



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 649

(11) (B1)  
(13)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

C 01 G 49/08

(22) Přihlášeno 08 07 88  
(21) PV 4958-88.L

(40) Zveřejněno 11 04 89  
(45) Vydáno 15 12 89

(75)  
Autor vynálezu

ŠUBRT JAN ing. CSc., ZAPLETAL VLADIMÍR ing. CSc., PRAHA,  
PARAMZIN SERGEJ MICHAJLOVIČ, KRIVORUČKO OLEG PETROVIČ,  
ZOLOTOVSKIJ BORIS PETROVIČ, BUJANOV ROMAN ALEKSEJEVIČ, NOVOSIBIRSK

(54) Způsob přípravy magnetitu

(57) Způsob přípravy magnetitu vychází z vodní suspenze lepidokrokritu aktivovaného v mechanických aktivátorech při 2 až 200 W/g v průběhu 0,01-4 hodiny. Tímto způsobem lze připravit vysokodisperzní magnetit s rozměry částic 0,1-0,3  $\mu\text{m}$ .

Vynález se týká způsobu přípravy magnetitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

V oblasti chemické technologie je magnetitu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  používáno ve formě disperzních prášků při přípravě elementů magnetického záznamu informací, magnetických kapalin, magnetických nosičů pro biologicky aktivní látky, pro aplikace v medicíně, pigmentů a podobně. Při výrobě magnetických kapalin a nosičů magnetického záznamu má značný význam velikost částic magnetitu.

Dosud se magnetit připravoval buď oxidací práškového kovového železa pomocí plynů s obsahem kyslíku za podmínek, které vylučují vznik vedlejších produktů, nebo tepelným zpracováním oxidů či hydroxidů železa v průtoku inertních plynů s obsahem redukčního činidla.

Další způsob přípravy magnetitu reduktivním termickým zpracováním alfa- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  při 310 až 380 °C byl popsán v jap. p. 54-24 718. Uvedené způsoby přípravy jsou náročné na spotřebu energie, nutnou pro uskutečnění procesů probíhajících při vysoké teplotě, přičemž kvalita produktů, spojená s nízkou disperzitou v důsledku vtékání částic, je nízká.

Způsobem přípravy magnetických sloučenin mletím oxidů železa ve vodném prostředí v kulovém mlýnu po dobu 48 hodin a následujícím vysušením prášku (franc. pat. přihláška 2 503 127) zase nelze připravit magnetit s rozměry částic menšími než 0,4  $\mu\text{m}$  v důsledku agregace částic, která probíhá při dlouhodobém mletí v kulovém mlýnu. Nevýhodou je i značná spotřeba energie při dlouhodobém mletí.

Uvedené nedostatky odstraňuje a zároveň zvyšuje kvalitu produktů jednoduchý způsob přípravy magnetitu podle vynálezu, který vychází z vodné suspenze lepidokrokritu (gamma -  $\text{FeOOH}$ ) aktivované v mechanických aktivátorech při 2-200 W/g v průběhu 0,01-4 hodiny. Při mechanické aktivaci menší než 2 W/g a době kratší než 0,01 hodiny magnetit nevzniká. Zvýšení aktivace nad 200 W/g a doby nad 4 hodiny již neovlivňuje kvalitu produktu, zvyšuje však spotřebu energie. Při popsaném způsobu přípravy je využíváno dvou faktorů: jako výchozí železité sloučeniny je použito lepidokrokritu a mechanické aktivace se provádí ve vodné suspenzi v zařízeních s vysokou aktivací schopností 2-200 W/g po dobu 0,01 až 4 hodiny. Je tak umožněna příprava vysokodisperzního magnetitu s rozměry částic 0,1-0,3  $\mu\text{m}$ . V důsledku využití lepidokrokritu jako výchozí látky dochází ke značnému zjednodušení postupy přípravy.

Popsaný způsob přípravy magnetitu lze charakterizovat následujícími příklady.

#### P ř í k l a d 1

40 g lepidokrokritu se vloží do bubnu mlýnu typu ML - 1000 spolu s destilovanou vodou a 1,5 kg ocelových koulí a podrobíme mechanickému zpracování při 20 W/g po dobu 1 hodiny. Podle údajů práškové rentgenové difrakční analýzy a elektronové mikroskopie je produktem čistý magnetit s rozměry částic 0,1-0,3  $\mu\text{m}$ .

#### P ř í k l a d 2

Jako příklad 1, ale mechanické zpracování se provádí při 2 W/g po dobu 0,01 hodiny. Tyto změny podmínek mechanického zpracování vedly k zisku čistého magnetitu s rozměry částic 0,1 až 0,2  $\mu\text{m}$ .

#### P ř í k l a d 3

Jako příklad 1, ale mechanické zpracování se provádí při 200 W/g po dobu 4 hodin. Tyto změny podmínek mechanického zpracování vedly k zisku čistého magnetitu s rozměry částic 0,2 až 0,3  $\mu\text{m}$ .

## P ř í k l a d 4

Jako příklad 1, mechanické zpracování se provádí při 2 W/g po dobu 0,005 h. Extrémní hodnoty a doby mechanické aktivace nevedou k zisku magnetitu, v mlýnu zůstává lepidokrokit.

## P ř í k l a d 5

Jako příklad 1, mechanické zpracování se provádí při 200 W/g po dobu 4,2 h. Tato extrémní hodnota a doba mechanické aktivace vede k zisku magnetitu s rozměry částic 0,2-0,3  $\mu\text{m}$ . Zvyšování hodnot úrovně a doby mechanické aktivace nad hodnotu 200 W/g a 4 hodiny už nepřináší další efekt.

## P ř í k l a d 6

Jako příklad 1, vychází však z alfa- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a mechanické zpracování se provádí při 100 W/g po dobu 1 hodiny. Produktem jsou stopy magnetitu o rozměrech 0,5-1  $\mu\text{m}$ . Tento příklad je uveden pro ilustraci nutnosti spolupůsobení dvou faktorů: využití lepidokrokitu jako výchozí látky a definovaných podmínek mechanické aktivace.

## P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy magnetitu vyznačený tím, že vodní suspenze lepidokrokitu se aktivuje v mechanických aktivátorech při 2-200 W/g v průběhu 0,01-4 hodiny.