

K1.2575

=====

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

153548

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtencion de cinc purisimo"

POR

I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft y

Duisburger Kupferhütte

DE

Frankfurt a/Main la 1ª y

Duisburg la 2ª

=ALEMANIA=

1 53548

PATENTE DE INVENCION

Lev. Kl. 2575

153548



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de cinc purísimo"

Solicitantes: I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft y  
Duisburger Kupferhütte, domiciliados los  
primeros en Frankfurt a/Main y los segundos  
en Duisburg, ALEMANIA.

- La obtención electrolítica de cinc se realiza hasta ahora de tal modo que se procede a la lixiviación de materias de óxido o carbonato, que contengan cinc, por medio de soluciones de ácido sulfúrico, purificando estas
5. soluciones con el máximo cuidado y procediendo después a la electrolisis con ánodos insolubles y chapas catódicas sólidas. En la suposición de que la pureza de las soluciones responda a las severas exigencias que de ella se requieren, el cinc se precipita sobre los catodos en forma de chapas
10. densas. El metal así obtenido contiene el 99'9% hasta 99'99% de cinc, aparte de pequeñas proporciones de impurezas que son indeseables para muchas aplicaciones.

- La electrolisis con anodos insolubles es la única forma de obtención electrolítica de cinc que se ha
15. impuesto en la práctica. Efectivamente, se han propuesto

153548

- 2 -



- algunos otros métodos, pero su realización práctica resultó imposible. Así se propuso hace algun tiempo, elaborar soluciones de sales de cinc en cinc electrolítico, electrolizando estas soluciones contra cátodos de amalgama,
20. intentando después conectar, en un segundo electrolito de cinc, la amalgama así obtenida como ánodo y precipitando cinc en un cátodo sólido. Esta segunda fase del procedimiento, es decir, la obtención de cinc a partir de la amalgama de cinc, habría de realizarse en una célula electrolítica,
  25. cuyo fondo estaba cubierto por la amalgama que servía de ánodo, mientras que el cátodo quedaba suspendido en el electrolito, en posición perpendicular. Este procedimiento no tiene ya desde luego valor práctico alguno, porque solo se obtienen por el mismo capas de cinc en extremo finas,
  30. que apenas se dejan despegar, y porque hasta con electrolitos purísimos, fuertemente mezclados con coloides, se forman en la parte inferior de los ánodos, orientada hacia la amalgama, poco después de insertarse la corriente, protuberancias de cinc, los llamados brotes de cinc, que con motivo de
  35. corto circuitos. Además contiene el cinc así obtenido siempre considerables cantidades de mercurio que limitan la posibilidad de su aplicación. Pero, aun colocando los cátodos en sentido horizontal sobre la amalgama, no se llega tampoco a un procedimiento técnicamente
  40. útil; aparte de que tales células ocupando mucho espacio, producirían solamente poco cinc, trabajan tambien con elevadas tensiones y suministran igualmente capas de precipitados que contienen mercurio, desiguales y difícilmente despegables.
  45. Casualmente se comprobó que es fácil obtener cinc despegable, de máxima pureza, por ejemplo con 99,999% de Zn o más, con gran ventaja técnica, transfiriendo en amalgama el cinc del material de partida y extrayendo de ésta amalgama el cinc metálico por vía electrolítica.
  50. Esto se logra cubriendo con una delgada capa de amalgama

153548



- 3 -

- de cinc, que forma el ánodo, las superficies de soporte de este modo previamente tratadas, disponiendo estos ánodos en posición vertical, paralelamente a los cátodos, también en posición vertical, cuyos bordes se protegen con listones.
55. Los ánodos y cátodos van sumergidos en un electrolito constituido por la solución ácida de una sal de cinc, eliminándose parcialmente el cinc de la amalgama del ánodo, reincorporándose acto seguido la amalgama al proceso para ser nuevamente concentrada.
60. De este modo, no solo se logra vencer todas las dificultades técnicas que han imposibilitado hasta ahora el empleo de la amalgama de cinc como fase intermedia en la obtención del cinc electrolítico, sino que al mismo tiempo se hace viable el camino para la obtención de un cinc de pureza no igualada. También de materias muy impuras, por ejemplo, soluciones de sales de cinc con un porcentaje de impurezas tan elevado que la explotación electrolítica parecía hasta ahora una locura, se obtiene sin dificultad un cinc metálico en el que resulta
65. imposible, aun con los métodos analíticos, físicos o químicos, más refinados, demostrar la presencia de impurezas de efecto venenoso, como plomo, cadmio, talio, estaño, hierro, etc. que, por lo menos como vestigios, existían en las clases de cinc de mayor pureza, conocidas hasta hoy. Esta
70. pureza extraordinaria no se logra por procedimientos de purificación especialmente elegidos, sino sencillamente por el empleo de la amalgama de cinc como fase intermedia, lo que hasta ahora no se había logrado técnicamente. Es maravilloso que la amalgama como substancia intermedia
75. constituye una fase de purificación de una eficacia tan enorme, pero, naturalmente, tan solo si se utiliza con arreglo al invento. Esta acción purificadora se manifiesta sin excepción en todas las substancias que acompañan al cinc, sin que importe si son más o menos nobles que éste,
80. si forman o no amalgama y si su amalgama es soluble, poco



- soluble o insoluble en el mercurio. Por lo tanto, de este modo no solo se alejan del producto final los alcalinos y alcalinotérreos, grupos del hierro y metales coloreados, sino tambien las sustancias raras que le acompañan, tales como
90. indio, galio y talio. La concentración de estas impurezas en el material de partida carece de influencia. Es de particular importancia, en la producción electrolítica de la amalgama de cinc segun el invento, que las impurezas del electrolito base no influyan en la formación
95. de la amalgama de cinc en el cátodo, o que dicha influencia no sea decisiva, lo que no era así en las electrolisis de cinc empleadas hasta ahora. No obstante, la acción purificadora de la fase intermedia puede aprovecharse tambien cuando la amalgama de cinc no se produce por vía
100. electrolítica. Todas estas circunstancias, de tanta importancia en la técnica, eran desconocidas hasta ahora, porque no se pueden deducir de las propiedades de la amalgama descritas en la literatura, y la fabricación de cinc electrolítico, a base de amalgama de cinc, era
105. técnicamente imposible hasta la fecha.

- Cuando la amalgama activa se obtiene por electrolisis de soluciones impuras de sales de cinc, conviene someter este electrolito a una purificación, al objeto de retardar la saturación de impurezas de la amalgama. Como se sabe, la
110. purificación de los electrolitos de cinc se hizo hasta la fecha tratando las soluciones, a temperaturas elevadas, con cinc en polvo, eliminando el plomo, cadmio, cobre, cobalto, níquel y otros metales. Esta purificación es muy difícil y costosa, las soluciones tienen que calentarse a
115. temperaturas muy elevadas, filtrar muy rápidamente y requiere un exceso considerable de cinc metálico en polvo, caro y casi siempre adquirido en otras fábricas. La experiencia ha demostrado la frecuencia de fallos. Para obviarlos se han propuesto en la literatura una serie de
120. modificaciones, en parte carísimas, como por ejemplo la



- adición a la solución de cementación de polvo de cinc cobreado, de sales de cobre o de tartaro emético. Por el contrario, se ha comprobado que el invento permite purificar, con gran ventaja, soluciones impuras de sales de cinc, de
125. preferencia las que contienen hierro, níquel o cobalto, sometién-delas a una purificación previa mediante un tratamiento con amalgama líquida de cinc y transformán-dolas luego por electrolisis, con cátodos de mercurio, en una mezcla de amalgamas que se purifica intermitente o continúa-
  130. mente por filtración, decantación u otra operación adecuada para la separación de precipitado y de solución. Para el tratamiento de la solución con amalgama líquida de cinc se puede utilizar la amalgama que se produce en la fase siguiente, de electrolisis o también amalgama que se produce
  135. disolviendo cinc metálico en mercurio, o de otro modo. Conviene emplear la amalgama usada en la purificación, en forma de delgadas películas o capas, que se colocan en pequeñas placas bases de un metal insoluble en mercurio y debidamente amalgamados, Durante este proceso, se elimina
  140. del electrolito una serie de impurezas, tales como cobre, plomo, cadmio, talio, estaño, etc. y se disuelve una cantidad correspondiente de cinc de la amalgama. Las impurezas se pueden recuperar regenerando el mercurio utilizado, ya sea por destilación del mercurio o haciendo reaccionar la
  145. amalgama, si fuera preciso fraccionada, con ácido nítrico, nitrato mercurioso u otros reactivos convenientes. Pero algunas impurezas, particularmente el hierro y el cobalto, no quedan eliminados por esta purificación, al contrario de lo que ocurre en la cementación por cinc en polvo, de
  150. modo que esta operación no interesa para la electrolisis de cinc con cátodo fijo, por ejemplo para el procedimiento Tainton, Giesche o Anaconda. Casualmente se ha comprobado que todas las impurezas, no eliminadas, que pasan con el cinc al mercurio durante la fase siguiente de la electrolisis
  155. de la amalgama, se pueden eliminar por completo mediante

1 53548

- 6 -



- una sencilla filtración, decantación u otra operación adecuada para la separación de precipitado y líquido. Técnicamente, tiene una importancia especial que precisamente estas impurezas, que solamente se eliminan por la filtración de la
160. amalgama, no se disuelven, ni en vestigios, al separar el cinc en la descomposición anódica de la amalgama, con arreglo al invento, si bien durante la obtención de ésta, las impurezas se comportan con caracter de metales menos nobles que el cinc. Estas impurezas tienen además, como
  165. se ha comprobado, la propiedad importante de depositarse en forma de película sobre superficies de hierro amalgamadas, de modo que se puedan retirar continua y automáticamente por medio de sencillos dispositivos. Estas películas tambien se forman en las placas anódicas, donde no
  170. perturban y donde pueden quitarse de vez en cuando por raspadores, a no ser que se prefiera otro procedimiento de purificación. El procedimiento con arreglo al invento permite tambien recuperar el cinc purísimo electrolítico de polvos metálicos de cinc, chatarra de cinc o residuos de
  175. aleación de cinc cuando la amalgama activa de la electrolisis anódica se obtiene de tales materias, disolviéndolas en mercurio. Hasta ahora, se solía regenerar los residuos del cinc por fundición y expenderlos nuevamente bajo el nombre de "Remelted" o "Garanttiezink". Pero estos productos no son
  180. de gran pureza, ni siquiera alcanzan la pureza del cinc metalúrgico, porque la acción purificadora de estos procedimientos de regeneración es insuficiente; tales productos no pueden emplearse en el laminado o para la fabricación de latón, ni mucho menos para aleaciones de fundición
  185. inyectada de gran pureza. Además, por este procedimiento solo se puede tratar la chatarra de cinc que cumpla determinadas exigencias mínimas respecto de las impurezas que contenga. Con arreglo al procedimiento del invento, se pueden transformar directamente en cinc metálico purísimo,
  190. los desperdicios con muchas impurezas, siempre que dichos



- desperdicios tengan caracter metálico. Se logra con particular ventaja la obtención de amalgama de cinc partiendo de chatarras de esa naturaleza, operando a temperaturas elevadas y en presencia de ácidos, por ejemplo de ácido sulfúrico diluido. El procedimiento se presta también para la regeneración de chatarra de aleaciones de cinc; el aluminio y el magnesio ya se separan durante la obtención de la amalgama y pasan a la solución acuosa. Las placas que sirven de base al ánodo en la descomposición anódica de la amalgama, pueden ser de hierro, níquel, cobalto, aceros y en general de un metal insoluble o difícilmente soluble en el mercurio, siempre que dicho metal se comporte de modo más noble que el cinc, como ocurre por ejemplo con el cobre. Es de importancia esencial para la realización del procedimiento que las placas, base de los ánodos, estén ligeramente galvanizadas. Se pueden recubrir placas no galvanizadas, por ejemplo, de hierro, con una capa delgada de ciertas amalgamas, por ejemplo amalgama de sodio, pero no es posible hacerlo con amalgama de cinc.
195. Así se explica que hasta la fecha no se haya podido realizar una electrolisis anódica, particularmente con amalgama de cinc, técnicamente aprovechable. Según el invento, el tratamiento previo de galvanizado de las placas anódicas que conduce a la incorporación de cinc en la superficie de la placa y permite la adherencia perfecta e incorruptible, incluso por sollicitación anódica, se hace antes de la utilización de las placas, por vía electrolítica o pirógena; también es posible conseguir un galvanizado con metal líquido aplicado con pistoleto.
200. La galvanización esencial para el procedimiento de la placa del ánodo, se puede obtener también sometiendo las placas a la acción de la amalgama de cinc y ácidos concentrados, de preferencia ácido clorhídrico concentrado o a la de amalgama de cinc y ácidos más débiles, pero a temperaturas más elevadas, de preferencia superiores a
- 205.
- 210.
- 215.
- 220.
- 225.

153548



- 8 -

70 grados. Placas anódicas tratadas de este modo quedan perfectamente cubiertas de una capa uniforme de amalgama de cinc, presentando así una buena amalgamación, sin la cual no es posible un servicio perfecto ni la obtención de  
230. cinc metálico purísimo, en especial del exento de mercurio.

Para la obtención de un cinc purísimo, es necesario equilibrar la reacción de modo que solo se disuelva una fracción del cinc existente en la amalgama del ánodo, reincorporando la mayor parte del cinc, con el mercurio,  
235. al proceso, para la nueva concentración. Una parte de las impurezas que acompañan al cinc de la materia de partida, vá saturando paulatinamente la amalgama, de modo que ésta se retira de vez en cuando y se purifica de modo adecuado. No obstante, la obtención de cinc al 99,999% de una amalgama,  
240. en la cual las impurezas representan un tercio del peso del cinc, no ofrece dificultades cuando no se elimina de la amalgama mas que un 10% del cinc, conservando el resto en el circuito.

El invento se puede aplicar técnicamente de  
245. distinta manera; por ejemplo, las placas del ánodo, que han de ser amalgamadas, se pueden preparar en forma de chapas fijas rectangulares, que se riegan desde la parte superior con la amalgama; no obstante, se pueden utilizar tambien coronas o chapas anulares que se deslizan sobre  
250. rodillos y se sumergen en parte en la amalgama, u otros dispositivos parecidos. Las figuras 1 y 2 de los adjuntos dibujos detallan una forma preferente de ejecución del invento. En un recipiente de células, revestido de goma, a se extiende la amalgama de cinc que forma los ánodos, en  
255. delgadas capas, sobre discos metálicos b, circulares, que giran alrededor de un eje central c, y cuya superficie ha sido tratada con arreglo al invento. La mitad inferior de los discos pasa por la amalgama y la mitad superior por el electrolito h. El eje c y los discos anódicos unidos  
260. a él, son puestos en lento movimiento de rotación por



- medio de la polea m. En la amalgama se han dispuesto cuerpos de desplazamiento k, que han de disminuir el volumen útil que en la célula ocupa la amalgama. El electrolito puede circular lentamente a través de los tubos f y salidas g y
265. mediante una bomba no representada en el dibujo; no obstante, es conveniente que el electrolito tenga el mínimo de movimiento. Los cátodos e pueden ser de forma rectangular o semicircular y ser de cinc; se ha comprobado casualmente que a pesar del conocido efecto venenoso del
270. mercurio sobre aluminio, es posible emplear aquí el aluminio, que tanto renombre tiene como material de cátodo para cinc. Los cátodos reciben la corriente por las barras i, montadas en aislamiento, mientras que los discos anódicos están unidos, a través de la amalgama y
275. del cuerpo celular, a la borna l. Conviene mantener las chapas del cátodo en su lugar mediante guías laterales, del modo indicado en la figura 3 y fijar exactamente su distancia del ánodo; conviene también proteger los bordes de las placas del cátodo mediante listones, que evitan la formación
280. de flores de cinc, producidas por el efecto en los bordes. Se ha comprobado que los listones de goma blanda ofrecen ventajas técnicas especiales; particularmente facilitan la separación de las chapas de cinc. Los listones, colocados en los bordes inferiores de los cátodos, cuando estos son
285. de aluminio, han de tener el perfil de una canal doble, tal como lo representa el corte II-II de la figura 3. Los listones en la periferia semiesférica de los cátodos pueden tener el perfil sencillo del corte I-I. Colocando un taco, como el indicado en III-III de la figura 3, se logra un
290. perfil del borde de la chapa de cinc electrolítica que facilita la acción de la cuchilla. El peligro de la formación de flores de cinc se evita también aumentando en algunos centímetros la superficie catódica respecto de la superficie anódica opuesta, destinada a la producción
295. de chapas de cinc; al emplear cátodos rectangulares, la



- superficie sobrante puede protegerse con goma. Durante la electrolisis se conserva la perfecta amalgamación, cuando el electrolito empleado contiene ácido de concentración 1 n, o algo más; operando con electrolitos de distinta
300. concentración, suelen quedar comidas las placas, particularmente si son de hierro; la amalgama se desprende en trozos cada vez mayores y la producción de la célula se paraliza. El electrolito puede contener sulfato de cinc, cloruro de cinc u otra sal de cinc, fácilmente soluble, o
305. bien una mezcla de tales sales; pero pueden añadirse también sales, cuyos cationes posean una tensión más elevada para la separación que el cinc, por ejemplo, sales alcalinas. Ofrece grandes ventajas el empleo de un electrolito de sulfato de cinc con ácido sulfúrico, concentración 200 grs/l
310. de  $\text{SO}_4 \text{H}_2$  y 55 grs/l de Zn en forma de sulfato de cinc. Es de máxima importancia que el electrolito empleado sea químicamente puro y particularmente exento de vestigios de antimonio, de estaño, de cobalto y de níquel. Las sales de cinc comerciales, incluso las de pureza más elevada, que
315. se han logrado hasta ahora, no cumplen esta condición. Se logra un electrolito de la pureza deseada, poniendo las células en servicio, por primera vez con ácido sulfúrico purísimo, que no contenga ninguna sal de cinc; en el ánodo se disuelve cinc, mientras que en el cátodo se desprende
320. hidrógeno y se consume ácido sulfúrico. A medida que aumenta la concentración del cinc en el electrolito, en el cátodo se separa cinc, simultáneamente con el hidrógeno, lográndose un rendimiento eléctrico cada vez mejor; pero en cantidad muy inferior que la cantidad de cinc que se
325. disuelve en el ánodo. Por lo tanto, la concentración del cinc en el electrolito aumenta constantemente y lo hace en proporción inversa a su valor absoluto; al mismo tiempo se consume ácido sulfúrico. Finalmente, el electrolito adquiere la composición óptima que requiere
330. la realización del procedimiento, pero, esta concentración,



- se desplaza después lentamente en el sentido de que la concentración del cinc aumenta y la del ácido sulfúrico disminuye. Con arreglo al invento se logra mantener constante la composición del electrolito, empleando dos grupos
335. de células de electrolisis con cátodos fijos; una de las células ha de tener ánodos amalgamados y la otra ánodos insolubles y entre ambos se ha de renovar los electrolitos de modo continuo o intermitente. Se vé pues, que la disminución del ácido en las células con ánodos
  340. amalgamados equivale exactamente al aumento de la sal de cinc y que en la célula que lleva el ánodo insoluble se genera una cantidad de ácido estequiométricamente igual al cinc metálico precipitado en dichas células; ambos fenómenos son independientes del mayor o menor rendimiento
  345. de la corriente. Regulando de modo adecuado, en función del rendimiento de ambas corrientes, la proporción numérica de las dos clases de células o de las cantidades de corriente que las corresponden, y haciendo circular el electrolito, de modo uniforme o intermitente, desde las células
  350. con ánodos amalgamados a las células de ánodo inatacable y desde allí nuevamente a las células de ánodos amalgamados, la composición del electrolito permanece constante y todo el cinc que existe en la amalgama se transforma sin residuo en cinc metálico purísimo, sin que sea necesario
  355. sustituir el electrolito. Sea por ejemplo 1 : 10 la relación entre las dos corrientes; como ánodo inatacable se pueden utilizar redes de platino o ánodos Tainton. Se ha comprobado que en la electrolisis anódica de la amalgama, el electrolito no se satura de impurezas, sino que, por
  360. el contrario, resulta cada vez mas puro, con lo que aumenta también la pureza del cinc precipitado de modo insospitado y hasta ahora no igualado. Conservando constante la concentración del electrolito con arreglo al invento, es posible trabajar constantemente con un electrolito de máxima
  365. pureza, que no se desgasta, y evitar las impurezas que suelen ser arrastradas continuamente en los procedimientos anteriores de electrolisis de cinc con electrolite

153548



constantemente renovado.

El procedimiento del invento, ofrece la ventaja de

370. que el electrolito, al contrario de lo que ocurre en otras electrolisis de cinc, no contiene coloides, materias adsorbentes ni materias en suspensión, por lo tanto es ópticamente claro. Se ha comprobado que esta condición es esencial para la obtención de un cinc metálico exento

375. de mercurio; pero para la obtención de un cinc purísimo, no es suficiente prescindir de la adición de coloides, considerada imprescindible hasta hoy en la electrolisis de cinc; mas bien es necesario preservar al electrolito de todo contacto con materias que desprenden coloides,

380. como madera, goma deficiente o paños de filtros. La ausencia de los coloides no ofrece dificultades técnicas las chapas resultan tan lisas como con electrolitos coloidales y hasta se pueden quitar mejor de las placas catódicas. Solo es posible prescindir de la adición de

385. coloides cuando el electrolito empleado no contiene ni vestigios de impurezas metálicas.

Se ha comprobado tambien que un cinc de esta naturaleza, purísimo, particularmente exento de mercurio, solo se logra evitando durante el transporte de la amalgama por

390. el dispositivo los movimientos turbulentos, particularmente caídas de amalgama, en todos los puntos en que ésta está en contacto con el electrolito de la electrolisis de la amalgama anódica. Por la misma razón, la velocidad de giro de la placa anódica ha de ser lo más lenta posible, siendo

395. conveniente que no exceda de dos a seis r.p.m. La exención de mercurio requiere tambien que la amalgama introducida en las células no arrastre productos de oxidación de dicha amalgama. Estos productos de oxidación se forman, por ejemplo, al estar la amalgama en contacto con el aire y

400. se manifiestan en forma de escorias pulverulentas o pastosas, que el filtro, montado en el lado de entrada de la amalgama, retiene por completo. Conviene que entre la célula productora de la amalgama y de la descomposición, se dispongan dos filtros, y después de la célula de



405. descomposición, se ponga otro filtro; entre los dos primeros se riega la amalgama con el electrolito usado de la célula de descomposición.

En la literatura ya se ha dicho que un pequeño porcentaje de mercurio puede influir en las propiedades del cinc. Así, por ejemplo, aumenta la resistencia a los ácidos y se mejoran otras propiedades de resistencia y tecnológicas. Un porcentaje apreciable de mercurio tiene una influencia marcadamente perjudicial, sobre muchas propiedades. De todos modos, la concentración de esta impureza en el cinc metálico desempeña un papel decisivo, particularmente cuando se han de sintonizar sus ventajas y defectos.

En ciertas circunstancias conviene, pues, añadir en la célula al cinc electrolítico obtenido de amalgama de cinc, un porcentaje de mercurio perfectamente definido. Esto se puede lograr haciendo girar los discos anódicos a mayor velocidad, por ejemplo hasta 30 r.p.m., en caso necesario, después de haber añadido al electrolito cantidades dosificadas de coloides y materias en suspensión. De este modo, el porcentaje de mercurio se puede regular dentro de límites interesantes desde el punto de vista de la calidad y técnicos, que son 0.001 y 0,1. En electrolitos exentos de coloides, ópticamente claros y con el mínimo de rotaciones del ánodo, se logran chapas de cinc, cuyo porcentaje de mercurio está ya en el límite de las posibilidades del análisis, por ejemplo en 0,0002 %.

EJEMPLO 1.-

Una solución de cloruro de cinc, a la temperatura de 40 grados, que además de otras diversas impurezas contiene por litro 95 g. de Zn, 1,2 g de Cd, 0,80 g de Pb y 1,4 g de Fe, se transforma con una cantidad de 200 kgs de amalgama de cinc al 1% por cada metro cúbico de solución, en contracorriente, y después se somete a la electrolisis, empleando cátodos de mercurio y ánodos de grafito, con una densidad de corriente catódica de 1750 amperios



- cubierta. Una vez conectada la corriente, que empieza con una densidad catódica de 700 amperios por metro cuadrado, la concentración en cinc del electrolito aumenta primeramente de prisa y después cada vez más despacio, mientras que disminuye
480. la concentración de ácido sulfúrico. Al cabo de 24 horas ya se puede suspender la electrolisis y sacar las primeras capas de cinc. Al cabo de algunos días, el electrolito ha adquirido una composición de unos 100 grs. de cinc por litro, en forma de sulfato de cinc. y 100 grs. por litro de ácido
485. sulfúrico, cantidades que se mantienen constantes retirando continuamente pequeñas cantidades del electrolito; estas cantidades se sustituyen por ácido sulfúrico. El electrolito retirado de la célula se recoge y se pasa a un vaporizador al vacío, para su cristalización. Como producto secundario
490. se obtiene sulfato de cinc purísimo cristalizado. Los cátodos se sacan cada 20 horas y se limpian con un cuchillo afilado, las chapas de cinc electrolítico obtenidas se funden bajo una capa de cloruro de cinc y de amonio y se cuelan en barras. El cinc obtenido tiene una pureza de 99,9995%. La
495. célula generadora de la amalgama y la de descomposición están conectadas en serie y la célula de descomposición tiene un circuito secundario en paralelo que absorbe el 8% de la corriente de la electrolisis, de modo que dicha célula trabaja con el 92% de la corriente que pasa por la primera
500. célula.

EJEMPLO 2.-

- Se parte de un polvo de alto horno de la siguiente composición: 70,70% Zn, 6,13% Fe, 1,36% Pb, 1,10% de residuo insoluble en los ácidos 1,00% CaO, 0,60% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,25% Mn,
505. 0,08% MgO, 0,01% Cu, 0,01% Ni, 0,01% Co, 0,60% S y 0,35% Cl.

- El polvo se mezcla con agua para formar una pasta y se trabaja con amalgama de cinc al 1,5% durante 25 minutos a la temperatura de 40 grados en presencia de ácido sulfúrico al 20%. Se obtiene una amalgama de cinc al 3% que se lava
510. con agua y se pasa a una célula de electrolisis que coincide

53548

- 16 -



aproximadamente con la célula descrita en el ejemplo 1. Pero los discos anódicos de la célula son de hierro y están tratados durante 3 horas con ácido clorhídrico al 30%, en presencia de amalgama de cinc al 3%. De este modo han

515. absorbido superficialmente cinc y por lo tanto han recibido una amalgamación pulida y densa que resiste también al empleo de polo anódico. Como material catódico no se emplea aluminio, sino chapas de cinc. Los discos del ánodo giran con velocidad uniforme de 3 r.p.m. en la amalgama y en el

520. electrolito. La densidad catódica de la corriente es de 1080 amperios por metro cuadrado, el electrolito contiene por litro 55 grs. de cinc, en forma de sulfato de cinc y 200 grs. de ácido sulfúrico y se obtiene disolviendo óxido de cinc purísimo en ácido sulfúrico. Mientras que las

525. chapas de cinc electrolítico obtenidas al principio de la electrolisis son todavía bastante ásperas, durante el transcurso de la producción resultan cada vez más lisas, como corresponde a la pureza, constantemente en aumento, del electrolito. La composición de este electrolito se mantiene

530. constante haciéndole pasar continuamente a una segunda célula, a través de un tubo de materia plástica resistente a los ácidos, célula que también contiene cátodos de cinc, pero cuyos ánodos no son de amalgama, sino de redes de platino. Estas células de regeneración reciben la décima parte de

535. la corriente que pasa por la célula de amalgamación anódica. El electrolito se hace circular de modo violento en la célula de regeneración por medio de una bomba especial, y, después de pasar por un refrigerador que enfría su temperatura hasta 15 grados, vuelve a la célula anódica

540. con mayor porcentaje de ácido y menor porcentaje de cinc. La temperatura en la célula anódica de amalgamación es de 38 a 42 grados. La pureza del cinc así obtenido, es también de 99,9995%. De la célula anódica se extrae continuamente amalgama de cinc al 1,5%, que se utiliza para

545. disolver más polvo del alto horno. En las placas anódicas



se van depositando paulatinamente las impurezas de la amalgama, en forma de una pelcula que de vez en cuando se quita con una cuchilla.

EJEMPLO 3.-

560. Sirven de material de partida aleaciones de cinc en forma de chatarra de fundicion inyectada, con la siguiente composicion: 95,4% Zn, 4,4% Al, 0,1% Cu y 0,04% Mg. La chatarra se disuelve a la temperatura de 45 grados en amalgama de cinc al 1,8%, cubierta por una
565. capa de cido clorhdrico al 10%, moviendo lentamente y se obtiene una amalgama al 2,2%. Se desprende hidrogeno y el cido de la capa superior va absorbiendo poco a poco cloruro de aluminio y algo de magnesio. La amalgama obtenida de este modo se filtra por placas cermicas
570. porosas y se pasa a una celula de electrolisis, similar a la celula de amalgama andica descrita en los ejemplos anteriores. Los discos andicos tienen forma de corona, su dimetro exterior es de 150 cm. y el interior de 50 cm. y estan sumergidas con su tercio inferior en la amalgama;
575. se apoyan sobre y giran per medio de rodillos colocados dentro de la amalgama, su velocidad es de 6 r.p.m. Los discos son de niquel y han sido tratados durante una hora, a la temperatura de 75 grados, con cido sulfurico de 1 n, que contiene 20 grs. de cinc por litro, en forma
580. de sulfato de cinc y con una amalgama de cinc al 2,2%. De este modo, los discos han quedado galvanizados y por lo tanto estan cubiertos con una pelcula de amalgama densa y brillante, que resiste tambien la accion andica. Los catodos son de aluminio y tienen la forma de una corona,
585. que corresponde a los discos andicos; su tercio inferior est cortado. Sus bordes estan protegidos por una tira flexible de material artificial. La temperatura de electrolisis es de 30 a 32 grados. El electrolito contiene 180 grs. de  $SO_4H_2$  por litro y 60 grs. de cinc y se obtiene
590. poniendo la celula en servicio con cido sulfurico



purísimo, de concentración 270 grs. por litro. El electrolito se lleva a una célula de regeneración con ánodos inatacables, a través de tubos revestidos interiormente de goma; su composición se mantiene constante, siendo la relación de  
 595. las intensidades de las corrientes en las dos células de 9:1. La densidad catódica de la corriente de la célula anódica de amalgamación es de 1200 amperios por m<sup>2</sup>. También en este caso, se obtiene un cinc de una pureza de 99,9995%.

N O T A

600. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar  
 605. que dicho invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 8 de Noviembre de 1939, n.º J 65 922 VI/40 c., acciéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que  
 610. se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de cinc purísimo"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la obtención de cinc purísimo por medio de amalgama de cinc, caracterizado porque  
 615. se transforma el cinc del material de partida en amalgama de cinc y de esta se extrae el cinc metálico por vía electrolítica, colocando la amalgama que forma los ánodos, en una delgada capa sobre superficies de soporte metálicas en posición vertical, galvanizadas, y se disponen  
 620. estos ánodos paralelamente a placas de cátodo, también en posición vertical provistos de listones en sus bordes, dentro de un electrolito formado por una solución ácida de una sal de cinc, eliminando de modo incompleto el cinc de la amalgama del ánodo y reanodándose  
 625. acto seguido al proceso para su nueva concentración.



- 2<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se parte de soluciones impuras de sales de cinc empleándose particularmente las que tienen cierto porcentaje de cobalto, níquel y hierro; estas soluciones se someten a
630. una purificación previa, tratándolas con amalgama líquida de cinc y luego se transforman por electrolisis, con cátodos de mercurio, en una mezcla de amalgamas, que se purifica de modo continuo o intermitente por filtración, decantación u otra operación adecuada para la separación de precipitados
635. y líquidos.
- 3<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se parte de materias metálicas que contienen cinc, transformándolas en amalgama mediante un tratamiento con mercurio o amalgama diluida, en presencia de ácidos y
640. a temperaturas elevadas.
- 4<sup>a</sup>.- Procedimiento, según reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplear como material para las superficies de soporte, el hierro, níquel, cobre y aceros.
- 5<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 4,
645. caracterizado por la galvanización superficial de las superficies de soporte.
- 6<sup>a</sup>.- Procedimiento, según reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que se tratan las superficies de soporte con amalgama de cinc y ácidos concentrados, de preferencia ácido clorhídrico concentrado, o con amalgama de cinc y ácidos diluidos, en este caso a temperaturas elevadas, preferentemente superiores a los 70 grados.
- 650.
- 7<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las superficies metálicas son discos
655. redondos que giran alrededor de un eje central.
- 8<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 7, caracterizado por el hecho de que las superficies metálicas circulares giran a una velocidad de 2 a 6 r.p.m.
- 9<sup>a</sup>.- Procedimiento, según reivindicaciones 1 a 8,
660. caracterizado porque las placas catódicas verticales son

153548



- 20 -

de aluminio.

10<sup>a</sup>.- Procedimiento, según reivindicación 9, caracterizado porque las placas verticales catódicas de aluminio, tienen los bordes protegidos por listones de goma blanda.

665. 11<sup>a</sup>.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por el hecho de que durante el paso de la amalgama se evitan los movimientos turbulentos, particularmente caídas de amalgama, en todos los puntos en que está en contacto con el electrolito de la electrolisis anódica de amalgamación.

670. 12<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por el hecho de que el electrolito de la electrolisis anódica de amalgamación se ha compuesto de una solución acuosa de sulfato de cinc, en ácido sulfúrico exenta de impurezas metálicas, de coloides y de partículas en suspensión.

680. 13<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que se mantiene constante la composición del electrolito de la electrolisis anódica de amalgamación, cambiando de modo continuo o intermitente dicho electrolito entre las células anódicas de amalgama y un segundo grupo de células de electrolisis, que también tienen cátodos fijos pero ánodos inatacables.

685. "Procedimiento para la obtención de cinc purísimo"; según queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de veinte hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 28 de junio de 1941.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO

153548