

Warszawa, dnia 30 maja 1952 r.

C 019 49/02



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34471

Alfons Krause
(Poznań, Polska)

Kl. 12 n, 2

12 m, 49/02

Sposób otrzymywania wodorotlenku żelaza w postaci γ -wodorotlenku żelazowego

Udzielono z mocą od dnia 20 lutego 1950 r.

Spośród tlenków żelaza mogących mieć duże zastosowanie w technice, zwłaszcza w radio- i elektrotechnice, np. do wytwarzania lekkich rdzeni elektromagnesów, wyróżnia się γ -tlenek żelazowy (γ - Fe_2O_3), który jest bardzo silnie ferromagnetyczny. Otrzymuje się go z γ -wodorotlenku żelazowego przez odwodnienie w temperaturze około 250° — 300°C.

γ -wodorotlenek żelazowy (γ - FeOOH) o barwie żółto-pomarańczowej powstaje przez utlenienie żeluz wodorotlenku żelazowego na powietrzu przy przestrzeganiu pewnych warunków, jak szybkości utleniania, odpowiedniej temperatury oraz odpowiedniego stężenia jonów wodorowych (A. Krause, Z. anorg. allg. Chemie 174 (1928) str. 145). Sposób ten jest jednak dość uciążliwy i pozwala otrzymywać tylko małe ilości gotowego produktu, pomijając już fakt, że gdy nie stosuje się ściśle wspomnianych warunków, to może powstać w wyniku utlenienia żółty getyt (α - $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), który na skutek odwodnienia tworzy α - Fe_2O_3 nie wykazujący już żadnych właściwości ferromagnetycznych, albo też czarny żelazin żelazawy.

Inne sposoby otrzymywania γ -wodorotlenku żelazowego podane w literaturze starają się nadać wodorotlenkowi żelazawemu właściwy kierunek utleniania przez dodatek substancji obcych, które jednak mogą spowodować zanieczyszczenia powstałego γ -wodorotlenku żelazowego, ponadto podrażają cały proces. I tak według A. Krausego, Z. Ernsta i T. Grześkowiaka (Z. anorg. all. Chemie 234 (1937) str. 51) pewna domieszka wodorotlenku ołowianego w wodorotlenku żelazawym wpływa wyraźnie na utlenienie w kierunku otrzymania γ -wodorotlenku (γ - FeOOH). Podobnie działa domieszka związków aminowych, np. sześciometylenoczteroaminy itd. (patent niemiecki nr 704295), lub też domieszka pirydyny jak również NaN_3 (O. Baudisch i W. H. Albrecht, J. Amer. Chem. Soc. 54 (1932) str. 943; O. Baudisch Biochem. Zeitschr. 258 (1933) str. 69).

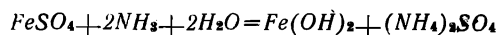
W wyniku długoletnich doświadczeń nad utlenianiem wodorotlenku żelazowego została opracowana prosta i łatwa metoda otrzymywania γ -wodorotlenku żelazowego o wzorze γ - FeOOH bez domieszek. Stwierdzono, że do utleniania nie

podaje się żel wodorotlenku żelazawego, lecz zawiesina jego w środowisku wodnym. Utlenienie można przeprowadzić przepuszczając silny strumień powietrza lub tlenu przez warstwę wodną zawierającą zawiesinę wodorotlenku żelazawego.

Przy wytrącaniu wodorotlenku żelazawego $Fe(OH)_2$ i następnym jego utlenianiu do γ - $FeOOH$ należy przestrzegać odpowiedniej temperatury, która powinna wynosić $20^\circ C$, gdyż poniżej $10^\circ C$ szybkość utleniania maleje niekorzystnie, a powyżej $30^\circ C$ może łatwo powstać bezwartościowy czarny żelazyn żelazawy.

Doskonałe wyniki otrzymuje się, gdy potrzebny do utleniania wodorotlenek żelazawy wytrąca się stechiometrycznie w stężeniu około 10 g $Fe(OH)_2$ na litr. Podczas wytrącania i utleniania należy unikać środowiska zasadowego, gdyż mógłby powstać getyt lub żelazyn żelazawy.

Przykład. W 3 l wody destylowanej rozpuszcza się w temperaturze pokojowej 90 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ i zadaje stężonym roztworem amoniaku lub ługu sodowego w ilości ściśle stechiometrycznej w myśl równania:



Wytrąca się zielony osad wodorotlenku żelazawego, który po dokładnym wymieszaniu wraz z całą mieszaniną reagującą poddaje się działaniu silnego strumienia powietrza w temperaturze pokojo-

wej w ciągu 2 godzin, na skutek czego powstaje żółto-pomarańczowy γ -wodorotlenek żelazowy (γ - $FeOOH$).

Tak otrzymany γ -wodorotlenek żelazowy po odsączeniu, myciu i wysuszeniu odwadnia się w temperaturze $250^\circ - 300^\circ C$, przez co otrzymuje się silnie ferromagnetyczny γ -tlenek żelazowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania wodorotlenku żelaza w postaci γ -wodorotlenku żelazawego, znamienny tym, że wytrącony w środowisku obojętnym wodorotlenek żelazawy poddaje się w postaci zawiesiny w środowisku wodnym utlenianiu za pomocą powietrza lub tlenu.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że przez warstwę wodną zawierającą zawiesinę wodorotlenku żelazawego przeprowadza się silny strumień powietrza lub tlenu w temperaturze $10^\circ - 30^\circ C$.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że potrzebny do utleniania wodorotlenek żelazawy wytrąca się stechiometrycznie przy zachowaniu odczynu obojętnego, najlepiej w stężeniu około 10 g wodorotlenku żelazawego na 1 litr.

Alfons Krause

Zastępca: mgr Andrzej Au
rzecznik patentowy