



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 286 ✓

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 05 82
(21) PV 3540-82

(51) Int. Cl.³ C 01 G 49/08

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 07 85

(75)

Autor vynálezu MATOUŠ VÁCLAV

PECÁK VÁCLAV ing.CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy hydratovaného magnetitu

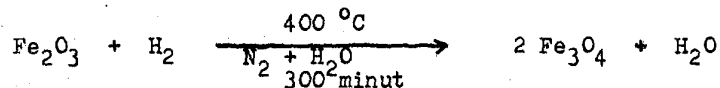
1

Vynález se týká způsobu výroby hydratovaného magnetitu $\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot n \text{H}_2\text{O}$, určeného zvláště pro přípravu tzv. magnetických kapalin, k účelům sorpčně-separačním, zvláště v magnetickém poli nebo jako černého pigmentu.

V poslední době dochází v širší technické praxi stále více k aplikaci tzv. magnetických kapalin. Jde o magnetické suspenze až koloidy, rozptýlené ve vodě i v některých nepolárních rozpustidlech, s velikostí pevných částic nejčastěji 1 až 100 nm. Uplatnění těchto směsí ukazuje se velmi přitažlivé v řadě oborů lidské činnosti. Roztoky mohou pracovat na základě magnetického nebo elektromagnetického impulzu, např. jako optický závěr s rychlostí 0,01 sekundy, kapaliny se mohou impulzem měnit v pevnou látku s pevností 2 až 3 kg/cm^3 a zrušením magnetického pole opět mohou zkapalnit; využití tohoto efektu je proto mimořádně zajímavé např. pro ucpávky rotačních hřídelů s minimálním odporem atp.

Dalším perspektivním uplatněním takových ferromagnetických materiálů je jejich aplikace jako nosičů sorbentu pro filtrace a separace z koloidního až suspenzního prostředí v magnetickém poli. Pro technickou praxi se ukazuje jako nejprístupnější materiál pro tyto aplikace právě magnetit Fe_3O_4 . Jeho jemná suspenze se připravuje z výchozí hrubé suroviny obvykle dlouhotrvajícím účinným mletím v kapalném mediu za přítomnosti povrchově

aktivních stabilizátorů. Přitom základní složka Fe_3O_4 se připravuje buď klasickým způsobem hydrogenací kysličníku železitého



nebo např. podle jap.pat. 8184,322 se připraví Fe_3O_4 z vodného roztoku zelené skalice a přebytku síranu amonného za přítomnosti amoniaku oxidací vzdušným kyslíkem po několik hodin. Jde při tom v podstatě o modifikovaný preparační způsob výroby černého pigmentu podle Martina z šedesátých let tohoto století, podle US patentu 2,939,767.

Prvý ze způsobů pracuje za sucha při velmi vysoké teplotě a tlaku a jeho výsledkem je bezvodý magnetit. Druhý způsob používá vyšších množství pomocného síranu amonného; postup nezaručuje však úplně správný vzájemný poměr dvou- a třímocného železa ve sloučenině a ferromagnetické vlastnosti materiálu nejsou ani zásadním požadavkem, neboť jde o výrobu pigmentářské suroviny.

Způsob přípravy hydratovaného magnetitu podle vynálezu odstraňuje zmíněné nedostatky.

Podstatou vynálezu je způsob přípravy hydratovaného magnetitu $\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, kde $n = 0,5$ až 8, vyznačený tím, že se smísí stechiometrické podíly roztoků solí dvojmocného a trojmocného železa, s výhodou chloridů nebo síranů, pH směsi se upraví amoniakem nebo hydroxidem alkalického kovu na hodnotu 5,5 až 8,0 a výsledný hydratovaný magnetit se separuje a zkoncentruje např. v magnetickém poli, přičemž vstupní železitá sloučenina se připraví oxidací chloridu nebo síranu železnatého, s výhodou kontaktem s nitrozními exhalacemi.

Způsobem podle vynálezu se postupuje zpravidla tak, že se výchozí vodný roztok chloridu nebo síranu železitého, obvykle o koncentraci 10 až 20 % hmotnostních, rozdělí na tři stejné objemové podíly, přičemž se dva díly zařadí jako promývací roztok na výstup odpadních nitrozních exhalací; po úplné oxidaci dvojmocného kationtu železa na třímocný v tomto podílu, se smísí roztok se zbývajícím odděleným dílem, pH směsi se pak upraví na 5,5 až 8,0 a při teplotě cca 60 °C se vzniklá černá sraženina nebo koloid hydratovaného magnetitu oddělí, s výhodou v magnetickém poli.

Způsob přípravy hydratovaného magnetitu podle vynálezu zaručuje dosažení přesného poměru $\text{Fe}^{\text{II}} : \text{Fe}^{\text{III}}$ ve sloučenině a tím i optimálních ferromagnetických vlastností preparátu, odstraňuje se nutnost obvyklých pomocných příměsí solí k roztokům, odstraňuje se zvýšená produkce odpadu a nadto vzniklý hydratovaný preparát je podle potřeby snadno mechanicky přeměnitelný v homogenní směs s částicemi až 1 nm; je prokazatelná i značná sorpční schopnost samotného, takto vzniklého magnetitu.

Preparovaný hydratovaný magnetit $\text{Fe}_3\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ váže v molekule 0,5 až 8 molů H_2O , což odpovídá přibližně až 60 % hmotnostních obsahu vody v pevné fázi. Hmotnost získaného

preparátu se pohybuje v mezích 2,60 až 5,00 g/cm³. Struktura preparátu před mechanickou úpravou má charakter kulovitých částic s velikostí 0,1 až 0,5 μm, s tendencí k tvorbě aglomerátů s velikostí asi 40 až 50 μm.

Způsob přípravy hydratovaného magnetitu je dále ilustrován v příkladech provedení, jež však možnosti preparace zcela nepokrývají a obměnou, např. oxidačního činidla nebo přizpůsobením podmínek postupu např. použitému zařízení, lze přípravu hydratovaného magnetitu rovněž realizovat.

Příklad 1

Roztok zelené skalice, obsahující 92,6 g FeSO₄·7 H₂O v 200 cm³ vody byl zařazen jako promývací roztok na výstupu exhalací nitrozních plynů.

Roztok po úplné oxidaci obsaženého Fe^{II} na Fe^{III} byl dále smísen s polovičním objemem výchozího neoxidovaného roztoku síranu železnatého, směsný roztok upraven plynným amoniakem na pH rovné 8,0, za přirozeného vzestupu teploty na 60 °C. Černý koloidní pigment - hydratovaný magnetit, byl hladce separován od vodní fáze v magnetickém poli 0,1 T volným průtokem.

Hmotnost získaného preparátu činila 4,3 g/cm³, velikost částic vysráženého preparátu se pohybovala v mezích 0,1 až 0,5 μm.

Příklad 2

500 cm³ roztoku chloridu železnatého o koncentraci 22 % hm. bylo zařazeno jako promývací roztok na výstup exhalací NO_x. Po úplné oxidaci Fe^{II} na Fe^{III} byl roztok smísen s polovičním objemem výchozího roztoku chloridu železnatého. Směs se upraví dále vodným roztokem NaOH na pH 5,5 a černá sraženina hydratovaného magnetitu byla turbinovým desintegrátorem zpracována na vodnou směs koloidního charakteru s velikostí částic 1 až 5 nm.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy hydratovaného magnetitu Fe₃O₄·n H₂O, kde n = 0,5 až 8, vyznačený tím, že se smísí stechiometrické podíly roztoků solí dvojmocného a trojmocného železa, s výhodou chloridů nebo síranů, pH směsi se upraví amoniakem nebo hydroxidem alkalickým na hodnotu 5,5 až 8,0 a výsledný hydratovaný magnetit se separuje a zkoncentruje např. v magnetickém poli.