

PŘÍPRAVA FÁZOVĚ ČISTÉHO LEPIDOKROKITU Z ROZTOKU SÍRANU ŽELEZNATÉHO

ALEXANDRA ŠOLCOVÁ, JAN ŠUBRT, FRANTIŠEK HANOUSEK, PAVEL HOLBA,
VLADIMÍR ZAPLETAL, JOSEF LIPKA*

Ústav anorganické chemie ČSAV, 250 68 Řež u Prahy

* Katedra jaderné fyziky a techniky, Elektrotechnická fakulta Slovenské vysoké školy technické,
880 19 Bratislava

Došlo 2. 10. 1978

Byl vypracován nový postup přípravy lepidokrokritu (γ -FeOOH) oxidačním srážením vodných roztoků síranu železnatého. Fázová čistota preparátu byla ověřována metodou práškové rtg. difrakce, infračervené spektroskopie a Mössbauerovy spektroskopie původního a tepelně dehydratovaného vzorku.

ÚVOD

Příprava pevných látek srážením z vodných roztoků je obvykle složitým dějem a její studium je velmi náročné zejména tam, kde složení produktu je citlivé na nepatrné změny reakčních podmínek, popř. vznikající pevná fáze je nedokonale krystalická a obtížně identifikovatelná jednoduchými postupy.

Příkladem je oxidační srážení vodných roztoků železnatých solí, jehož produktem, může být celá řada hydratovaných oxidů železa s proměnlivými vlastnostmi (α -, β -, γ -, δ -FeOOH, tzv. „železitý gel“ $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, bezvodý α - Fe_2O_3), často velmi jemně krystalických a obtížně identifikovatelných. Možnosti základních postupů pro stanovení obsahu jednotlivých fází v získaném produktu srážení jsou navíc sníženy i nedostupností čistých krystalických modifikací těchto látek, které by mohly sloužit jako etalony. Zvláště obtížné je získat fázově čisté vzorky metastabilních modifikací, pro jejichž přípravu nelze využít oblastí termodynamické stability. Z metastabilních modifikací, vyskytujících se v produktech oxidačního srážení roztoků Fe^{2+} , vzniká nejčastěji γ -FeOOH (lepidokrokrit).

V literatuře je popsána celá řada postupů pro přípravu syntetického γ -FeOOH. Všechny vycházejí ze solí dvojmocného železa s jedinou výjimkou, využívající topotaktickou hydrolyzu suspenze FeOCl izostrukturálního s γ -FeOOH [1], [2]. Jako výchozí sůl pro přípravu čistého lepidokrokritu oxidačním srážením je prakticky ve všech případech uváděn FeCl_2 [3]—[15]. Pokusy o získání γ -FeOOH z roztoků FeSO_4 většinou nevedly k cíli [12], [16], [17]. Jako oxidační činidla v popsанных postupech přípravy lepidokrokritu bylo využito řady látek, jmenovitě NaNO_2 [3]—[8], NaIO_3 [4], nitrosních plynů [5] a nejčastěji vzdušného kyslíku [9]—[15]. Vzhledem k málo přesvědčivému důkazu fázové čistoty popisovaných preparátů nelze kvalitu těchto produktů spolehlivě posoudit.

Za nejčastěji citovaný je pokládán postup přípravy fázově čistého lepidokrokritu uvedený v Brauerově příručce [4]. Vychází z roztoku FeCl_2 pufrovaného hexamethylenetetraminem a oxidovaného dusitanem sodným. Při pokusech o přípravu fázově čistého γ -FeOOH tímto postupem byly však vždy získány produkty, které obsahovaly vedle γ -FeOOH 20—50 % amorfního podílu, tzv. „železitého gelu“.

Postup popsáný v této práci vychází z roztoku FeSO_4 , který je, na rozdíl od jiných autorů, oxidován vzduchem za konstantního pH a teploty. K ověření fázové čistoty

produktu bylo využito známé skutečnosti, že dehydratací lepidokrokitu v oblasti teplot 280–400 °C vzniká krystalický γ -Fe₂O₃, zatímco ostatní oxidhydroxidy železa dehydratují za těchto podmínek na α -Fe₂O₃. Složení směsi těchto dvou oxidů železa lze stanovit pomocí Mössbauerovy spektroskopie s poměrně vysokou přesností.

POKUSNÁ ČÁST

Použité chemikálie.

Síran železnatý p. a. (Lachema, n. p., Brno), 0,36 M vodný roztok byl nejprve filtrací zbaven případných hydrolytických produktů Fe³⁺ iontů a pak okyselen H₂SO₄ na pH 1,5 pro zamezení nežádoucí oxidace zásobního roztoku. Vodný amoniak 25 % p. a. (Lachema, n. p., Brno).

Identifikační metody

Velikost plochy povrchu vzorku byla stanovena metodou podle Nelssena, a Eggertseny na přístroji upraveném Mangleem [18].

Infračervená spektra byla měřena na přístroji Beckman IR-20 v rozsahu vlnových 250–4000 cm⁻¹; preparace vzorků je popsána v práci [19].

Snímky preparátů byly pořízeny na prozařovacím elektronovém mikroskopu Tesla 242 E při přímém 20000 násobném zvětšení a na rastrovacím elektronovém mikroskopu JEOL 100 B při 10000 a 15000 násobném zvětšení.

Práškové rtg. difraktogramy byly získány na přístroji DRON 1 za použití záření CrK α .

Mössbauerova spektra byla měřena na 612 kanálovém Mössbauerově spektrometru se zdrojem ⁵⁷C v Pd matici, a to při teplotě okolí a také při teplotě kapalného dusíku.

Diferenční termická analýza byla prováděna v přirozené atmosféře vzduchu v oddělených korundových nosičích s termočlánsky chromel-alumel a s práškovým Al₂O₃ jako referenčním materiálem, rychlost ohřevu 10 K/min, navážka 0,5–1 g.

Termogravimetrie byla prováděna rovněž v přirozené atmosféře vzduchu na mikrováhách „Sartorius“ rychlostí ohřevu 10 K/min s navážkou 100 mg na nosiči z křemenného skla.

Diferenční termická analýza byla prováděna v přirozené atmosféře vzduchu v oddělených korundových nosičích s termočlánsky chromel-alumel a s práškovým Al₂O₃ jako referenčním materiálem, rychlost ohřevu 10 K/min, navážka 0,5–1 g.

Termogravimetrie byla prováděna rovněž v přirozené atmosféře vzduchu na mikrováhách „Sartorius“ rychlostí ohřevu 10 K/min s navážkou 100 mg na nosiči z křemenného skla.

Pracovní postup

Hlavní částí aparatury použité pro přípravu γ -FeOOH byla termostátovaná reakční nádoba o objemu 3 l. Do roztoku byly ponořeny kombinovaná skleněná elektroda s referenční SKE pro záznam a regulaci pH, teploměr, čidlo pro regulaci teploty a sonda pro elektrochemické měření koncentrace rozpuštěného kyslíku. Reakční směs byla míchána míchadlem typu Reaktron s měnitelným počtem otáček, které zároveň sloužilo k dispergaci vzduchu přiváděného do roztoku trubičkou

zavedenou pod míchadlo. Přívod neutralizačního činidla byl ovládán autobytretou ABU-13 a pH-statem PHM 63 (Radiometer Copenhagen). V průběhu reakce byl udržován konstantní průtok vzduchu 1,7 l/min, teplota s přesností ± 1 K, hodnota pH $\pm 0,02$ jednotky.

Do reakční nádoby bylo předloženo 1,5 l 0,36 M roztoku FeSO_4 , který byl vyhřát na požadovanou teplotu za mírného míchání (500 ot/min) v proudě dusíku. Pak byl počet otáček míchadla zvýšen na 5000 ot/min a pH roztoku upraveno amoniakem na požadovanou hodnotu. Takto byl rovnovážný podíl železnatých iontů vysrážen jako šedozelený hydroxid železnatý. Pak byl dusík nahrazen vzduchem o zvoleném průtoku a započato s oxidací. Následkem oxidace a hydrolýzy vznikajících iontů trojmocného železa docházelo k okyselení reakčního roztoku a pro udržování konstantní hodnoty zvoleného pH byl do reakční směsi průběžně dávkován roztok amoniaku. V těchto fázích reakce byla v reakční směsi registrována prakticky nulová koncentrace rozpuštěného kyslíku. Tak bylo prokázáno, že dějem, který za těchto podmínek řídí rychlost reakce, je rozpouštění vzdušného kyslíku. Faktory ovlivňující rychlost dispergace, a tím i vlastní oxidace Fe^{2+} , byly pečlivě dodržovány, neboť je známo, že změna oxidační rychlosti má vliv na fázové složení produktu [20].

Teprve v konečné fázi srážení bylo zaznamenáno zvýšení koncentrace rozpuštěného kyslíku a spolu s ním změna barvy suspenze z černozeleňé na žlutooranžovou. Získaný produkt byl promyt na filtru destilovanou vodou až do zmizení reakce na sírany, dále acetonem a éterem a sušen na vzduchu při teplotě místnosti.

Jako optimální pro přípravu čistého $\gamma\text{-FeOOH}$ v popsáném experimentálním uspořádání jsme našli následující podmínky: teplota 293 K, pH 7 a rychlost oxidace $1,33 \cdot 10^{-2}$ mol. min. $^{-1}$.

VÝSLEDKY A DISKUSE

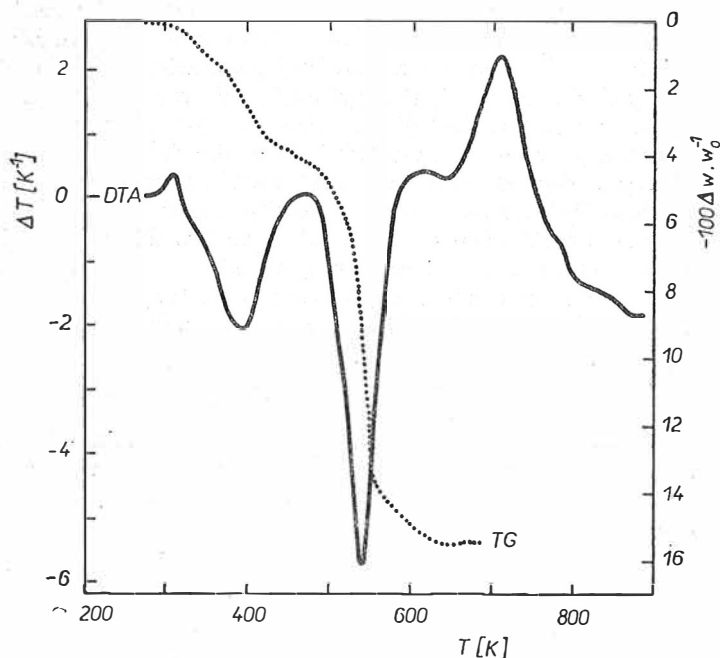
Při popsáném postupu přípravy vzniká $\gamma\text{-FeOOH}$ (lepidokrokrit) v jemně disperzní formě s vysokou hodnotou velikosti plochy povrchu 80–100 m 2 /g. Snímek vzorku pořízený na prozařovacím elektronovém mikroskopu (obr. 1) ukazuje částice $\gamma\text{-FeOOH}$ ve tvaru tenkých lístečků, který je pro tuto modifikaci charakteristický. Jak je patrné ze snímku pořízeného na rastrovacím elektronovém mikroskopu (obr. 2), tvoří jednotlivé lístečky lepidokrokitu kulovité shluky o velikosti přibližně 1 μm .

Analýzou vzorku bylo zjištěno složení 83,4 % hm Fe_2O_3 , 15,4 % hm H_2O a 1,2 % hm SO_4^{2-} . Ve vzorku nebyla zjištěna přítomnost dvojmocného železa, z čehož vyplývá, že síranové ionty jsou vázány jinak, než ve výchozím FeSO_4 . V žádném případě je však nelze z produktu odstranit dalším promýváním. Vzorek obsahuje větší množství vody, nežli by odpovídalo vzorci FeOOH (10,14 %). Tato skutečnost souhlasí s chováním vzorku při zahřívání, které lze vidět na křivkách DTA a TG (obr. 3). Je zřejmé, že dehydratace při ohřevu probíhá ve dvou stupních. Po uvolnění prvního podílu vody zůstává zachována struktura $\gamma\text{-FeOOH}$; takto preparovaný vzorek je hygrokopický a stáním na vlhkém vzduchu postupně opět vodu přijímá. Povaha vazby tohoto podílu vody je diskutována v práci [21] a patrně souvisí s texturou $\gamma\text{-FeOOH}$, která je charakterizována vysokým specifickým povrchem značným množstvím pórů, a tím i zvýšenou schopností povrchově vázat vodu.

Při dalším ohřevu dochází v rozmezí teplot 520–550 K k dehydrataci na $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, který se při cca 700 K transformuje na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [21].

Fázové složení získaných vzorků bylo ověřováno několika identifikačními postupy. Práškový rtg. difraktogram ukázal dobrou shodu nalezených difrakčních linií

s údaji uvedenými pro γ -FeOOH v literatuře [22]. Výsledek měření a srovnání s tabelovanými hodnotami je v tabulce I. Přítomnost dalších krystalických modifikací FeOOH ani Fe₂O₃ nebyla zjištěna. Rovněž IČ spektrum vzorku, uvedené na obr. 4, lze považovat za spektrum fázově čistého lepidokrokitu. Vibrační pásy

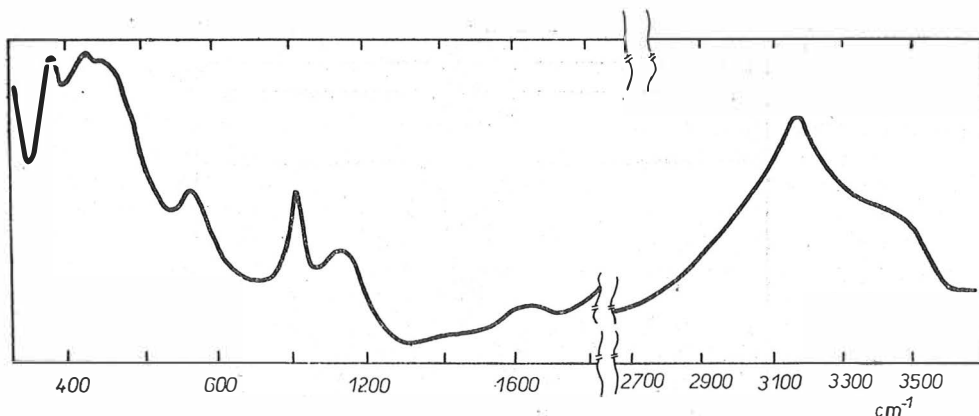


Obr. 3. DTA a TG křivky fázově čistého γ -FeOOH.

Tabulka I

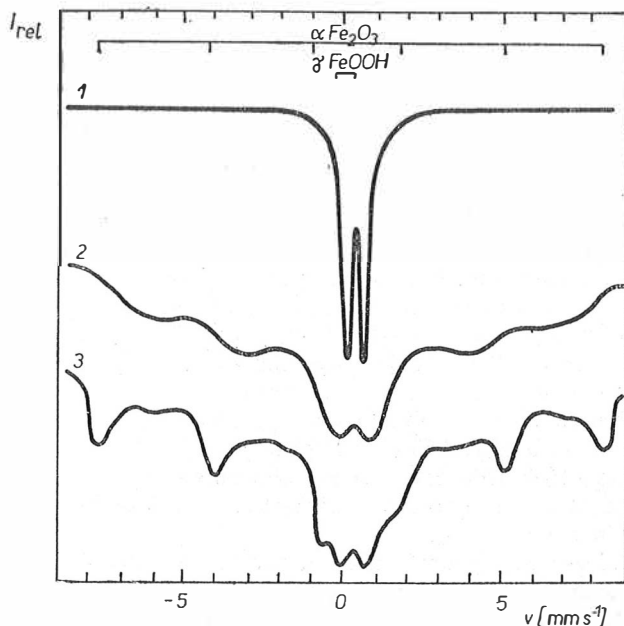
Výsledky rtg difrakce a údaje ASTM 8—98 pro lepidokrokit

Tabelované hodnoty (ASTM 8—98)			Nalezené hodnoty	
d [Å]	I/I_{100}	hkl	d [Å]	I/I_{100}
6,26	100	020	6,29	28
3,29	90	120	3,30	58
2,79	10	011		
2,47	80	031	2,47	100
2,36	20	111	2,37	14
2,09	20	131,060	2,09	20
1,937	70	200,061	1,938	67
1,848	20	220	1,852	6
1,732	40	151	1,735	28
1,566	20	080	1,557	9
1,535	20	002	1,533	37
1,524	40	231	1,521	21

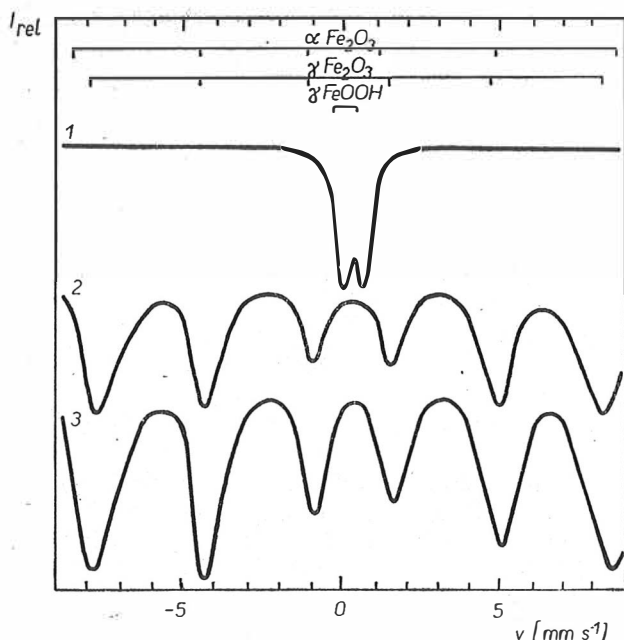


Obr. 4. Infračervená spektra fázově čistého γ -FeOOH.

v oblasti 2860 a 3180 cm^{-1} naznačují přítomnost dvou typů odlišně vázané vody, což je v dobré shodě s údaji DTA a TG. Přítomnost charakteristických absorpčních pásů jiných modifikací oxidhydroxidů železa nebyla prokázána. Mössbauerova spektra měřená při laboratorní teplotě a při teplotě kapalného dusíku jsou uvedena na obr. 5 a 6. Spektrum měřené při pokojové teplotě představuje jednoduchý dublet s kvadrupólovým štěpením 0,562 $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ a izomerním posuvem $\text{IS} = 0,262 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Tento charakter spektra zůstává zachován i při teplotě kapalného dusíku. Obě spektra lze interpretovat jako spektra γ -FeOOH.



Obr. 5. Mössbauerova spektra γ -FeOOH a produktů jeho rozkladu při 623 K, měřená při 293 K; 1 — původní vzorek fázově čistého γ -FeOOH, 2 — vzorek fázově čistého γ -FeOOH dehydratovaný při 623 K, 3 — vzorek γ -FeOOH připravený podle literatury [4] a dehydratovaný při 623 K.



Obr. 6. Mössbauerova spektra γ -FeOOH a produktů jeho rozkladu při 623 K, měřená při 80 K; 1 — původní vzorek fázově čistého γ -FeOOH, 2 — vzorek fázově čistého γ -FeOOH dehydratovaný při 623 K, 3 — vzorek γ -FeOOH připravený podle literatury [4] a dehydratovaný při 623 K.

Ověření fázové čistoty lepidokrokity není jednoduchou záležitostí a většina autorů se touto otázkou ve svých pracích detailně nezabývá. Fázová čistota bývá obvykle dokumentována rtg. difrakcí, která však nemůže prokázat přítomnost případného podílu amorfni složky tzv. „železitého gelu“, nebo dalších jemně disperzních krystalických modifikací. Identifikaci amorfniho podílu do jisté míry umožňuje IČ spektroskopie, avšak ani tato metoda není spolehlivá pro obsah amorfni složky menší než 20%. Ne méně složitá je též interpretace Mössbauerových spekter. Při pokojové teplotě je spektrum γ -FeOOH tvořeno jednoduchým dubletem, jehož parametry jsou velmi blízké hodnotám pro amorfni železitý gel. Rozlišení spekter lepidokrokity a gelu se příliš nezlepší ani při teplotě kapalného dusíku. V oblasti teplot nad 80 K lze vedle sebe stanovit γ -FeOOH a amorfni gel pouze tehdy, jsou-li obě látky zastoupeny přibližně ve stejném množství.

Pro ověření fázové čistoty lepidokrokity je však možno využít skutečnosti, že γ -FeOOH při teplotě 520—550 K dehydratuje nejprve na maghemit γ -Fe₂O₃, který teprve při teplotách 670—720 K se transformuje na hematit α -Fe₂O₃. Amorfni železitý gel stejně jako všechny ostatní oxidhydroxidy železa dehydratuje při teplotách do 620 K přímo na α -Fe₂O₃.

Stanovení směsí γ -Fe₂O₃ pomocí Mössbauerovy spektroskopie nečiní potíže a je velmi přesné. Umožňuje spolehlivě určit 1% příměsi jedné složky vedle druhé. Na základě uvedeného bylo stanovení fázové čistoty lepidokrokity provedeno následujícím způsobem.

Získané vzorky byly na vzduchu nejprve zahřáty rychlostí 6 K/min na teplotu 620 K a poté volně ochlazeny. V takto upravených vzorcích byl stanoven obsah

hematitu pomocí Mössbauerovy spektroskopie. S ohledem na výše uvedený průběh dehydratace odpovídá obsah $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ v upraveném vzorku maximálnímu obsahu příměsí cizích modifikací ve výchozím lepidokrokitu.

Z Mössbauerových spekter takto upravených vzorků vyplynuly následující poznatky. Spektrum měřené při pokojové teplotě (obr. 5) je tvořeno paramagnetickým dubletem na pozadí širokého šestičarového spektra. Takovýto tvar spektra je charakteristický pro superparamagnetické relaxační procesy. Spektrum měřené při teplotě kapalného dusíku (obr. 6) je tvořeno pouze šestičarovým spektrem s hodnotou magnetického rozštěpení, která se dobře shoduje s hodnotami uváděnými pro malé částice $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Ve vzorku nebyl identifikován $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ a tedy lze konstatovat, že výchozí $\gamma\text{-FeOOH}$ mohl obsahovat nejvýše 1 % jiných oxidhydroxidů železitých.

Obdobným způsobem byl studován též vzorek $\gamma\text{-FeOOH}$ připravený postupem podle Brauera [4]. V Mössbauerově spektru vzorku podrobeného dehydrataci, které bylo získáno při pokojové teplotě (obr. 5), je vedle pásů odpovídajících malým částicím $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ i velmi dobře patrný sextet, odpovídající $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Při teplotě kapalného dusíku (obr. 6) vymizela ze spektra paramagnetická složka a spektrum představuje sextet se značně rozšířenými čarami, které jsou superpozicí sextetů $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ a $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ v relativním zastoupení 20 a 80 %. Lze tedy konstatovat, že tento vzorek $\gamma\text{-FeOOH}$ obsahoval jako příměs jinou fázi, pravděpodobně amorfni $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, který se při dehydrataci přeměnil na $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Literatura

- [1] Goldsaur S.: Bull. Soc. Min. 58, 6 (1935).
- [2] Hilpert R. S., Maier K. H., Hoffmann A.: Ber. Deutsch. Chem. Ges. 71, 2676 (1938).
- [3] Ohashi H., Goto H., Hiroshara K., Morozumi T.: Denki Kagaku 45/9, 569 (1938).
- [4] Brauer G.: Handbuch der präparativen Anorganischen Chemie, II Bd. F. Enke Verlag, Stuttgart 1962.
- [5] Kaneko K., Inoneyez K.: Bull. Soc. Chem. Japan. 47, 1139 (1974).
- [6] Ishikawa T., Inoneyez K.: J. Thermal Anal. 10, 399 (1976).
- [7] Kaneko K., Inoneyez K.: J. Chem. Soc., Far. Trans. 72, 1258 (1976).
- [8] Glemeser O.: Ber. Deutsch. Chem. Ges. 56, 1729 (1923).
- [9] Hahn T. L., Hertrich M.: Ber. Deutsch. Chem. Ges. 56, 1729 (1923).
- [10] Albrecht W. H.: Ber. Deutsch. Chem. Ges. 62, 1475 (1929).
- [11] Schickorr G.: Z. anorg. allgem. Chem. 91, 322 (1930).
- [12] Baudisch O.: Chem. Ztg. 53, 450 (1929).
- [13] Baudisch O.: Biochem. Ztg. 258, 69 (1933).
- [14] Kiyama M., Akita T., Shimisu S., Okuda Y., Takada T.: Bull. Soc. Chem. Japan 45, 3422 (1972).
- [15] Feitknecht W.: Zeit. Elektrochem. 63, (1), 34 (1959).
- [16] Tannura H., Goto K., Nagayama M.: Corrosion Sci. 16, 1977 (1976).
- [17] Giovanoli R., Brüttsch R.: Chimia 28, 188 (1974).
- [18] Mangel A.: Silikáty 8, 157 (1964).
- [19] Hanousek F. a kol.: Chem. Listy, v tisku.
- [20] Burewicz A.: Acta Chim. Acad. Sci. Hung. 91, 253 (1976).
- [21] Hamada S., Kuma K.: Bull. Chem. Soc. Japan 49, 3695 (1976).
- [22] Kiyama M., Tikubara N., Takada T.: Bull. Chem. Soc. Japan 46, 323 (1973).

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ФАЗОВО ЧИСТОГО ЛЕНИДОКРОКИТА ИЗ РАСТВОРА СУЛЬФАТА ОКСИ ЖЕЛЕЗА

Александра Шольцова, Ян Шубрт, Франтишек Ганушек, Павел Голба,
Владимир Заплетал, Йозеф Липка*

Институт неорганической химии ЧСАН, Ржеж по Прагой

* *Кафедрa ядерной физики и техники, электротехнический факультет Словацкого
политехнического института, Братислава*

В работе описывается приготовление и контроль фазовой чистоты γ -FeOOH окислительным осаждением растворов FeSO₄. В качестве окислительного реактива использовали кислород воздуха, в то время как для нейтрализации H⁺ ионов, выделяемых при гидролизе Fe³⁺, пользовались водным раствором аммиака. Газово чистую γ -FeOOH получили из 0,36 м раствора FeSO₄ при температуре 293 К и pH 7, который стабилизировали во время всего хода окисления. Скорость окисления — $1,33 \cdot 10^{-2}$ мол. мин.⁻¹. Фазовая чистота образца была доказана рентгенографической дифракцией, инфракрасной спектроскопией и спектроскопией Мессбауэра, анализом ДТА и ТГ кривых и определением фазового состава продукта разложения при 623 К. На основании результатов было доказано, что приготовленная таким образом γ -FeOOH не содержит никаких других модификаций окислов или оксидгидроокислов трехвалентного железа, в то время как образцы, приготовленные стандартным способом согласно литературе [4] содержат всегда 20—50 % аморфной Fe₂O₃ · nH₂O.

Рис. 1. Съемка фазово чистой γ -FeOOH (ленидокрокита) из просвечивающего электронного микроскопа.

Рис. 2. Съемка фазово чистой γ -FeOOH из сканирующего электронного микроскопа

Рис. 3. ДТА и ТГ кривые фазово чистой γ -FeOOH.

Рис. 4. Инфракрасные спектры фазово чистой γ -FeOOH.

Рис. 5. Спектры Мессбауэра γ -FeOOH и продуктов ее разложения при 623 К, измеряемые при 293 К; 1 — исходный образец фазово чистой γ -FeOOH, 2 — образец фазово чистой γ -FeOOH, дегидратированной при 623 К, 3 — образец γ -FeOOH, приготовленной согласно литературе [4] и дегидратированной при 623 К.

Рис. 6. Спектры Мессбауэра γ -FeOOH и продуктов ее разложения при 623 К, измеряемые при 80 К; 1 — исходный образец фазово чистой γ -FeOOH, дегидратированной при 623 К, 2 — образец фазово чистой γ -FeOOH, дегидратированной при 623 К, 3 — образец γ -FeOOH, приготовленной согласно литературе [4] и дегидратированной при 623 К.

PREPARATION OF PHASE-PURE LEPIDOCROCITE FROM FERROUS SULPHATE SOLUTION

Alexandra Šolcová, Jan Šubrt, František Hanousek, Pavel Holba, Vladimír Zapletal, Josef Lipka*

Institute of Inorganic Chemistry, Czechoslovak Academy of Science, 250 68 Řež near Prague

* *Department of Nuclear Physics and Technology, Electrotechnical Faculty, Slovak Technical
University, 880 19 Bratislava*

A procedure is described for the preparation and verification of phase purity of γ -FeOOH by oxidation precipitation of FeSO₄ solutions. Atmospheric oxygen was used as oxidating agent, the H⁺ ions liberated during hydrolysis of Fe³⁺ were neutralized with an aqueous ammonia solution. Phase-pure γ -FeOOH was prepared from 0.36 м FeSO₄ solution at 293 К and at pH 7 which was kept constant throughout the oxidation course. The rate of oxidation amounted to 1.33×10^{-2} mole min⁻¹. The phase purity of the sample was verified by X-ray diffraction, by IR and Mössbauer's spectroscopy, by analyses of DTA and TG curves and by determining the phase composition of the products of decomposition at 623 К. The results have shown that the γ -FeOOH prepared in this way does not contain any other modifications of ferric oxides or oxide-hydroxydes, whereas the sample prepared by the standard procedure according to [4] always contained 20—50% of amorphous Fe₂O₃ · nH₂O.

Fig. 1. Transmission electron micrograph of phase-pure γ -FeOOH (lepidocrocite).

Fig. 2. Scanning electron micrograph of phase-pure γ -FeOOH.

Fig. 3. DTA and TG curves of phase-pure γ -FeOOH.

Fig. 4. IR spectra of phase-pure γ -FeOOH.

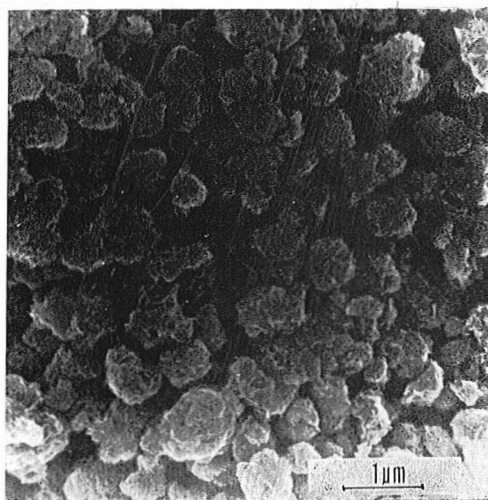
Fig. 5. Mössbauer's spectra of γ -FeOOH and of the product of its decomposition at 623 K, measured at 293 K; 1 — original sample of phase-pure γ -FeOOH, 2 — sample of phase-pure γ -FeOOH dehydrated at 623 K, 3 — sample of γ -FeOOH prepared according to [4] and dehydrated at 623 K.

Fig. 6. Mössbauer's spectra of γ -FeOOH and of the products of its decomposition at 623 K, measured at 80 K; 1 — original sample of phase-pure γ -FeOOH, 2 — sample of phase-pure γ -FeOOH dehydrated at 623 K, 3 — sample of γ -FeOOH prepared according to [4] and dehydrated at 623 K.

*A. Šolcová, J. Šubrt, F. Hanousek, P. Holba, V. Zapletal, J. Lípka:
Příprava fázově čistého lepidokrokitu z roztoku síranu železnatého*



Obr. 1. Fázově čistý γ -FeOOH (lepidokrokitu) z prozařovacího el. mikroskopu.



Obr. 2. Snímek fázově čistého γ -FeOOH z rastrovacího elektronového mikroskopu.