

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 002**

51 Int. Cl.:

C01G 49/08

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.08.2001 PCT/EP2001/09847**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.03.2002 WO0220409**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.08.2001 E 01962973 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2016 EP 1322555**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de magnetitas de bajo contenido de silicio**

30 Prioridad:

08.09.2000 DE 10044397

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

20.10.2016

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln, DE**

72 Inventor/es:

MEISEN, ULRICH

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 587 002 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de magnetitas de bajo contenido de silicio

- 5 La presente invención se refiere a partículas de magnetita, procedimientos para su preparación y a su uso en la producción de tóneres.

10 Las magnetitas en forma de partículas que se preparan a partir de soluciones acuosas mediante un procedimiento de precipitación se conocen desde hace tiempo. Fireman ya obtuvo en el año 1905 una patente (documento US-A 802 928) en la que describe la preparación de magnetita mediante precipitación de sulfato de hierro II con un componente alcalino y posterior oxidación con aire. Partiendo de esta invención básica se han concedido desde entonces numerosas patentes para la preparación de magnetitas según el procedimiento de precipitación.

15 Esos materiales se usaron en primer lugar para la producción de pinturas de todo tipo. La particular ventaja de magnetitas frente a los colorantes orgánicos y negro de humo radica en su mucho mejor resistencia a la intemperie, de tal manera que tales pinturas se pueden aplicar también en el exterior. Además, se preparan magnetitas de precipitación para colorear piezas de moldeo de hormigón, tales como adoquines de hormigón o tejas de hormigón. Desde hace bastante tiempo se emplean las magnetitas también en la electrofotografía para la producción de tóneres. Para la producción de tóneres para copiadoras con tóneres de un componente se emplean de forma particularmente preferente magnetitas que se han preparado según el procedimiento de precipitación. El tóner magnético empleado para esto debe presentar distintas propiedades generales. Con el progresivo desarrollo y mejora de las copiadoras e impresoras, los requisitos al tóner magnético y, como consecuencia, a la magnetita usada para el mismo cada vez fueron mayores. La generación más novedosa de impresoras consigue una resolución de más de 400 dpi (puntos por pulgada), lo que ha llevado al desarrollo de tóneres de partícula fina con una distribución de tamaño de partículas muy estrecha. Esto tiene como consecuencia que las magnetitas requeridas para esto deben presentar una distribución de tamaño de partícula muy estrecha.

25 Además, se requiere un tamaño de partícula determinado, de tal manera que quede garantizada una distribución homogénea de las partículas de magnetita en el tóner terminado. Las propias magnetitas deben tener una resistencia eléctrica suficientemente elevada para estabilizar la imagen latente durante la transferencia electrostática. Además, la fuerza coercitiva, la magnetización de saturación y, sobre todo, la magnetización remanente deben encontrarse en una relación correcta con respecto a las intensidades de campo existentes en la máquina. Por tanto, es necesario desarrollar para cada clase de copiadoras tóner y, por tanto, magnetitas con propiedades especiales.

35 Por tanto, el objetivo de la presente invención es facilitar un procedimiento para la preparación de una magnetita de partícula fina, cúbica, de poco contenido de Si con un tamaño particular medio de 0,1 a 0,3 μm . Tales magnetitas cuboides de poco contenido de Si son particularmente adecuadas para el empleo en impresoras láser de la generación más novedosa (por ejemplo, HP Laserjet 4000). Para este fin de aplicación, los fabricantes de impresoras requieren una determinada combinación de propiedades:

- Fuerza coercitiva aproximadamente 100 Oe
 - Magnetización remanente de 13 a 20 nTm³/g
 - Forma de cubo
 - 45 - Tamaño de partícula de 0,1 a 0,3 μm
 - Superficie BET aproximadamente 7 m²/g
 - Valor de pH (del polvo) de neutro a ligeramente alcalino
 - Densidad aparente en el intervalo central (para magnetitas), es decir, ligeramente por debajo de 1 g/cm³
- 50 Estas magnetitas, a causa de sus propiedades, son adecuadas para el empleo en pinturas para colorear papel, plástico, barnices, fibras y hormigón al igual de para la producción de tóneres magnéticos.

Las magnetitas de precipitación puras sin adición de elementos extraños se pueden preparar, según el documento DE-A 3 209 469, de forma discontinua o, según el documento DE-A 2 618 058, de forma continua. En el caso de las patentes que se han mencionado anteriormente, se emplea FeSO₄ como sal de hierro II. Sin embargo, también es posible emplear para la preparación de una magnetita según el procedimiento de precipitación cualquier sal de hierro II soluble. En particular, se contempla en este caso el empleo de FeCl₂ tal como se ha descrito en el documento DE-A 3 004 718. El empleo de FeSO₄ o FeCl₂ tiene la ventaja de que ambas sustancias se pueden adquirir en grandes cantidades de forma muy económica como sustancias de desecho de la industria procesadora del hierro. Como agentes de precipitación se pueden usar, aparte del hidróxido de sodio empleado más frecuentemente, también CaO o CaCO₃ (documento DE-A 3 004 718), amoníaco (documento DE-A 2 460 493) o Na₂CO₃, MgCO₃ o MgO (documento EP-A 0 187 331). Como oxidante se emplea, por norma general, aire. Sin embargo, se describen también procedimientos para la oxidación con nitratos (documentos DD-A 216 040 y DD-A 284 478).

65

En general, está descrita la preparación de magnetitas sin dopajes y se han descrito bien por Kiyama (Bull Chem. Soc. Japan, 47 (7), 1974, 1646-50). Sin embargo, aquí no se puede encontrar una indicación exacta de cómo se deben preparar las magnetitas requeridas en el planteamiento de objetivos.

En el documento EP 1048619 A1 se describe un procedimiento para la preparación de magnetita de precipitación con adición de un componente de silicato. También en el documento DE19702431 se desvela un procedimiento para la preparación de magnetita de precipitación con adición de un componente de silicato. Ying *et. al.*, J. Beijing Inst. Technol. (Engl. Ed.) 1993, 2 (1), 98-102 y el documento JP43026386 B desvelan procedimientos para la preparación de partículas de hematita cuboides sin adición de un componente de silicato.

El tamaño de partícula y la forma de partícula de las magnetitas se puede controlar mediante el pH de precipitación. En caso de altos valores de pH y valores correspondientemente bajos para la relación Fe-II/NaOH (menor de 0,47), se obtienen octaedros. Estas partículas tienen relativamente la máxima fuerza coercitiva y remanencia. En un intervalo muy estrecho de la relación Fe-II/NaOH-, en aproximadamente de 0,47 a 0,49 dependiendo de la temperatura, se producen partículas cúbicas.

Gracias a una selección adecuada de los parámetros de la técnica del procedimiento es posible ajustar las otras propiedades requeridas. Otro factor influyente importante en la preparación de magnetitas de precipitación es el oxidante. En el caso del oxígeno atmosférico, la eficacia depende de la distribución de las burbujas de aire en la suspensión. En general, con una corriente creciente de aire aumenta la tendencia a la formación de la goethita termodinámicamente más estable. En caso de que se desee preparar magnetitas de partícula fina, es necesario desarrollar un procedimiento que tenga en cuenta todos los hechos que se han indicado anteriormente. Además, es importante que las posibles adiciones (por ejemplo, Si u otros metales) puedan desplazar intensamente la tendencia de formación de magnetita.

El objetivo que se debe resolver comprende, por tanto, también desarrollar un procedimiento para la preparación de una magnetita que sea adecuada en especial para la aplicación en tóneres de un componente de partícula fina. Una magnetita de este tipo debe presentar, aparte de un reducido tamaño de partícula (aproximadamente 0,2 μm), una remanencia especificada de forma precisa, una fuerza coercitiva definida de forma precisa y una estabilidad térmica suficientemente elevada. Además, la magnetita debe presentar una distribución de tamaño de partícula estrecha.

Este planteamiento de objetivos complejo se ha podido resolver facilitando el procedimiento de acuerdo con la invención. Comprende las siguientes etapas:

1. Disposición de un componente alcalino haciendo pasar un gas protector
2. Calentamiento de esta mezcla con agitación a la temperatura de precipitación
3. Dosificación de un componente de hierro II
4. Calentamiento a la temperatura de reacción
5. Oxidación con un oxidante hasta un contenido de Fe III de más del 65 % en moles.

Por tanto, el objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de una magnetita de bajo contenido de Si con un hábito cúbico, con un tamaño de partícula medio (determinado según tomas de microscopio de transmisión con un aumento de 33 000 veces) de 0,1 a 0,3 μm , con una superficie específica de 6 a 9 m^2/g , una fuerza coercitiva (medida con una intensidad de campo de 5000 Oe = 397,9 KA/m) de 80 a 110 Oe (6366 KA/m a 8754 KA/m), una magnetización remanente de 13 a 20 nTm^3/g , un valor de pH de 7 a 10 y una densidad aparente de 0,6 a 0,9 g/cm^3 caracterizado por que:

a. Se dispone un componente alcalino en forma de una solución acuosa bajo gas protector.

b. Se calienta a una temperatura de precipitación de 65 a 85 °C, preferentemente de 70 a 80 °C.

c. Un componente de hierro II con una concentración de Fe de 55 a 105 g/l de Fe, preferentemente de 71 a 97 g/l de Fe y un contenido de Fe-III del 0,2 a 1,5 % en moles de Fe-III, preferentemente del 0,5 a 1,0 % en moles de Fe-III con una velocidad de 0,25 a 1,5 mol Fe/h* mol NaOH se añade hasta un valor de pH de la suspensión medido a la temperatura de precipitación de 8,0 a 9,7, preferentemente de 8,5 a 9,5.

d. La oxidación de la suspensión se lleva a cabo con un oxidante con una velocidad del 7 a 25 % en moles de Fe-II/h, preferentemente del 11 a 23 % en moles de Fe-II/h hasta un contenido de Fe-III del 65 al 75 % en moles de Fe-III.

Como componente alcalino se puede emplear un hidróxido de metal alcalino, un hidróxido de metal alcalinotérreo, un óxido de metal alcalinotérreo, un carbonato de metal alcalino, MgCO_3 o amoníaco. Se emplea hierro II normalmente en forma de un componente de Fe II soluble en agua, aplicándose de forma particularmente preferente FeSO_4 o FeCl_2 . Sin embargo, también es posible emplear otros compuestos de Fe II solubles en agua cuando los mismos están disponibles a precios comparables. Como oxidantes se pueden emplear oxígeno atmosférico, oxígeno puro, H_2O_2 , cloratos de metal alcalino (V), cloratos de metal alcalino (VII), cloro o nitratos. De forma particularmente

preferente, se emplean oxígeno atmosférico, oxígeno puro, H₂O₂ o nitrato de sodio. En el caso de la oxidación, se debe tener en cuenta que no se seleccione demasiado elevada la velocidad de oxidación, ya que entonces se forma α-FeOOH indeseado como segundo compuesto. La velocidad de oxidación se debería encontrar entre el 25 y 7 % en moles de Fe-II/h. Esta oxidación se refiere a una magnetita estequiométrica con el 33,3 % en moles de Fe-II.

Para preparar una magnetita de este tipo a partir de una solución de Fe-II pura se deben oxidar, por tanto, solo el 66,6 % del Fe-II al Fe-III. Si se oxida una carga con 10 moles de sulfato de Fe-II, por tanto, en 5 h hasta magnetita, entonces resulta una velocidad de oxidación del 20 % en moles de Fe-II/h, ya que la cantidad que se debe oxidar de Fe II se encuentra en 6,66 moles.

Una forma de realización particularmente preferente para la preparación de la magnetita reivindicada es la siguiente:

Solución acuosa de hidróxido de sodio con un contenido de 300 g de NaOH por litro se dispone en un reactor de agitación discontinuo con agitación y paso de gas protector. A continuación, se calienta a la temperatura de precipitación pretendida. Si se ha alcanzado la temperatura de precipitación, se precipita con una solución de sal de hierro II (por ejemplo, FeSO₄) hasta que se haya alcanzado el valor de pH pretendido. A este respecto, la temperatura de precipitación se encuentra entre 65 y 85 °C, preferentemente entre 70 y 80 °C. Como componente de hierro II se emplea solución de FeSO₄ o de FeCl₂. Esta solución tiene un contenido de Fe de 55 a 105 g de Fe/l, preferentemente de 71 a 97 g de Fe/l. El contenido de Fe-III de la solución se encuentra entre el 0,2 y el 1,5 % en moles, preferentemente entre el 0,5 y el 1,0 % en moles de Fe-III. El valor de pH pretendido se encuentra entre 8,0 y 9,7, preferentemente entre 8,5 y 9,5.

La dosificación del componente de Fe-II se realiza con una velocidad de 0,25 a 1,5 mol Fe/h*mol NaOH. Después de que se ha finalizado la adición de la cantidad del componente de Fe II, se calienta a la temperatura de reacción. En muchos casos, la temperatura de precipitación y la temperatura de reacción son idénticas, de tal manera que no es necesaria una etapa particular de calentamiento. Si se ha alcanzado la temperatura de reacción, se finaliza la exposición a gas protector y se comienza con la adición del oxidante. En el caso de una exposición a aire, se introduce aire a través de un dispositivo de exposición a gas por debajo del agitador. La velocidad de oxidación seleccionada se encuentra entre el 25 y el 7 % en moles de Fe-II/h preferentemente entre el 11 y el 23 % en moles de Fe-II/h.

La medición de las propiedades de las magnetitas terminadas se realiza según los métodos descritos a continuación:

1. Los valores magnéticos (fuerza coercitiva, magnetización de saturación específica, magnetización remanente específica) se miden en el magnetómetro de vibración de muestras (fabricante Bayer AG, DE) con 5000 Oe = 397,9 KA/m de intensidad de campo.

2. La superficie BET se mide según DIN 66 131.

Mezcla de gases: 90 % de He, 10 % de N₂, temperatura de medición: 77,4 K
Desgasificación a 140 °C, 60 minutos.

3. Análisis elemental Si

El Si se determina mediante análisis espectral mediante ICP-OES.

4. Análisis elemental Fe, Fe-II, Fe-III

Determinaciones según DIN 55 913. El contenido de Fe-II se establece mediante valoración con KMnO₄ mediante un memotitrador (Mettler DL-70). Se determina Fe-III de forma análoga con TiCl₃. El contenido total de hierro se calcula a partir de los dos valores individuales y la pesada. La determinación de los contenidos de las dos soluciones de medición se realiza diariamente.

5. Forma de partícula, tamaño de partícula

Estimación del tamaño y la forma de la partícula a partir de tomas de microscopía de transmisión (TEM) con un aumento de 33 000.

6. Determinación de la densidad aparente

La densidad aparente se determina según EN ISO 787.

7. Determinación del valor de pH (del polvo terminado)

La determinación se realiza según EN ISO 787-9.

Son de bajo contenido de Si en el sentido de la invención las magnetitas con un contenido de Si de como máximo el 0,025 % en peso, preferentemente como máximo el 0,0025 % en peso, de forma particularmente preferente como máximo el 0,001 % en peso.

Ejemplos**Ejemplo 1**

5 En un reactor de agitación con un volumen útil de 100 m³ se pusieron 8000 kg de solución acuosa de hidróxido de sodio con un contenido 300 g/l, lo que se corresponde con 200 kmol de NaOH. Después de conectar la exposición a gas nitrógeno y el agitador, la solución se calentó a 75 °C. En 70 minutos se bombearon ahora 57,5 m³ de solución de sulfato de hierro II con un contenido de 92,3 g de Fe/l. La velocidad de precipitación ascendió, por consiguiente, a 0,407 mol Fe/h*mol NaOH. El contenido de Fe-III de la solución de sulfato de hierro se correspondía con el 0,53 %

10 en moles de Fe-III. Después de la finalización de la adición, se ajustó un valor de pH de 9,2 (medido a 75 °C). Después se desconectó la exposición a gas nitrógeno y se expuso a 450 m³/h de aire a través de un anillo de exposición de gas aplicado debajo del agitador. Se interrumpió la exposición a gas después de 270 min después de que se hubo alcanzado un contenido de Fe III del 69,4 % en moles. Por consiguiente, la velocidad de oxidación ascendió al 22,22 % en moles de Fe-II/h.

15 Después de la finalización de esta reacción, se filtró la suspensión, se lavó minuciosamente con agua completamente desalinizada y se secó en un secador de pulverización de discos con calentamiento directo por gas natural. Antes del secado, la suspensión se mezcló con agua completamente desalinizada hasta 350 g/l de Fe₃O₄ y se secó con un rendimiento de 1500 litros por hora. Mediante el ajuste del quemador se ajustó la temperatura de salida de gas a 115 °C. El tiempo de permanencia medio ascendió a 2 segundos. El polvo obtenido se molió en un molino de impacto.

20

La magnetita obtenida tenía las siguientes propiedades:

Contenido de Si:	0,001 % en peso de Si
Fuerza coercitiva:	103 Oe = 8,19 kA/m
Remanencia específica:	193 Gcm ³ /g = 19,3 nTm ³ /g
Magnetización de saturación específica:	1091 Gcm ³ /g = 109,1 nTm ³ /g
Tamaño de partícula:	0,2 µm
Superficie BET:	8,2 m ² /g
Valor de pH:	8,8
Densidad aparente:	0,72 g/cm ³

25

Ejemplo 2

En un reactor de agitación con un volumen útil de 100 m³ se pusieron 8000 kg de solución acuosa de hidróxido de sodio con un contenido de 300 g/l, lo que se corresponde con 200 kmol de NaOH. Después de conectar la exposición a gas nitrógeno y el agitador, la solución se calentó a 75 °C. En 65 minutos se bombearon ahora 58,43 m³ de solución de sulfato de hierro II con un contenido de 90,9 g de Fe/l. La velocidad de precipitación ascendió, por consiguiente, a 0,444 mol Fe/h*mol NaOH. El contenido de Fe-III de la solución de sulfato de hierro se correspondía con el 0,62 % en moles de Fe-III. Después de la finalización de la adición se ajustó un valor de pH de 9,4 (medido a 75 °C). Después se desconectó la exposición a gas nitrógeno y se expuso a 450 m³/h de aire a través de un anillo de exposición de gas aplicado debajo del agitador. Se interrumpió la exposición a gas después de 300 min después de que se hubo alcanzado un contenido de Fe III del 70,5 % en moles. Por consiguiente, la velocidad de oxidación ascendió al 20 % en moles de Fe-II/h.

30

35

Después de la finalización de esta reacción, se filtró la suspensión, se lavó minuciosamente con agua completamente desalinizada y se secó en un secador de pulverización de discos con calentamiento directo por gas natural. Antes del secado, la suspensión se mezcló con agua completamente desalinizada hasta 350 g/l de Fe₃O₄ y se secó con un rendimiento de 1500 litros por hora. Mediante el ajuste del quemador se ajustó la temperatura de salida de gas a 115 °C. El tiempo de permanencia medio ascendió a 2 segundos. El polvo obtenido se molió en un molino de impacto.

40

45

La magnetita obtenida tenía las siguientes propiedades:

Contenido de Si:	0,005 % en peso de Si
Fuerza coercitiva:	92 Oe = 7,32 KA/m
Remanencia específica:	153 Gcm ³ /g = 15,3 nTm ³ /g
Magnetización de saturación específica:	1140 Gcm ³ /g = 114 nT m ³ /g
Tamaño de partícula:	0,2 µm
Superficie BET:	8,0 m ² /g
Valor de pH:	7,5
Densidad aparente:	0,73 g/cm ³

Ejemplo 3

5 En un reactor de agitación con un volumen útil de 100 m³ se pusieron 7400 kg de solución acuosa de hidróxido de sodio con un contenido de 300 g/l, lo que se corresponde con 185 kmol de NaOH. Después de conectar la exposición a gas nitrógeno y el agitador, la solución se calentó a 75 °C. En 103 minutos se bombearon ahora 52,0 m³ de solución de sulfato de hierro II con un contenido de 96,7 g de Fe/l. La velocidad de precipitación ascendió, por consiguiente, a 0,282 mol Fe/h*mol NaOH. El contenido de Fe-III de la solución de sulfato de hierro se correspondía con el 0,99 % en moles de Fe-III. Después de la finalización de la adición se ajustó un valor de pH de 8,0 (medido a 75 °C). Después se desconectó la exposición a gas nitrógeno y se expuso a 450 m³/h de aire a través de un anillo de exposición de gas aplicado debajo del agitador. Se interrumpió la exposición a gas después de 10 540 min después de que se hubo alcanzado un contenido de Fe III del 71,0 % en moles. Por consiguiente, la velocidad de oxidación ascendió al 11,11 % en moles de Fe-II/h.

15 Después de la finalización de esta reacción, se filtró la suspensión, se lavó minuciosamente con agua completamente desalinizada y se secó en un secador de pulverización de discos con calentamiento directo por gas natural. Antes del secado, la suspensión se mezcló con agua completamente desalinizada hasta 350 g/l de Fe₃O₄ y se secó con un rendimiento de 1500 litros por hora. Mediante el ajuste del quemador se ajustó la temperatura de salida de gas a 120 °C. El tiempo de permanencia medio ascendió a 1 segundo. El polvo obtenido se molió en un 20 molino de impacto.

La magnetita obtenida tenía las siguientes propiedades:

Contenido de Si:	0,011 % en peso de Si
Fuerza coercitiva:	94 Oe = 7,48 KA/m
Remanencia específica:	160 Gcm ³ /g = 16 nTm ³ /g
Magnetización de saturación específica:	1090 Gcm ³ /g = 109 nT m ³ /g
Tamaño de partícula:	0,2 µm
Superficie BET:	7,1 m ² /g
Valor de pH:	8,7
Densidad aparente:	0,84 g/cm ³

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una magnetita con un contenido de Si de como máximo el 0,025 % en peso con un porte cúbico, con un tamaño de partícula medio (determinado según tomas de microscopio de transmisión con un aumento de 33 000 veces) de 0,1 a 0,3 μm , con una superficie específica de 6 a 9 m^2/g , una fuerza coercitiva (medida con una intensidad de campo de 5000 Oe = 397,9 KA/m) de 80 a 110 Oe (6,366 KA/m a 8,754 KA/m), una magnetización remanente de 13 a 20 nTm^3/g , un valor de pH de 7 a 10 y una densidad aparente de 0,6 a 0,9 g/cm^3 , **caracterizado por que:**
 - a. se dispone un componente alcalino en forma de una solución acuosa bajo gas protector,
 - b. se calienta a una temperatura de precipitación de 65 a 85 °C, preferentemente de 70 a 80 °C.
 - c. un componente de hierro II con una concentración de Fe de 55 a 105 g/l de Fe, preferentemente de 71 a 97 g/l de Fe y un contenido de Fe-III del 0,2 al 1,5 % en moles de Fe-III, preferentemente del 0,5 al 1,0 % en moles de Fe-III con una velocidad de 0,25 a 1,5 mol Fe/h* mol NaOH se añade hasta un valor de pH de la suspensión medido a la temperatura de precipitación de 8,0 a 9,7, preferentemente de 8,5 a 9,5 y
 - d. la oxidación de la suspensión se lleva a cabo con un oxidante con una velocidad del 7 al 25 % en moles de Fe-II/h, preferentemente del 11 al 23 % en moles de Fe-II/h hasta un contenido de Fe-III del 65 al 75 % en moles de Fe-III.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el secado se realiza a partir de la suspensión acuosa y se emplea preferentemente un secador por pulverización como aparato de secado.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado por que** la temperatura de secado medida en la salida de gas del secador se encuentra a de 100 a 150 °C, preferentemente a de 110 a 130 °C.
4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el tiempo de permanencia medio durante el secado asciende a menos de 5 segundos.
5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** como componente alcalino se emplean amoníaco, hidróxidos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo, carbonatos de metal alcalinotérreo o MgCO_3 .
6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 bis 5, **caracterizado por que** como oxidante se emplean oxígeno atmosférico, H_2O_2 , cloro, cloratos de metal alcalino o nitratos.
7. Uso de la magnetita que se puede obtener de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para la producción de tóneres.
8. Uso de la magnetita que se puede obtener de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 para colorear hormigón, plásticos, papel o para la producción de pinturas y barnices.