



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 00497**

(22) Data de depozit: **20/07/2017**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2022** BOPI nr. **3/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2019 BOPI nr. **1/2019**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN
TIMIȘOARA, PIAȚA VICTORIEI NR.2,
TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:
• **MUNTEAN CORNELIA-VERONICA,
CALEA SAGULUI NR.83, BL.9, SC.A, AP.21,
TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **STOIA MARCELA ELENA, STR.ION LUCA
BANATEANU NR.16, SC.1, AP.5,
TIMIȘOARA, TM, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 4680130; US 8674156 B2; US 5662879

(54) **PROCEDEU DE PREPARARE A FERITEI DE MANGAN**

Examinator: inginer chimist PIȚU MARCELA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 133044 B1

1 Inventția se referă la un procedeu de preparare a feritei de mangan $MnFe_2O_4$ prin co-precipitarea sărurilor de Mn(II) și Fe(III), cu un hidroxid alcalin, în soluție diol-apă.

3 Este cunoscut din cererea de brevet **US 4680130 (A)**, un procedeu de obținere a
5 feritelor cu compoziția generală $X(II)_xFe(II)_{1-x}Fe(III)_2O_4$ în care $X = Mg, Mn, Co, Ni, Cu, Zn$ și
7 $x = 0-1$, prin care feritele sunt obținute din soluții apoase de hidroxid alcalin și soluții apoase
9 de săruri de $X(II)$, $Fe(II)/Fe(III)$ amestecate sub curent de azot. În următoarea fază de pre-
11 parare, un curent de gaz conținând oxigen este trecut prin co-precipitatul obținut. Soluția pre-
13 zintă dezavantajul succesiunii de etape de precipitare în atmosferă de azot și apoi de oxidare
15 a $Fe(II)$ la $Fe(III)$ în atmosferă conținând oxigen. Autorii revendică și un proces de oxidare
17 cu aer la $100-500^\circ C$ a feritelor astfel obținute, prin care rezultă ferite cu compoziția generală
19 $X(II)_xFe(III)_{3-x}O_{4,5-0,5x}$. Pulberile de ferită obținute pot fi utilizate ca pigmenți. Acest procedeu
21 prezintă dezavantajul că la temperaturi ridicate Mn(II) poate fi oxidat parțial la Mn(III).

23 De asemenea, este cunoscută din brevetul **US 8674156 B2** prepararea feritei de
25 mangan din cloruri/azotați de mangan și fier prin precipitare în soluție apoasă cu hidroxid de
27 sodiu, la temperaturi de $10-40^\circ C$, apoi precipitatul este spălat cu apă, filtrat și uscat la $70-$
29 $200^\circ C$, apoi calcinat la $350-800^\circ C$ în aer, produsul final fiind un amestec de $MnFe_2O_4$,
31 $MnFeO_3$ și $\alpha-Fe_2O_3$. Acesta este utilizat ca și catalizator pentru prepararea 1,3-butadienei.
33 Acest procedeu prezintă dezavantajul unei etape suplimentare, de calcinare la temperaturi
35 ridicate, în care are loc oxidarea parțială a Mn(II) la Mn(III).

37 Este cunoscut din cererea de brevet **US 5662879** un procedeu de preparare a
39 feritelor cu formulă chimică XFe_2O_4 ($X = Mg, Zn, Mn$) prin dizolvarea sărurilor metalice
41 (sulfați, halogenuri, azotați de $X(II)$ și $Fe(II)$) în apă deaerată, precipitarea hidroxizilor metalici
43 prin adăugarea unei soluții de amoniac, după care se adaugă un agent oxidant (peroxid de
45 hidrogen, peroxidisulfat de amoniu, ozon) pentru conversia $Fe(II)$ la $Fe(III)$ și separarea
47 feritei. Procedeu de mai sus prezintă dezavantajul unui ciclu de fabricație mai lung, cu etapă
suplimentară de oxidare a $Fe(II)$ la $Fe(III)$ și cu consum suplimentar de reactivi.

În ultimii ani, feritele spinelice cu particule de dimensiuni nanometrice s-au bucurat
de o atenție specială datorită aplicațiilor lor tehnologice în înregistrări magnetice, catalizatori
și ferrofluide. Nanoparticulele unor astfel de materiale magnetice au caracteristici diferite în
comparație cu materialul compact, datorită dimensiunilor lor mici și efectului interacțiunilor
magnetice dintre particule [Ahmed M.A., El-dek S.I., Mansour S.F., Okasha N.,
*Modification of Mn nanoferrite physical properties by gamma, neutron, and laser
irradiations, Solid State Sciences, 13, (2011), 1180-1186*].

Ferita de mangan este o ferită magnetică cu structură spinelică, cu utilizări în diferite
aplicații tehnologice: materiale magnetice, senzori pentru gaze, material adsorbant pentru
gaze fierbinți [Yang L.-X., Wang F., Meng Y.-F., Tang Q.-H., Liu Z.-Q., *Fabrication and
characterization of manganese ferrite nanospheres as a magnetic adsorbent of
chromium, Journal of Nanomaterials 2013; ID 293464, <http://dx.doi.org/10.1155/2013/293464>; Sharma U.S., Sharma R.N., Shah R., *Physical and magnetic properties
of manganese ferrite nanoparticles. International Journal of Engineering Research and
Applications, (IJERA), 4(8), (2014), 14-17*].*

Particule nanometrice de ferită de mangan sunt folosite pentru aplicații din domeniul
protecției mediului: ca material adsorbant pentru diferiți poluanți anorganici și organici
[Mahmoodi N., "Synthesis of amine-functionalized magnetic ferrite nanoparticle and
its dye removal ability", *Journal of Environmental Engineering, 139(11), (2013),
1382-1390*], catalizator pentru degradarea poluanților [Mahmoodi N.M., Arabloo M.,
Abdi J., *Laccase immobilized manganese ferrite nanoparticle: synthesis and LSSVM*

- intelligent modeling of decolorization. Water Research*, 67, (2014), 216-226; Solis T.V., Vigon P., Alvarez S., Marban G., Fuertes A.B., *Manganese ferrite nanoparticles synthesized through a nanocasting route as a highly active Fenton catalyst, Catalysis Communications*, 8, (2007), 2037-2042] sau pentru activarea peroxomonosulfatului și peroxidisulfatului în vederea producerii de radicali sulfat pentru degradarea fenolului și coloranților organici [Stoia M., Muntean C., Militam B., *MnFe₂O₄ nanoparticles as new catalyst for oxidative degradation of phenol by peroxydisulfate, Journal of Environmental Sciences*, 53, (2017), 269-277; Stoia M., Muntean C., Militam B., *Fine MnFe₂O₄ nanoparticles for potential environmental applications, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 121, (2015), 1003-1010; Yao Y., Cai Y., Lu F., Wei F., Wang X., Wang S., *Magnetic recoverable MnFe₂O₄ and MnFe₂O₄-graphene hybrid as heterogeneous catalysts of peroxymonosulfate activation for efficient degradation of aqueous organic pollutants, Journal of Hazardous Materials*, 270, (2014), 61-70].
- Nanoparticulele de ferite spinelice superparamagnetice cu formula chimică XFe₂O₄ (X = Mn, Fe, Co, Ni) sunt folosite în prezent și pentru aplicații medicale, cum ar fi îmbunătățirea contrastului în imagistica prin rezonanță magnetică, ghidarea magnetică a medicamentelor și tratamentul cancerului prin hipertermie [Vamvakidis K., Sakellari D., Angelakeris M., *Dendrinou-Samara C, Size and compositionally controlled manganese ferrite nanoparticles with enhanced magnetization. Journal of Nanoparticle Research*, 15, (2013), pag. 1743-1753; Yang H, Zhang C, Shi X., Hu H., Du X., Fang Y., Ma Y., Wu H., Yang S., *Water-soluble superparamagnetic manganese ferrite nanoparticles for magnetic resonance imaging, Biomaterials*, 31, (2010), 3667-3673].
- Proprietățile fizice ale feritei de mangan depind de compoziție, morfologia și dimensiunea particulelor, care sunt puternic influențate de metoda de sinteză [Wang J., Chen Q., Hou B., Peng Z., *Synthesis and magnetic properties of single-crystals of MnFe₂O₄ nanorods, European Journal of Inorganic Chemistry*, 6, (2004), 1165-1168]. Pentru sinteza nanoparticulelor de ferită de mangan au fost dezvoltate mai multe metode: reacții în fază solidă [Kedesdy H.H., Tauber A., *Formation of manganese ferrite by solidstate reaction, Journal of American Ceramic Society*, 39, (1956), 425-431; Kundu T.K., Mishra S., *Nanocrystalline spinel ferrites by solid state reaction route. Bulletin of Materials Science*, 31, (2008), 507-510], măcinare mecanică [Padella F., Alvani C, La Barbera A., Ennas G., Liberatore R., Varsano F., *Mechanosynthesis and process characterization of nanostructured manganese ferrite, Materials Chemistry and Physics*, 90, (2005), 172-177], descompunerea termică a acetilacetonatilor metalici, metoda hidrotermală [Wolski W., Wolska E., Kaczmarek J., Piszora P., *Formation of manganese ferrite by modified hydrothermal method, Physica Status Solidi*, 152, (1995), K19-22], co-precipitare [Amighian J., Mozaffari M., Nasr B., *Preparation of nano-sized manganese ferrite (MnFe₂O₄) via coprecipitation method, Physica Status Solidi*, 9, (2006), 3188-3192], combustie [Deraz N.M., Alarif A., *Controlled synthesis, physicochemical and magnetic properties of nano-crystalline Mn ferrite system, International Journal of Electrochemical Science*, 7, (2012), 5534-5543], metoda sol-gel [Li J., Yuan H., Li G., Liu Y., Leng J., *Cation distribution dependence of magnetic properties of sol-gel prepared MnFe₂O₄ spinel ferrite nanoparticles, Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, (2010), 3396-3400], metoda precursorului citrat, descompunerea termică a complexilor de tip carboxilat și în microemulsie [Mathew D.S., Juang R.-S., *An overview of the structure and magnetism of spinel ferrite nanoparticles and their synthesis in microemulsions, Chemical Engineering Journal*, 129, (2007), 51-65].

RO 133044 B1

1 Este cunoscut procedeul de obținere a unor materiale compozite, inclusiv amestecuri
de oxizi/hidroxizi de Mn(II) și Fe(III), conform descrierii din cererea de brevet
3 **US 2007/0281854 (A1)**. După precipitarea hidroxizilor, apa este îndepărtată prin evaporare
la 100-110°C, în condiții în care hidroxizii metalici sunt/nu sunt transformați în oxizii
5 corespunzători. Reziduu solid de hidroxizi/oxizi metalici este spălat cu apă pentru îndepăr-
tarea sărurilor. Conform brevetului, materialele obținute pot fi utilizate pentru îndepărtarea
7 unor componente toxice din diferite medii sau ca și catalizatori ai unor reacții chimice.

Soluția de mai sus prezintă dezavantajul că evaporarea apei după etapa de
9 precipitare a hidroxizilor metalici împiedică transformarea completă a hidroxizilor în oxizi, în
cazul feritei de mangan, feritizarea nu va fi completă și aceasta se va obține în amestec cu
11 hidroxizi de Mn(II) și Fe(III) netransformați.

Este cunoscută din brevetul de invenție **US 3840479**, prepararea unui catalizator în
13 care componenta activă $XO \cdot Fe_2O_3$ ($X = Fe, Ni, Co, Zn, Mn$) este precipitată pe un suport
anorganic. În prima etapă se formează o suspensie conținând suportul anorganic și ionii X(II)
15 și Fe(II). Apoi ionii Fe(II) sunt oxidați treptat la Fe(III) cu ajutorul unui oxidant (ioni azotat sau
azotit), la pH 2-6,5 reglat cu o soluție alcalină.

17 Soluția de mai sus prezintă dezavantajul unui ciclu de fabricație mai lung, cu etapă
suplimentară de oxidare a Fe(II) la Fe(III) și cu consum suplimentar de reactivi.

19 Este cunoscut procedeul de preparare a particulelor monocristaline de ferite spinelice
 XFe_2O_4 , unde $X = Co, Mg, Zn, Mn$, descris în brevetul de invenție **US 3822210** în care
21 sărurile metalice de X(II) și Fe(II) sunt dizolvate în apă și hidroxizii metalici precipită la
adăugarea unei soluții alcaline până la $pH > 6,5$. Suspensia rezultată este menținută la o
23 temperatură de 65-80°C în timp ce se barbotează un gaz oxidant pentru a realiza în același
timp agitarea suspensiei dar și oxidarea, după care se separă particulele de ferită din
25 soluție. Procedeul de mai sus prezintă dezavantajul unui ciclu de fabricație mai lung, cu etapă
suplimentară de oxidare a Fe(II) la Fe(III), realizată prin barbotarea unui gaz oxidant.

27 Este cunoscut procedeul de preparare a unor materiale feromagnetice și utilizarea
acestora pentru obținerea unor componente prin compactare sub presiune conform descrierii
29 din brevetul de invenție **US 4097392**, prin care feritele se obțin prin dizolvarea în apă a
sărurilor de Fe(II) și cel puțin unuia dintre metalele Mn(II), Zn(II), Ni(II), Mg(II), co-precipitarea
31 carbonaților/hidroxizilor acestor metale cu o soluție apoasă de hidroxid și carbonat, fără a
converti Fe(II) la Fe(III), separarea și uscarea co-precipitatului, calcinarea co-precipitatului
33 la 500-800°C pentru eliminarea dioxidului de carbon și oxidarea Fe(II) la Fe(III). Soluția
tehnică de mai sus prezintă dezavantajul că la temperaturi ridicate Mn(II) poate fi oxidat
35 parțial la Mn(III).

Este cunoscut procedeul de preparare a unor ferite de Mg, Ca, Sr, Ba, Mn, Cr, Co,
37 Ni, Zn, Cd din brevetul de invenție **US 3828101** care constă în amestecarea unei soluții
apoase conținând o sare solubilă de fier și cel puțin o sare a unuia dintre metalele enumerate
39 mai sus cu un agent precipitant, pentru a precipita un component metalic insolubil (oxid,
amestec de oxizi sau compuși precursori ai oxizilor) și calcinarea acestuia pentru obținerea
41 feritei. În soluția în care are loc precipitarea este prezent în proporție de 0,1-11% din masa
metalului un compus polihidric solubil cu 3 până la 20 atomi de carbon și cu un raport
43 "grupări hidroxil:atomi de carbon" mai mare de 1:2. Precipitatul obținut este apoi calcinat la
45 450°C în atmosferă de azot pentru a se evita oxidarea Mn(II) la Mn(III). Procedeul de mai sus
prezintă dezavantajul unui ciclu de fabricație mai lung, cu etapă suplimentară de tratament
termic în atmosferă de azot.

RO 133044 B1

Este cunoscut procedeul de preparare a feritei de mangan utilizată ca și catalizator pentru dehidrogenarea hidrocarburilor conform brevetului de invenție **US 3900525** prin care ferita de mangan este obținută prin parcurgerea următoarelor faze de fabricație: sărurile solubile de fier și mangan se dizolvă în apă, se adaugă un compus organic polihidric solubil (cu masa moleculară 3000-400000, poliesteri, polieteri, polizaharide) în proporție de 0,1-4% din masa metalului; amestecul se contactează cu un agent de precipitare alcalin, la temperatura de 20-100°C și presiunea de 0,5-50 atm. Precipitatul gelatinos constituit din compuși insolubili ai manganului și fierului (oxid, amestec de oxizi sau compuși precursori ai oxizilor) este apoi separat de soluție și încălzit pentru a forma ferita de mangan. În acest procedeu, precipitarea are loc în soluție apoasă, compusul polihidric fiind adăugat în proporție mică în scopul măririi vâscozității mediului de reacție și îmbunătățirii procesabilității precipitatului (filtrare și spălare). Procedeul de mai sus prezintă dezavantajul unui ciclu de fabricație lung, cu mai multe etape de fabricație și costuri suplimentare.

Problema tehnică a invenției constă în obținerea directă a feritei de mangan, fără etape suplimentare de oxidare sau de calcinare, din săruri de Mn(II) și Fe(III), în soluție diol-apă cum ar fi propandiol, butandiol, pentandiol și polietilenglicoli lichizi și miscibili cu apa.

Procedeul de preparare a feritei de mangan prin co-precipitare conform invenției elimină dezavantajele de mai sus prin aceea că produsul final se obține prin dizolvarea sărurilor de Mn(II) și Fe(III) și respectiv a hidroxidului alcalin în soluție diol-apă, în urma regimului termic aplicat fiind obținută ferita de mangan magnetică în suspensie, fără tratamente suplimentare. Sărurile de Mn(II) și Fe(III) care pot fi utilizate pentru aplicarea procedurii conform invenției sunt: cloruri, sulfați, azotați și acetați.

Procedeul de preparare a feritei de mangan, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- ferita se obține direct, prin precipitarea cationilor Mn(II) și Fe(III) urmată de creșterea progresivă a temperaturii suspensiei obținute, fără a fi necesare etape suplimentare de calcinare sau oxidare;

- se folosește ca solvent diol în amestec cu apa pentru a mări vâscozitatea mediului de reacție și pentru obținerea unor precipitate gelatinoase astfel încât procesul de sinteză și proprietățile feritei obținute sunt mai ușor de controlat și se previne agregarea particulelor acesteia în timpul sintezei, la temperaturi mai ridicate;

- utilizarea diolului permite desfășurarea procesului de feritizare la o temperatură mai ridicată, ceea ce conduce la o transformare mai avansată a hidroxizilor metalici în ferită;

- se folosește ca solvent o soluție de diol în apă, prin concentrația căreia se poate controla creșterea particulelor de ferită și care asigură un mediu reducător ce contribuie la menținerea stării de oxidare a manganului.

Se dau, în continuare, două exemple de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...6 care reprezintă:

- fig. 1, spectrul de difracție de raze X al feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 1;

- fig. 2, spectrul EDX al feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 1;

- fig. 3, curba de magnetizare a feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 1;

- fig. 4, spectrul de difracție de raze X al feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 2;

- fig. 5, spectrul EDX al feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 2;

- fig. 6, curba de magnetizare a feritei de mangan $MnFe_2O_4$, preparată conform exemplului 2.

RO 133044 B1

1 Procedeul de preparare a feritei de mangan $MnFe_2O_4$, conform invenției, se reali-
zează prin co-precipitarea sărurilor de Mn(II) și Fe(III) cu un hidroxid alcalin, în soluție diol-
3 apă, în condiții de preparare și etape de procesare conform unuia dintre exemplele urmă-
toare.

5 **Exemplul 1:** se referă la obținerea feritei de mangan utilizând ca solvent un amestec
de 1,2-propandiol și apă în raport volumic de 2:3, la temperatura de 95°C.

7 a. 3,2 g $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ și 8,7 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (raport molar $Mn^{2+}:Fe^{3+} = 1:2$) se dizolvă
într-un amestec format din 10 cm³ 1,2-propandiol și 15 cm³ apă distilată la temperatura de
9 50°C.

11 b. 9 g KOH se dizolvă într-un amestec format din 10 cm³ 1,2- propandiol și 15 cm³
apă distilată la temperatura de 50°C.

13 c. Soluția de KOH se adaugă treptat (5 cm³ sol/min) peste soluția de săruri aflată într-
un vas de reacție, cu agitare continuă.

15 d. Suspensia vâscoasă brun-închis obținută se încălzește treptat, cu un regim termic
de creștere a temperaturii de 2°C/min, până la o temperatură de 95°C. Vasul se acoperă
pentru a evita evaporarea apei și se continuă agitarea.

17 e. În vasul acoperit, suspensia este menținută la temperatură constantă și agitată
continuu timp de 4 h.

19 f. După răcirea suspensiei, aceasta se așază pe un magnet pentru sedimentarea mai
rapidă a fazei solide. Supranatanta se îndepărtează și faza solidă se spală cu alcool etilic
21 absolut.

23 Faza solidă se spală prin decantare cu apă distilată până când în supranatantă nu
se mai observă prezența ionului sulfat, ce poate fi pus în evidență prin reacția cu $BaCl_2$.

25 g. Faza solidă se separă de soluție prin filtrare și se mai spală pe filtru cu alcool etilic
absolut.

27 h. Faza solidă se usucă în etuvă, apoi se mojarază și se sitează la dimensiunile
dorite.

29 Analiza prin difracție de raze X a produsului obținut a fost realizată cu ajutorul unui
difractometru de tip Rigaku Ultima IV (40 kV, 40 mA) utilizând radiația CuK_{α} . Spectrul de
difracție de raze X este prezentat în fig. 1. Toate vârfurile (pic-urile) de difracție corespund
31 fazei spinelice $MnFe_2O_4$ (fișă ICDD 04-013-6574).

33 Spectrul EDX al pulberii de ferită de mangan prezentat în fig. 2 a fost înregistrat cu
un microscop electronic de baleiaj FEI QUANTA FEG 250 (tensiune de accelerare 30 kV,
35 distanță de lucru 10 mm). Spectrul arată prezența elementelor din compoziția acesteia: Mn,
Fe, O și C. Prezența elementului K se datorează spălării insuficiente a probei. Prin analiza
semicantitativă EDX s-a obținut o valoare a raportului masic Fe/Mn de 2,00, apropiată de
37 valoarea teoretică a feritei de mangan (2,03), deci compoziția vizată a fost obținută.

39 Curba de magnetizare a pulberii de ferită de mangan prezentată în fig. 3 arată un
comportament ferimagnetic, cu o valoare a câmpului coercitiv H_c de 0,166 kOe, o valoare a
magnetizării remanente σ_r de 2,87 emu/g și o valoare a magnetizării de saturație σ_s de
41 14,9 emu/g.

43 **Exemplul 2:** se referă la obținerea feritei de mangan utilizând ca solvent un amestec
1,2-propandiol-apă, raport volume 3:2, la temperatura de 150°C.

45 a. 3,2 g $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ și 8,7 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (raport molar $Mn^{2+}:Fe^{3+} = 1:2$) se dizolvă
într-un amestec format din 15 cm³ 1,2-propandiol și 10 cm³ apă distilată; se lucrează la
temperatura ambiantă (aproximativ 25°C).

47 b. 9 g KOH se dizolvă într-un amestec format din 15 cm³ 1,2-propandiol și 10 cm³ apă
distilată; se lucrează la temperatura ambiantă (aproximativ 25°C).

RO 133044 B1

- c. Soluția de KOH se adaugă treptat (5 cm^3 soluție/min) peste soluția de săruri aflată într-un vas de reacție la temperatura de 25°C , sub agitare continuă. 1
- d. Suspensia vâscoasă brun-închis obținută se încălzește treptat, cu un regim termic de creștere a temperaturii de $2^\circ\text{C}/\text{min}$, cu agitare continuă, până la temperatura de 150°C . 3
- După atingerea temperaturii prestabilite, vasul se acoperă pentru a evita evaporarea diolului și se continuă agitarea. 5
- e. În vasul acoperit, suspensia este menținută la temperatură constantă și agitată continuu timp de 4 h. 7
- f. După răcirea suspensiei, aceasta se așază pe un magnet pentru sedimentarea mai rapidă a fazei solide. Supranatanta se îndepărtează și faza solidă se spală cu alcool etilic absolut. 9
- Faza solidă se spală prin decantare cu apă distilată până când în supranatantă nu se mai observă prezența ionului sulfat, ce poate fi pus în evidență prin reacția cu BaCl_2 . 11
- g. Faza solidă se separă de soluție prin filtrare și se mai spală pe filtru cu alcool etilic absolut. 13
- h. Faza solidă se usucă în etuvă apoi se mojarează și se sitează la dimensiunile dorite. 15
- Spectrul de difracție de raze X este prezentat în fig. 4. Toate vârfurile (pic-urile) de difracție corespund fazei spinelice MnFe_2O_4 (fișă ICDD 04-013-6574). 17
- Spectrul EDX al pulberii de ferită obținută, prezentat în fig. 5, arată prezența elementelor din compoziția acesteia: Mn, Fe, O și C. Prezența elementului K se datorează spălării insuficiente a probei. Prin analiza semicantitativă EDX s-a obținut o valoare a raportului masic Fe/Mn de 1,85, apropiată de valoarea teoretică a feritei de mangan (2,03), deci compoziția vizată a fost obținută. 19
- Curba de magnetizare a pulberii de ferită de mangan prezentată în fig. 6 arată un comportament ferimagnetic, cu o valoare a câmpului coercitiv H_c de 0,170 kOe, o valoare a magnetizării remanente σ_r de 3,23 emu/g și o valoare a magnetizării de saturație σ_s de 25,7 emu/g. 21
- 23
- 25
- 27

RO 133044 B1

Revendicări

1

3

1. Procedeu de preparare a feritei de mangan prin co-precipitarea sărurilor de Mn(II) și Fe(III), în soluție diol-apă, **caracterizat prin aceea că**, cuprinde următoarele etape: sărurile de Mn(II) și Fe(III) sunt dizolvate într-un amestec diol-apă la o temperatură cuprinsă între 20 și 60°C, hidroxidul alcalin se dizolvă într-un amestec diol-apă la o temperatură cuprinsă între 20 și 60°C, cele două soluții se amestecă treptat cu o viteză de adăugare de 2...10 cm/min, în amestecul obținut raportul volumic diol-apă fiind de 1:4 până la 4:1, după care amestecul este încălzit treptat, cu o viteză de încălzire de 0,5...5°C/min, până la temperatura de 80...200°C și menținut la această temperatură, cu agitare continuă timp de 2 până la 8 h, rezultând o suspensie de nanoparticule de ferită de mangan magnetică, ca fază cristalină unică de tip spinel, având raportul atomic Fe³⁺:Mn²⁺ cuprins între 2,2:1 și 1,8:1.

11

13

2. Procedeu de preparare a feritei de mangan conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, se folosesc ca săruri de Mn(II) și Fe(III), cloruri, sulfați, azotați sau acetati dizolvate în amestecul diol-apă unde diolul poate fi propandiol, butandiol, pentandiol sau polietilenglicol.

15

17

3. Procedeu de preparare a feritei de mangan conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, hidroxidul alcalin este hidroxid de sodiu sau hidroxid de potasiu, în exces de 10...40% față de cantitatea stoichiometric necesară pentru precipitarea ionilor metalici, dizolvat în amestec diol-apă, și raportul dintre ferita de mangan și solvent este de 5...30 mmoli MnFe₂O₄/50 cm³ amestec diol-apă.

19

21

(51) Int.Cl.

C01G 49/02 (2006.01);

H01F 1/10 (2006.01)

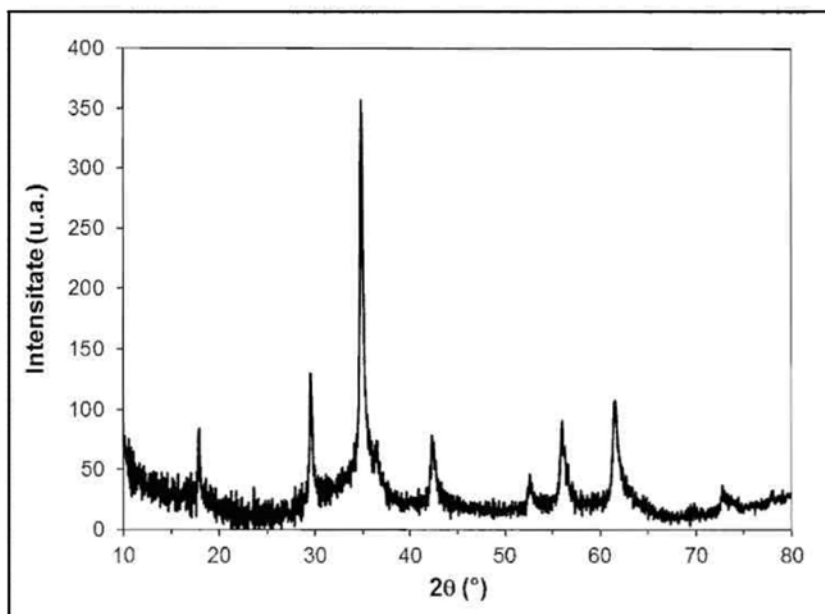


Fig. 1

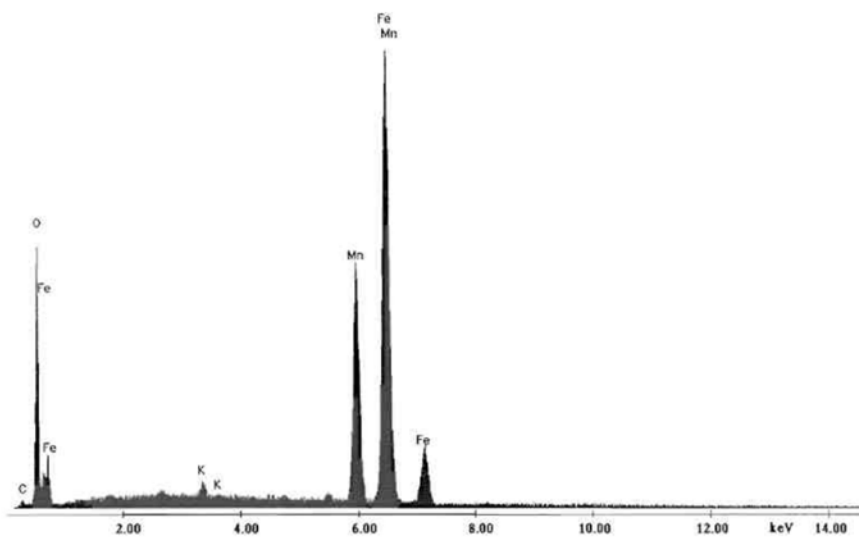


Fig. 2

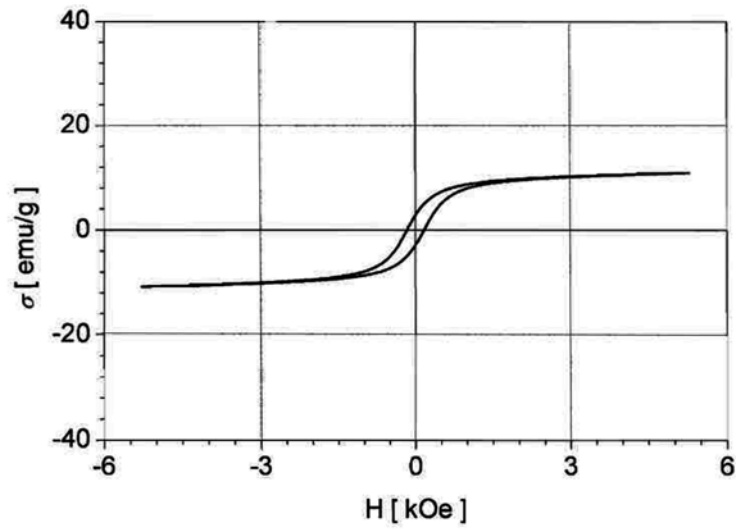


Fig. 3

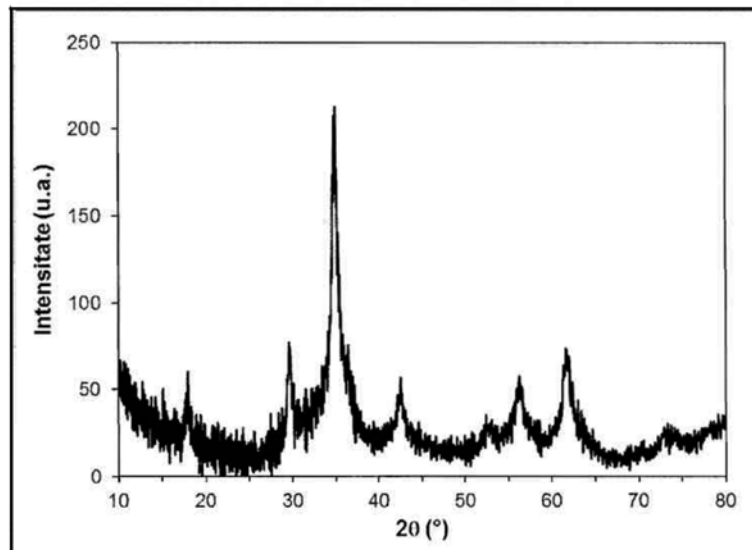


Fig. 4

(51) Int.Cl.

C01G 49/02 (2006.01);

H01F 1/10 (2006.01)

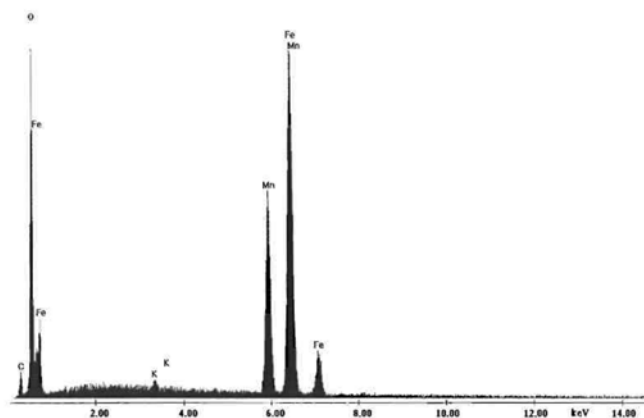


Fig. 5

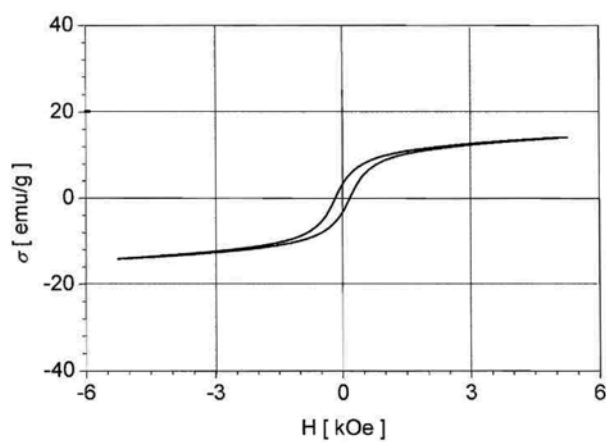


Fig. 6



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 137/2022