



УКРАЇНА

(19) UA (11) 40713 (13) A

(51) 7 C01G49/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ОКСИДУ ЗАЛІЗА (III)

(21) 2001064314

(22) 21.06.2001

(24) 15.08.2001

(46) 15.08.2001, Бюл. № 7, 2001 р.

(72) Пашнова Жаннетта Костянтинівна, Ніколаєнко Яків Григорович, Корякіна Ірина Степанівна, Мамченкова Олена Іванівна, Куліков Юлій Миколайович, Варивода Ала Іванівна, Дякіна Олена Сергіївна, Іщенко Таїса Устинівна, Жданова Наталія Іванівна, Янчук Лариса Олександрівна

(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ХІМІНВЕСТ"

(57) Спосіб одержання оксиду заліза (III), що включає з'єднання сірчаноокислого заліза закисного (II) з розчином вуглекислих солей амонію, наступним промиванням і прожарюванням одержаного осаду, який **відрізняється** тим, що на початковій стадії одержання оксиду заліза (III) розчин сірчаноокислого заліза закисного (II) очищують від домішок марганцю, до його вмісту у розчині 0,035%, шляхом двох стадій кристалізації.

Запропонований винахід відноситься до галузі одержання оксидів металів, а саме до галузі одержання оксиду заліза (III), що використовується для виробництва лужних акумуляторів.

Найбільш близьким до способу, що заявляється, є спосіб одержання оксиду заліза (III) шляхом з'єднання розчинів сірчаноокислого заліза (II) закисного і вуглекислих солей амонію, з наступним промиванням, сушінням та прожарюванням одержаного осаду, при цьому для одержання оксиду заліза у вигляді монодисперсних препаратів кулястої форми, вихідні розчини спочатку зливають, а потім перемішують протягом не більше 10 хвилин і утворений осад витримують у маточному розчині протягом 1,5-2 години (Авторське свідоцтво СРСР № 230802, кл. МКВ⁷ C 01G 49/02, опубліковане 15.11.68).

Недоліком відомого способу є те, що одержаний оксид заліза (III) містить значну кількість домішок марганцю (0,15%), що недопустимо при виробництві лужних акумуляторів, невеликий вихід готового продукту, висока вартість його виробництва.

В основу винаходу поставлене завдання вдосконалення способу одержання оксиду заліза (III), у якому на початковій стадії його одержання, розчин сірчаноокислого заліза закисного (II) очищають від домішок марганцю, до його вмісту у розчині 0,035%, шляхом двох стадій кристалізації, що забезпечує одержання оксиду заліза (III) для виробництва лужних акумуляторів, цим забезпечується безвідхідне виробництво, тому що розчини сірчаноокислого заліза (II) та сірчаноокислого амонію перероблюються у оксид заліза (III) кваліфікації "чистий" і амоній сірчаноокислий реактивної чистоти, збільшується вихід готового продукту, зменшується вартість його виробництва.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі одержання оксиду заліза (III), що включає з'єднання сірчаноокислого заліза закисного (II) з розчином вуглекислих солей амонію, наступним промиванням і прожарюванням одержаного осаду, згідно з винаходом передбачені наступні відміни: на початковій стадії одержання оксиду заліза (III) розчин сірчаноокислого заліза закисного (II) очищують від домішок марганцю, до його вмісту у розчині 0,035%, шляхом двох стадій кристалізації.

Проведені патентні дослідження довели, що ні в патентній документації, ні в науково-технічній літературі немає відомостей про способи одержання оксиду заліза (III), охарактеризованого таким чином, як у формулі винаходу способу, що заявляється, і це дає підстави до його відповідності критерію патентоздатності "новизна".

Зіставлений аналіз способу, що заявляється, з відомими у даній галузі, у тому числі із прототипом, показує на суттєві переваги способу одержання оксиду заліза (III), у якому на початковій стадії одержання оксиду заліза (III), розчин сірчаноокислого заліза закисного (II), очищують від домішок марганцю, до його вмісту у розчині 0,035%, шляхом двох стадій кристалізації, що забезпечує одержання оксиду заліза (III) для виробництва лужних акумуляторів.

Досягнені переваги вказують на те, що вирішуване завдання виконано на винахідницькому рівні, оскільки воно не витікає очевидним образом з відомих в цій галузі рішень, а тому відповідає критерію патентоздатності "винахідницький рівень".

Спосіб здійснюється наступним образом.

Приготовляють розчин сірчаноокислого заліза закисного (II). Для цього з магістрального трубоп-

роводу набирають у ємкість знесолену воду, підігрівують її до температури 60 - 70°C і, при постійному перемішуванні, завантажують до неї сірчанокиисле залізо закисне (II), додають маточні шолоки і підігрівують суміш до температури 60 - 70 °С, ця температура підтримується до повного розчинення сірчанокиислого заліза, потім розчин фільтрують. Відфільтрований розчин заліза (II), з густиною 1,38 - 1,42 г/см³, масовою концентрацією вільної сірчаної кислоти 10-15 г/дм³ температурі розчину 60 - 70 °С, направляють у барабанний кристалізатор неперервної дії, з поверхневим охолодженням. У результаті охолодження розчину у кристалізаторі, до температури 20 °С, з розчину випадають кристали заліза (II) і утворюється суспензія заліза (II), отримані компоненти проходять крізь репульсатор і подаються у центрифугу, де розподіляються на маточні розчини, які направляються для використання у інших виробництвах, і кристали заліза (II), що направляються у реактор-розчинник, який постачений мішалкою і паровою оболонкою, процес розчинення заліза (II) повторюється, до густини розчину 1,40 - 1,42 г/см³, після чого здійснюють другу стадію кристалізації, яка протікає аналогічно першій стадії кристалізації. Одержані у результаті другої стадії кристалізації маточні розчини направляють для приготування розчину сірчанокиислого заліза (II), а кристали заліза (II) подають, при постійному перемішуванні, у реактор-розчинник, який попередньо заповнений, підігрітою до температури 60 - 70°C, знесоленою водою, де розчин сірчанокиислого заліза (II) ведеться до досягнення ним густини 1,22 - 1,26 г/см³.

Готовий розчин сірчанокиислого заліза (II), що підігрітий до температури 30-40°C, подають у реактор-осадник, попередньо заповнений підігрітою до 20-30° С суспензією із знесоленої води, водного аміаку (NH₃) і вуглеамонійної солі. Одержану пульпу вуглекислого заліза, з масовою концентрацією водного аміаку 10-15 г/см³, яка забезпечує якісне відмивання від домішок "сульфат", підігрівують до 90-100°C, кип'ятять упродовж 20 хвилин, потім цей гарячий розчин фільтрують, віджимають, отриману пасту вуглекислого заліза (II) промивають у барабанному вакуум-фільтрі, з одержанням пасти заліза гідроксиду, прожарюють його у барабанних електропечах, підігрітих до температури 580 -620 °С, де він розкладається, з утворенням оксиду заліза (III). Масова частина заліза у оксиді заліза (III) складає не менше 69 %.

Спосіб пояснюється лабораторними дослідженнями одержання оксиду заліза (III).

Приклад.

Для очищення сірчанокиислого заліза (II) закисного FeSO₄ від домішок з вмістом марганцю Mn

0,15% (у переліку на Fe₂O₃). Операції проводять наступним образом: у склянку вмістом 2,0 л, що постачена мішалкою з електричним підігрівом, завантажують 600 мл дистильованої води, підігрівують до температури 60-70° С, туди ж завантажують, при постійному перемішуванні, 900 г сірчанокиислого заліза (II), після повного розчинення якого густина розчину дорівнює 1,395 г/см², для запобігання окиснення розчину, в нього додають кислоту сірчану технічну H₂SO₄, до одержання у розчині концентрації вільної сірчаної кислоти 5-10 г/л, після чого гарячий розчин, з температурою 70°C, фільтрують і охолоджують до температури 20°C (перша стадія кристалізації). Випадені кристали віджимають на лійці Бюхнера, вихід кристалів солі - 600 г, вміст Mn - 0,06 % (у переліку на Fe₂O₃), при нормі 0,035. У відфільтрованих маточних розчинах вміст домішки Mn - 0,23. При такому вмісті марганцю маточні розчини повертати у робочий цикл неможливо.

Одержані кристали заліза (II) сірчанокиислого кристалізують ще раз (друга стадія кристалізації) наступним чином: у склянку вмістом 600 мл завантажують 325 мл дистильованої води, підігрівують до 60-70° С, при постійному перемішуванні, завантажують 600 г кристалів заліза (II) сірчанокиислого, одержаного у результаті першої стадії кристалізації. Після повного розчинення кристалів, розчин заліза (II) сірчанокиислого, об'ємом 600 мл, густиною 1,39 г/см³ і температурою 60-70° С охолоджують до 20° С. Кристали, що випали, віджимають на лійці Бюхнера, вихід кристалів заліза (II) сірчанокиислого - 415 г, вміст домішки марганцю у кристалах заліза (II) 0,030% (у переліку на Fe₂O₃), при нормі 0,035%. Вміст домішки марганцю у маточному розчині - 0,12%. При такому вмісті марганцю розчин заліза (II) сірчанокиислого повертають до початку процесу, тобто на початкову стадію приготування розчину заліза (II) сірчанокиислого, до першої стадії кристалізації. Далі спосіб одержання оксиду заліза (III) виконують за єдиною схемою, що зазначена вище, у описі здійснення цього способу.

Використання запропонованого способу одержання оксиду заліза (III), переважно для виробництва лужних акумуляторів, дозволяє одержувати оксид заліза (III) з вмістом домішок марганцю у ньому, не більше 0,035%. У якості вихідної сировини використовують залізний купорос, який є відходом металургійного виробництва.

Спосіб також дозволяє вести безвідходне виробництво, через те, що утворені у процесі виробництва рідкі відходи (розчин сірчанокиислого заліза (II) - після першої стадії кристалізації і розчин амонію сірчанокиислого) перероблюються у амоній сірчанокистлий реактивної чистоти та оксид заліза (III) кваліфікації "чистий".

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»

Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03