

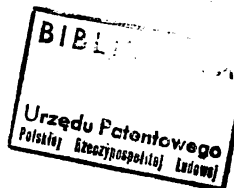


Patent dodatkowy do patentu: _____

Zgłoszono: 04. I. 1964 (P 103 388)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 8. I. 1966



Kl. 12n, 49/06

MKP C 01 g

UKD
661.872.22/.26

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jędrzej Jaworski, Roman Kubasiewicz, mgr inż. Stefan Makolągwa

Właściciel patentu: Zakład Materiałów Magnetycznych „Polfer”, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania tlenku żelazowego w postaci magnetycznej lub niemagnetycznej

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania tlenku żelazowego w postaci magnetycznej lub niemagnetycznej, zwłaszcza stosowanego w przemyśle ferrytowym oraz do taśm magnetofonowych i lakierów magnetycznych, na drodze utleniania związków elektrochemicznie rozpuszczonego żelaza w roztworach soli amonowych i dehydratacji uzyskanego produktu.

Dotychczasowe metody otrzymywania gamma trójtlenku żelazowego zwłaszcza do taśm magnetofonowych i lakierów magnetycznych polegające na rozkładzie termicznym szczawianu żelazowego w zakresie temperatur od 300°C do 400°C lub utlenianiu magnetytu otrzymywanego przez redukcję wodorem alfa trójtlenku żelazowego czy utlenianie soli żelaza dwuwartościowego w roztworze alkalicznym są drogie i technologicznie kłopotliwe.

Dotychczasowe sposoby otrzymywania alfa trójtlenku żelazowego do wytwarzania ferrytów o wysokich charakterystykach technicznych — przez termiczny rozkład siarczanu żelazowego w zakresie temperatur od 800°C do 1100°C czy szczawianu żelazowego w zakresie temperatur od 400°C do 1000°C są również drogie i w przypadku metody siarczanowej kłopotliwe. Wytwarzanie tlenku żelaza metodą elektrochemiczną w elektrolitach chlorków potasowców daje produkt niejednorodny chemicznie i powoduje konieczność wielokrotnego przemywania otrzymanego tlenku żelaza w celu usunięcia potasowców, resztki których ułat-

2

niają się z produktu dopiero przy temperaturach prażenia wyższych od 1300°C.

Sposób wytwarzania gamma trójtlenku żelazowego i alfa trójtlenku żelazowego według wynalazku jest bardzo tani i pozwala na uniknięcie wyżej wymienionych trudności. Wytwarzanie uwodnionego gamma trójtlenku żelazowego polega na elektrochemicznym rozpuszczaniu w elektrolizerze metalicznego żelaza i wytrącaniu jego hydratów przy zastosowaniu jako elektrolitów roztworów soli amonowych o stężeniu nie większym niż 10%, z dodatkiem lub bez dodatku amoniaku, najkorzystniej w 0,3—5%-wych roztworach wodnych chlorku amonu z 0—0,2%-wym dodatkiem amoniaku.

Proces prowadzi się przy pH wyższym od 5 przy wyjściowej, geometrycznej gęstości anodowej prądu rozpuszczania żelaza 10^{-4} do 10^0 A/cm², stosując mieszanie elektrolitu i ciągłe lub okresowe odbieranie produktu z elektrolizera. Otrzymany produkt przemywa się w celu usunięcia elektrolitu, dekantuje i suszy w suszarkach komorowych lub rozpyłowych. Resztki soli elektrolitów amonowych ulatniają się z produktu poniżej temperatury 550°C; chlorek amonu poniżej 350°C.

Gamma trójtlenek żelazowy otrzymuje się dehydratyzując odprowadzony z elektrolizera wilgotny uwodniony trójtlenek żelazowy lub wysuszony uwodniony gamma trójtlenek żelazowy w temperaturach niższych od 250°C. Uwodniony gamma

trójtlenek żelazowy otrzymuje się susząc przemity i zdekantowany odprowadzony z elektrolizera wilgotny uwodniony gamma trójtlenek żelazowy w temperaturach niższych od 180°C.

Alfa trójtlenek żelazowy otrzymuje się prażąc odprowadzony z elektrolizera wilgotny uwodniony gamma trójtlenek żelazowy lub wysuszony uwodniony gamma trójtlenek żelazowy lub gamma trójtlenek żelazowy po dehydratacji w temperaturach wyższych od 300°C.

Przykład I. W elektrolizerze winidurkowym o pojemności 120 litrów z denną perforowaną płytą prowadzono proces elektrochemicznego rozpuszczania płyt 600×300×10 mm żelaza ARMCO E w ciągu 48 godzin. Warunki procesu: elektrolit — 0,15 normalny roztwór wodny chlorku amonu; temperatura elektrolitu — 40°C; wyjściowa, obliczona z wymiarów geometrycznych anodowa gęstość prądu — 0,1 A/cm²; katodowa gęstość prądu — 0,03 A/cm²; mieszanie — 3 litry tlenu na godzinę na litr elektrolitu; pH elektrolitu w trakcie procesu — 7 ± 1; prąd sumaryczny — 300 A; napięcie — 13 ± 1 V.

Proces automatycznie termostatowano wodą komunalną płynącą przez chłodnice zanurzone w elektrolizerze. Produkt razem z elektrolitem odbierano w sposób ciągły do szeregowo, w stosunku do elektrolizera, ustawionego osadnika, z którego klarowny elektrolit wracał przelewem do elektrolizera.

Przykład II. Gamma uwodniony trójtlenek żelazowy otrzymany według warunków podanych w przykładzie I wyprażono statycznie w temperaturze 600°C w ciągu 1 godziny. Analiza chemiczna i fazowa wykazała w produkcie obecność około 100% alfa trójtlenku żelazowego. Z przedstawionych porównawczo w poniższej tablicy danych analizy chemicznej wynika, iż alfa trójtlenek żelazowy otrzymany według wynalazku zawiera mniej zanieczyszczeń niż alfa trójtlenek żelazowy otrzymany metodą szczawianową.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania tlenku żelazowego w postaci magnetycznej lub niemagnetycznej, zwłaszcza stosowanego w przemyśle ferrytowym oraz do taśm magnetofonowych i lakierów magnetycznych, przez elektrochemiczne rozpuszczanie żelaza, wytrącanie uwodnionych tlenków, suszenie ich i prażenie, **znamiennie tym**, że proces rozpuszczania żelaza prowadzi się w roztworach wodnych soli amonowych o stężeniu nie większym niż 10%, z dodatkiem, lub bez dodatku amoniaku, najkorzystniej w 0,3–5%-wych roztworach wodnych chlorku amonu z 0–0,2%-wym dodatkiem amoniaku, przy wyjściowych gęstościach anodowego prądu rozpuszczania od 10⁻⁴ do 10⁰ A/cm², przy czym two-

Rodzaj tlenku	Zawartość składnika podstawowego % wagowe	Zawartość zanieczyszczeń						Powierzchnia właściwa m ² /g
		Mg	Cu	Co	Zn	Si	Ca	
alfa trójtlenek żelazowy otrzymany sposobem według wynalazku, prażony w temperaturze 600°C	99,9	0,001	0,009	0,004	0,003	0,002	0,01	12,7
alfa trójtlenek żelazowy otrzymany przez rozkład szczawianu żelazowego w temperaturze 600°C	99,8	0,016	0,007	0,004	0,068	0,006	0,02	11,0

Po zakończeniu procesu zlano elektrolit znad zdekantowanego w osadniku osadu. Produkt przemity dziesięciokrotną ilością wody destylowanej i wysuszono w temperaturze 105°C. Analiza chemiczna i fazowa wykazały w nim obecność około 100% gamma uwodnionego trójtlenku żelazowego. Po wyprażeniu takiego produktu w piecu komorowym w temperaturze 230°C przez 1 godzinę, analiza chemiczna i fazowa wykazały w nim obecność około 100% gamma trójtlenku żelazowego.

rzące się uwodnione tlenki odprowadza się z elektrolizera w sposób ciągły, lub okresowy, a następnie suszy otrzymując gamma uwodniony trójtlenek żelazowy, lub dehydratyzuje w podwyższonej temperaturze i ewentualnie praży otrzymując gamma trójtlenek żelazowy lub alfa trójtlenek żelazowy.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w przypadku otrzymywania uwodnionego gam-

ma trójtlenku żelazowego odprowadzany z elektrolizera wilgotny uwodniony gamma trójtlenek żelazowy suszy się w temperaturze nie wyższej od 180°C.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w przypadku otrzymywania magnetycznego gamma trójtlenku żelazowego, odprowadzony z elektrolizera wilgotny uwodniony gamma trójtlenek żelazowy lub wysuszony uwodniony

5

10

gamma trójtlenek żelazowy dehydratyzuje się w temperaturze nie wyższej od 250°C.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w przypadku otrzymywania niemagnetycznego alfa trójtlenku żelazowego, odprowadzony z elektrolizera wilgotny uwodniony gamma trójtlenek żelazowy lub wysuszony uwodniony gamma trójtlenek żelazowy lub gamma trójtlenek żelazowy po dehydratacji praży się w temperaturze wyższej od 300°C.