

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

59825

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 n, 49/02

Zgłoszono: 29.I.1966 (P 112 701)

Pierwszeństwo: 04.II.1965 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

MKP C 01 g

49/02

Opublikowano: 28.II.1970

UKD 661.872.2+
+ 661.872.22

Właściciel patentu: VEB Filmfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób stabilizacji α -FeO(OH) służącego do wytwarzania γ -Fe₂O₃

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób stabilizowania α -FeO(OH), służącego do wytwarzania γ -Fe₂O₃, który jest szczególnie przydatny jako surowiec wyjściowy do produkcji nośników magnetogramów.

Rozwój sposobów magnetycznego magazynowania sygnałów w różnych dziedzinach zastosowania spowodował konieczność wytwarzania formantropowego γ -Fe₂O₃. Jego iglaste cząstki powinny mieć przy tym możliwie jednolitą wielkość, zwłaszcza stały stosunek długości do średnicy oraz 5 pewną ustaloną orientację.

γ -Fe₂O₃ jest termodynamicznie nietrwałym tlenkiem trójwartościowego żelaza, dlatego dotąd nie udało się drogą bezpośredniego wytwarzania uzyskać tlenku o wymaganych właściwościach elektroakustycznych. Konieczne jest dlatego zastosowanie drogi okrężnej, np. poprzez igielkową postać α -FeO(OH). α -FeO(OH) poddaje się wówczas odwodnieniu w temperaturze 250°—300°C do α -Fe₂O₃ i redukuje się do Fe₃O₄ wodorem lub innymi ga- 10 zami redukującymi w temperaturze 300°—400°C.

Wiadomo, że igielkowate kryształy tlenku żelaza zmieniają swą postać w wyższych temperaturach. W celu uniknięcia zmiany ich postaci należy w poszczególnych etapach procesu wytwarzania ściśle zachowywać górne temperatury graniczne. Wymaga to znacznych nakładów technicznych i starannej kontroli. Jeśli jednak proces przebiega w temperaturach leżących znacznie poniżej 15 20 25 30

2 tych temperatur granicznych, czas reakcji ulega niekorzystnemu przedłużeniu. Np. górna temperatura graniczna procesu redukcji wynosi około 400°C. Z wymienionych powodów pożądane jest jednak prowadzenie redukcji w temperaturze powyżej 400°C, aby uniknąć niekorzystnego wpływu na zdolność orientacji cząstek tlenku w polu magnetycznym.

Celem wynalazku jest znalezienie sposobu, który 5 pozwoliłby zmniejszyć niezbędne dotychczas nakłady techniczne w procesie wytwarzania γ -Fe₂O₃ oraz zmniejszyć niebezpieczeństwo niepożądanego przemiany krystalicznej postaci dających się magnesować tlenków żelaza.

15 Zadaniem wynalazku jest ustabilizowanie igielkowatego α -FeO(OH) w taki sposób, aby igielkowata postać kryształów została zachowana podczas następnych etapów procesu wytwarzania również w temperaturze wyższej od temperatur granicznych.

20 Cel ten osiąga się według wynalazku w ten sposób, że α -FeO(OH) traktuje się roztworami soli glinu, tytanu, cyrkonu lub krzemianów metali alkalicznych, przy czym wartość pH tych roztworów 25 nastawia się na wartość, odpowiadającą początkowi hydrolizy tych soli. Szczególnie korzystne okazało się stosowanie wymienionych związków w postaci roztworów o stężeniu 1—5%.

30 Ilość stosowanych związków w odniesieniu do

ilości α -FeO(OH) są różne i zależą od wielkości jego powierzchni. Na ogół stosuje się tyle roz-
tworu stabilizatora, aby na cząstkach α -FeO(OH)
powstała warstwa monomolekularna.

Wartości pH, przy których rozpoczyna się hy-
droliza stosowanych soli, są znane i wynoszą dla
szkła wodnego około 8,5—11,2, dla soli cyrkonu
1,1—3,5, dla soli glinu 3,1—4,5 lub 8,0—11,4, a dla
soli tytanu około 1,1—3,8.

Przez obróbkę α -FeO(OH) sposobem według wy-
nalazku uzyskuje się nieoczekiwanie znaczną sta-
bilizację postaci igielkowej cząstek tlenku żelaza.
Dzięki tej stabilizacji możliwe jest następne pro-
wadzenie procesów odwodnienia, redukcji i utle-
nienia w wyższej temperaturze i w większym
przedziale temperatur w taki sposób, że pierwotna
postać cząstek zostaje optymalnie zachowana.
Dzięki temu można uprościć urządzenia technicz-
ne i zwiększyć ich moc przerobową.

Przykład I. Wilgotną pozostałość po sączeniu,
zawierającą 250 kg α -FeO(OH), zadano 500 l 3%
wodnego roztworu Na_2SiO_3 przy wartości pH 11,15,
osad oddzielono możliwie dokładnie od przylega-
jącego roztworu i przemyto za pomocą 600 l wody
do obojętnego odczynu przesącza. Zawartość SiO_2
w suchym produkcie końcowym wzrosła przy tym

o 0,8%. Po wysuszeniu i odwodnieniu do α -Fe₂O₃
nastąpiła redukcja do Fe₃O₄ w atmosferze wil-
gotnego wodoru w temperaturze 330°—430°C.
Utlenienie do γ -Fe₂O₃ przeprowadzono gorącym
powietrzem w temperaturze 320°—450°C. Zewnę-
trzną postać igielkowatych cząstek o długości
około 1 μm podczas tych etapów procesu nie
uległa zmianie.

Przykład II. Wilgotną pozostałość po sącze-
niu, zawierającą 250 kg α -FeO(OH) zadano 350 l
5% roztworu chlorku cyrkonohydroksoniowego,
a następnie wartość pH roztworu nastawiono na
3,0—3,5. Podczas dalszej obróbki otrzymanego w
ten sposób produktu, jak opisano w przykładzie I,
tlenki żelaza zachowały swą igielkową postać.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób stabilizowania α -FeO(OH) służącego
do wytwarzania γ -Fe₂O₃, **znamienny tym**, że
 α -FeO(OH) zadaje się roztworami soli glinu,
titanu albo cyrkonu lub krzemianów metali
alkalicznych, przy czym wartość pH roztworów
nastawia się na wartość odpowiadającą po-
czątkowi hydrolizy tych soli.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że
stosuje się roztwory o stężeniu 1—5%.