

Il apparaît clairement sur ce tableau 2 que le support d'enregistrement magnétique utilisant les matériaux obtenus selon l'invention, présentent des caractéristiques magnétiques supérieures.

L'invention peut encore s'utiliser pour préparer les matériaux de base servant à la fabrication de poudres dites d'alliages magnétiques.

EXEMPLE 5

L'hydroxyoxyde ferrique gamma obtenu selon l'exemple 1, est dispersé en 3 heures dans 1,5 litres d'eau, et l'on ajoute à la suspension des solutions de chlorure de cobalt et de sulfate de chrome aqueux, en quantités telles que le rapport atomique du cobalt à la somme du fer et du cobalt soit de 15 % en poids atomiques, le rapport atomique du chrome à la somme du fer et du cobalt étant de 0,5 % en poids atomiques La suspension est ensuite dispersée par un agitateur pendant 1 heure. On ajoute ensuite à la suspension 15,4 moles/litres d'eau d'ammoniaque que l'on disperse pendant 1 heures pour obtenir le dépôt d'hydroxydes de cobalt et de chrome sur la surface de l'hydroxyoxyde ferrique gamma. A la fin de la réaction d'absorption, les particules sont rincées à l'eau, séchées dans des fours séparés, déshydratées, et recuites pour en éliminer les pores par un traitement thermique à 700° C pendant 2 heures.

Les matériaux obtenus sont alors désoxydés à l'air pour donner de l'oxyde ferrique alpha, puis réduits en présence d'hydrogène à 450° C pendant 3 heures pour donner des poudres d'alliages magnétiques. Ces poudres magnétiques sont immergées dans le toluène, retirées de ce toluène, puis séchées à la température ambiante. Les poudres magnétiques ainsi obtenues présentent un champ coercitif de 1.260 Ce, un coefficient de magnétisation de 166 nem/g, un rapport de forme carrée de 50 %, et un rapport de superficie de surface de 57,8 m^2/g.

Comme décrit ci-dessus, la première étape d'oxydation à grande vitesse se poursuit jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques au fer en solution atteigne 0,3 à 0,48. Si ce rapport était inférieur à 0,3, les cristaux obtenus à l'issue de la seconde étape d'oxydation deviendraient trop gros et paraîtraient mal formés, si ce rapport était supérieur à 0,48 la forme des cristaux se détériorerait.

Les figures 7 et 8 sont des reproductions de microphotographies de cristaux grossis 30.000 fois et correspondant respectivement à un rapport inférieur à 0,3 et à un rapport supérieur à 0,48. Il apparaît à l'évidence sur ces figures que les formes des cristaux se sont détériorées.

Comme décrit ci-dessus, l'invention permet d'obtenir des cristaux de lepidocrocite de bien meilleure qualité présentant une forme carrée sans veines ni branches. Lorsqu'on réalise une poudre ou une peinture magnétiques à partir de ces matériaux de meilleure qualité, on améliore considérablement les propriétés de dispersion et les caractéristiques magnétiques des produits obtenus.

De nombreuses modifications et variantes peuvent bien entendu être apportées aux formes préférées de réalisation décrites ci-dessus, sans sortir du cadre de l'invention, comme celà apparaîtra à l'évidence aux spécialistes de la question.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de préparation d'hydroxyoxyde ferrique gamma, procédé caractérisé en ce qu'il comprend les différentes étapes consistant à faire réagir les ions ferreux dans une solution alcaline pour produire une suspension d'hydroxyde ferreux, à faire passer un gaz oxydant dans cette suspension au cours d'une première étape d'oxydation (t_o à t_1) se poursuivant suffisamment pour produire la formation de noyaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma, et à réduire, dans une seconde étape d'oxydation (t_1 à t_2), la vitesse d'oxydation du gaz, après formation des noyaux, jusqu'à une valeur de l'ordre de $1/5^e$ à $1/50^e$ de la vitesse d'oxydation de la première étape, de manière à obtenir la croissance des cristaux sur les noyaux formés au cours de la première étape, sans augmenter sensiblement la quantité de nouveaux noyaux formés.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première étape d'oxydation se poursuit jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer en solution se situe entre 0,3 et 0,48.

3.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la première étape d'oxydation se poursuit jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques à la quantité totale de fer en solution se situe entre 0,35 et 0,47.

4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes supplémentaires consistant à ajouter une solution contenant de la rouille verte, aux cristaux se formant au cours de la seconde étape d'oxydation, et à poursuivre l'oxydation à vitesse réduite.

5.- Procédé de préparation d'hydroxyoxyde ferrique gamma, selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel une suspension alcaline d'hydroxyde ferreux est oxydée par un courant de gaz contenant de l'oxygène, procédé caractérisé en ce qu'il comprend les différentes étapes consistant à effectuer l'oxydation à vitesse relativement élevée jusqu'à ce que des noyaux d'hydroxyoxyde ferrique gamma se forment dans le milieu de réaction, à réduire fortement la vitesse d'oxydation après la formation des noyaux mais avant la croissance de ces noyaux en cristaux sous forme de veines,

et à poursuivre l'oxydation à vitesse réduite pour obtenir, à partir des noyaux, des cristaux relativement rectangulaires.

6.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape consistant à poursuivre l'oxydation à relativement grande vitesse jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques au fer dissous dans le milieu de réaction se situe entre 0,3 et 0,48.

7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 et 6, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape consistant à poursuivre l'oxydation à relativement grande vitesse jusqu'à ce que le rapport des ions ferriques au fer dissous dans le milieu de réaction se situe entre 0,35 et 0,47.

8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape consistant à réduire la vitesse d'oxydation en diminuant la proportion d'oxygène dans le gaz contenant de l'oxygène.

9.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape consistant à réduire la vitesse d'oxydation en diminuant à la fois la proportion d'oxygène dans le gaz contenant de l'oxygène, et le débit de ce gaz contenant de l'oxygène, dans la suspension.

FIG. 1

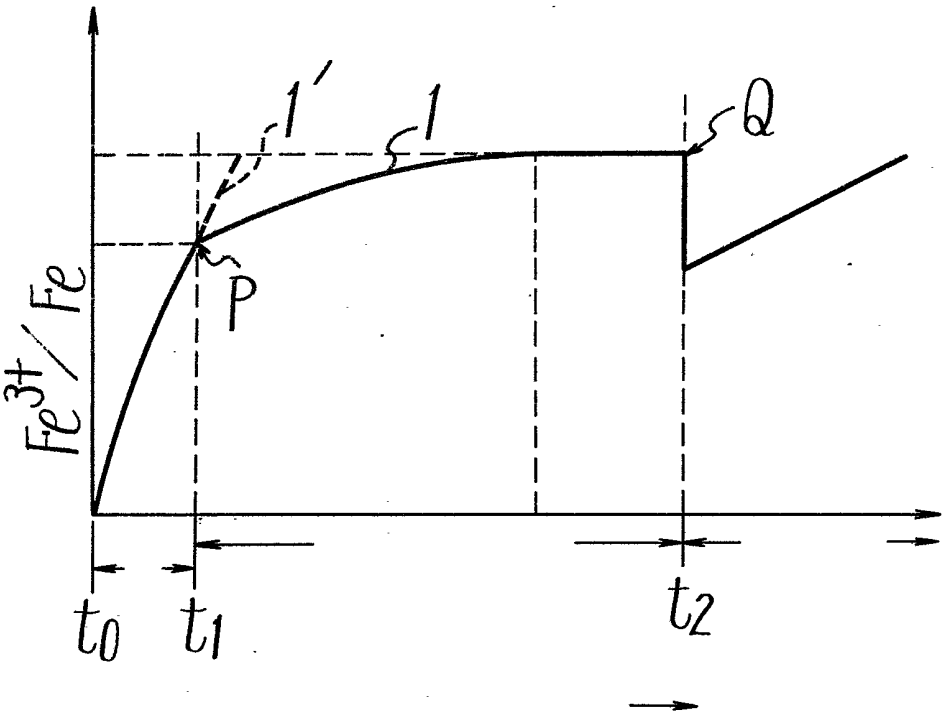


FIG. 2

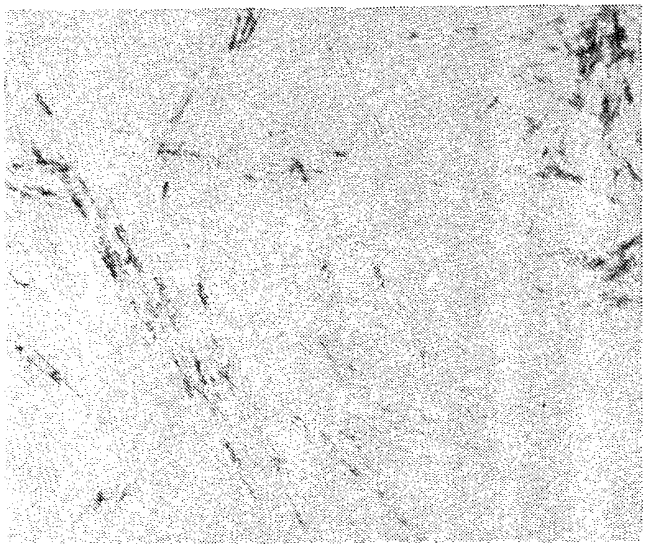


FIG. 3

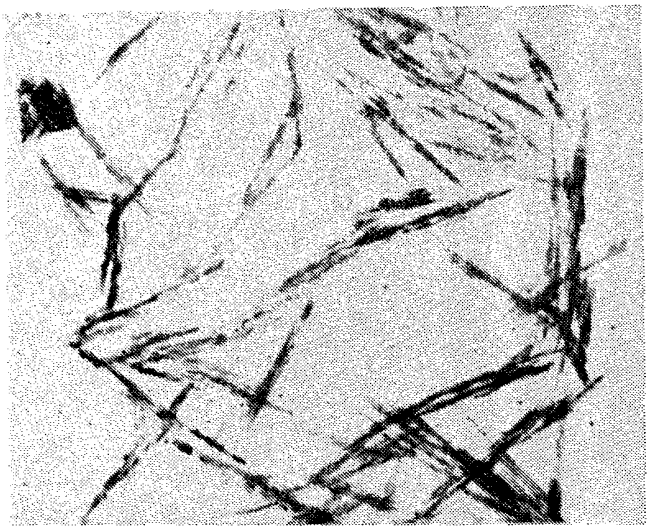


FIG. 4

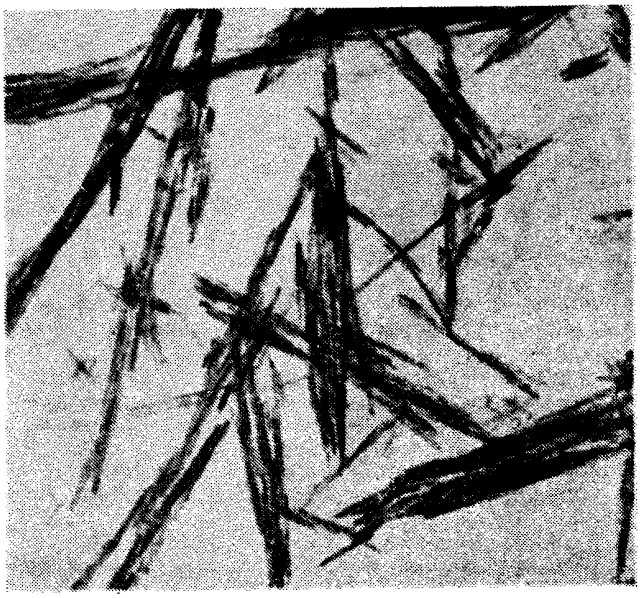


FIG. 5

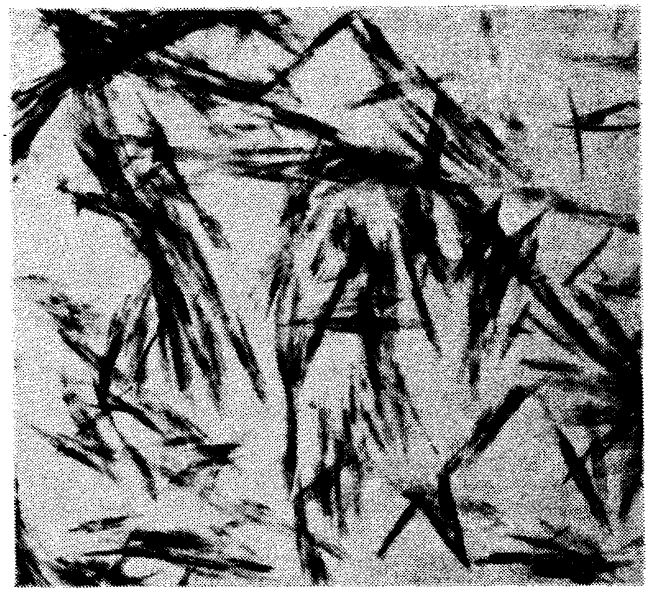


FIG. 6

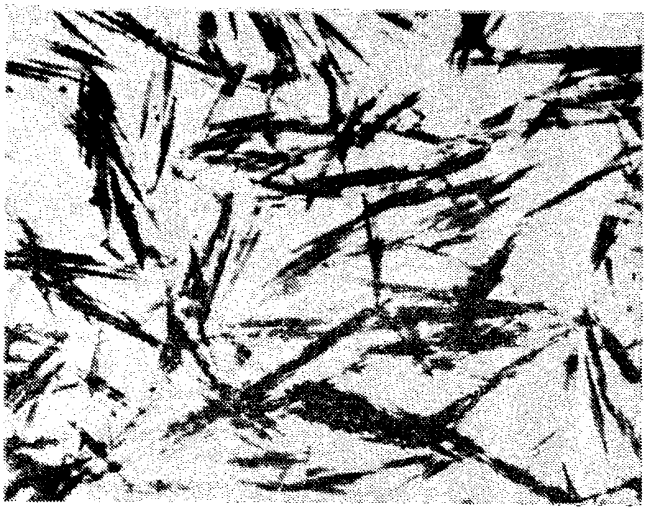


FIG. 7

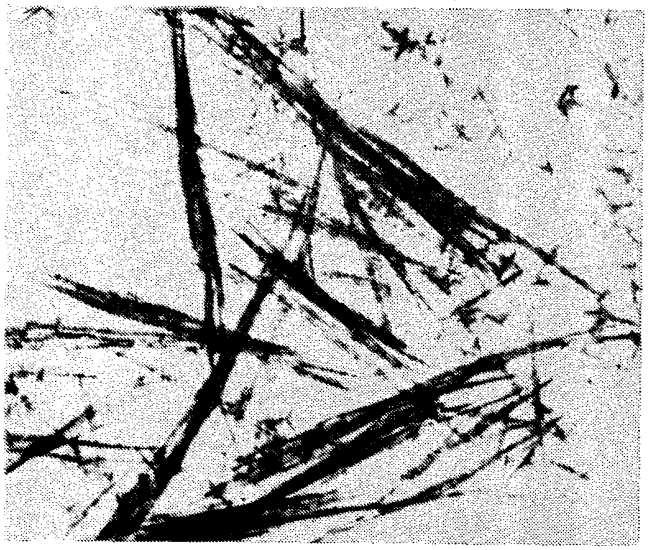


FIG. 8

