



21

P - 35.422

PHN 1717

341.585

Memoria descriptiva

341585

C01G 49/06

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años.

a nombre de N.V. PHILIPS'GLOELAMPENFABRIEKEN

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda,

por: "UN METODO DE FABRICAR UN POLVO DE Fe_2O_3 " (Clase Inter
nacional COLg HOLF)



Para la producción de óxidos complejos de elevada pureza química para uso eléctrico o electromagnético y que tienen una composición de acuerdo con la fórmula $aMO \cdot bM'O \cdot cFe_2O_3$, en que a, b y c son enteros y M y M' son ya sea metales bivalentes (incluyendo hierro bivalente) o complejos metálicos bivalentes (tales como el complejo $\frac{M + Fe^{III}}{2}$), más particularmente para la producción de productos policristalinos de muy baja porosidad que están constituidos por ferritos ferromagnéticos de una estructura cristalina cúbica (ver por ejemplo patentes francesas Nº 1.367.157 y Nº 1.390.192) son necesarios polvos de Fe_2O_3 que tengan partículas que sean menores que 0,5 micrones (la expresión "tamaño" de una partícula debe ser entendida en la presente como significando la dimensión más grande de la partícula considerada).

Un método conocido de producción de los polvos finos de Fe_2O_3 antes mencionados se basa en la combustión de carbonilo de hierro $Fe(CO)_5$, una reacción química que se realiza en la fase gaseosa. La presente invención permite la producción de los polvos en consideración por un método que se realiza substancialmente en la fase líquida. La misma proporciona así, en adición al método "seco" conocido un nuevo método "húmedo". El método de acuerdo con la invención se caracteriza porque se obtiene un gel de óxido de hierro hidratado partiendo de una solución acuosa de al menos un compuesto férrico agregando hidróxido de amonio hasta un valor de pH no menor que 6 y no mayor que 8, siendo aislado el gel resultante e hidratado, y siendo recristalizado el producto de deshidratación, como puede ser el caso. Los polvos así obtenidos

341585



consisten en partículas no menores que 0,002 micrones y no mayores que 0,15 micrones.

5 Cuando se usa el método de acuerdo con la invención, preferiblemente se parte ya sea de una solución de nitrato férrico o de una solución de ferrosulfato al que se ha agregado un agente oxidante, por ejemplo peróxido de hidrógeno o persulfato de amonio.

10 De acuerdo con la invención, dado que los iones sodio y los iones potasio se adhieren bastante firmemente al gel producido, el gel se forma agregando hidróxido de amonio. Después que se ha formado el gel el mismo es separado de la solución, preferentemente por filtración. De acuerdo con la invención pueden adoptarse dos métodos diferentes para deshidratar el gel separado.

15 De acuerdo con el primer método, el gel es congelado para formar una sustancia similar al hielo, enfriándolo a una temperatura inferior a -15°C , por ejemplo en un espacio enfriado por medio de nitrógeno líquido. Subsecuentemente el gel congelado es descongelado, por ejemplo calentándolo progresivamente a la temperatura ambiente. Se forman entonces a partir del gel, una fase sólida y una fase líquida. La fase sólida es un polvo de Fe_2O_3 que se deposita y que es separado por filtración y lavado a fondo con agua. Después de secado, preferentemente 20 por calentamiento a una temperatura comprendida entre 100 y 130°C , el polvo que consiste en partículas mucho menores que 0,02 micrones, es recristalizado por calentamiento a una temperatura de aproximadamente 400°C durante algún tiempo, por ejemplo aproximadamente 4 horas. El producto final es un polvo de Fe_2O_3 cristalizado hexagonal-

341585



mente que consiste en partículas no menores que 0,02 micrones y no mayores que 0,10 micrones.

De acuerdo con el segundo método para la deshidratación, el gel separado es calentado durante algún tiempo por ejemplo aproximadamente 4 horas, a una temperatura comprendida entre 160 y 300°C en un autoclave. Si fuere deseable, se agrega un poco de agua antes del calentamiento. Ahora se forma también un polvo de Fe_2O_3 cristalizado hexagonalmente a partir del gel y es secado por ejemplo por calentamiento a una temperatura comprendida entre 100 y 130°C. El polvo consiste en partículas no menores que 0,02 micrones y no mayores que 0,15 Micrones. La recristalización es innecesaria en este caso. Por otra parte se ha encontrado que el tamaño de partículas no era perceptiblemente influenciado o lo era apenas, por un calentamiento a aproximadamente 400°C.

Los polvos resultantes a veces incluyen pequeños grumos, pero estos pueden ser fácilmente pulverizados mediante una operación simple.

La invención será explicada a continuación más detalladamente con referencia a unos pocos ejemplos.

EJEMPLO I.

Se agrega hidróxido de amonio concentrado hasta un pH de 7,5, con agitación continua, a una solución de 800 gr. de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ en 2 litros de agua que ha sido calentada a una temperatura de 90°C. El gel resultante es separado por filtración y enfriado en una fuente de porcelana por medio de nitrógeno líquido a una temperatura inferior a -15°C de modo que se congela. Subsecuentemente la masa congelada es dejada descongelarse progresiva-



mente en contacto con aire a temperatura ambiente, separán-
dola la masa durante este proceso, en una fase acuosa y
un polvo depositado en la misma. Este polvo es separado
por filtración y lavado sobre el filtro con agua hasta que
5 ya no podían encontrarse iones NO_3^- presentes en el líqui-
do que fluía a través del filtro. El tratamiento de lava-
do es repetido tres veces usando en cada caso 1 litro de
acetona, después de lo cual la substancia sólida que había
sido separada por filtración y lavada, es secada por ca-
10 lentamiento a una temperatura de 110°C en un horno de se-
cado, durante 48 horas. La substancia seca es pulverizada
moliéndola en un molinillo de café doméstico. El polvo re-
sultante es recristalizado calentándolo a 400°C en aire
durante 4 horas. Después de enfriamiento, es nuevamente
15 molido de la misma manera. El producto molido resultante
consiste en partículas no menores que 0,02 micrones y no
mayores que 0,10 micrones; aproximadamente el 75% del nú-
mero total de partículas no son mayores que 0,06 micro-
nes.

20

EJEMPLO 2

Se agrega hidróxido de amonio concentrado hasta un
pH de 7,5 con agitación continua, a una solución de 800
gr. de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en 2 litros de agua, que ha sido
25 calentada a una temperatura de 90°C . El gel resultante es
decantado tres veces usando en cada caso 2 litros de agua,
después de lo cual es separado por filtración y transfe-
rido a un autoclave que tiene un volumen de 5 litros. El
gel es calentado en el autoclave a una temperatura de
30 165°C durante 4 horas. El Fe_2O_3 resultante es separado

341585



5 por filtración y lavado sobre el filtro con agua hasta
que ya no pueden encontrarse iones NO_3^- presentes en el
líquido que fluye a través del filtro. La substancia sólida
da que ha sido separada por filtración y lavada, es seca
10 da por calentamiento a una temperatura de 110°C en un horno
de secado, durante 48 horas. La substancia seca es pulverizada
moliéndola en un molinillo de café doméstico. Para eliminar
los restos de humedad del polvo, el mismo es calentado a
 400°C en aire durante otras 4 horas. No se produce
15 entonces o apenas se produce, recristalización. Después de
enfriado el polvo es molido nuevamente para desintegrar
cualesquier aglomerado presente en el mismo. Se obtiene así
un producto, que consiste en partículas no menores que
0,02 micrones y no mayores que 0,15 micrones;
20 aproximadamente el 90% del número de partículas, tiene un
tamaño comprendido entre 0,04 y 0,10 micrones.

La presente solicitud que corresponde a la presentada
en Holanda con fecha 11 de junio de 1.966, bajo el número
66-08134, se acoge a los beneficios del artículo 51
25 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

25 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan
para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de
Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un método de fabricar un polvo de Fe_2O_3 que con



siste en partículas no menores que 0,02 micrones y no mayores que 0,15 micrones, caracterizado porque se obtiene un gel de óxido de hierro hidratado, partiendo de una solución acuosa de al menos un compuesto férrico por adición de hidróxido de amonio hasta un valor del pH no inferior a 6 y no mayor a 8, siendo aislado el gel resultante y deshidratado, y siendo recristalizado, como puede ser el caso, el producto de deshidratación.

2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gel separado, de óxido de hierro hidratado es congelado enfriándolo a una temperatura inferior a -15°C y luego es descongelado, produciéndose una fase acuosa y una fase sólida finamente dividida, a partir del gel, fases que son subsecuentemente separadas una de otra, después de lo cual la fase sólida es lavada con agua y luego secada y recristalizada por calentamiento.

3.- Método de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque la fase sólida que ha sido lavada con agua y luego secada, es recristalizada calentándola a una temperatura de aproximadamente 400°C , durante 4 horas.

4.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gel separado es calentado en un autoclave de modo que se forman a partir del gel una fase acuosa y una fase sólida finamente dividida, fases que son subsecuentemente separadas una de otra, después de lo cual la fase sólida es secada.

5.- Método de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque el gel es calentado en el autoclave a una temperatura comprendida entre 160 y 300°C durante aproximadamente 4 horas.

341585

21 JUN



6.- Método de acuerdo con las reivindicaciones 4 o 5 caracterizado porque se agrega agua al gel separado antes de ser calentado en el autoclave.

7.- Un método de fabricar un polvo de Fe_2O_3 .

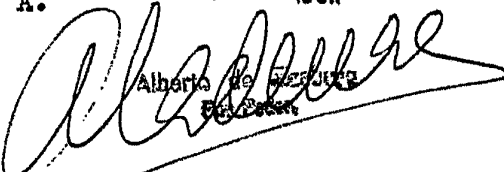
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A.

21 JUN. 1967


Alberto de las Juntas
Escritor

341585