



157108

EB/. -

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de Invencion, por veinte (20) años, por: "Proce -
dimiento para la obtencion de colores luminiscentes que contienen
sulfuro de cinc" a favor de la firma I. G. Farbenindustrie Aktien -
gesellschaft, residente en Frankfurt am Main (Alemania). -

" - " - " - " - " - " - "

Los colores luminiscentes de ZnS han encontrado hasta ahora
un campo de aplicacion muy limitado a causa de su elevado precio.
La obtencion de sulfuro de cinc puro, que sirve como material de
partida, se efectuaba hasta ahora precipitando con H_2S solo en la
5 escala propia de laboratorios. Para abaratarlo se ha propuesto ya
el obtener pigmentos luminiscentes conteniendo sulfuro de cinc del
mismo modo que el litopon, con la diferencia de que a la disolucion
de sal de cinc se agregaba antes de la precipitacion la cantidad
necesaria en activador y en fundente. Pero de este modo no pueden
10 obtenerse sulfuros de cinc fosforescentes utilizables como ha demos -
trado la experiencia posterior. El metodo de precipitacion de lito -
pon para obtener una prolongada luminiscencia se presta tan poco
como la ulterior elaboracion usual para el litopon, a saber la cal -
cinacion a unos 650 - 800° y la molturacion posterior, pues por la
15 destruccion de los granos se anula como es sabido la luminiscencia.

Ahora bien, se ha descubierto que partiendo de disoluciones
purificadas de sales de cinc como las que sirven para la obtencion

157108



2. -

del litopon, pueden obtenerse sulfuros de cinc por precipitacion con disoluciones puras de sulfuros alcalinos, de amonio o alcalinoterreos, en especial con disolucion de sulfuro de bario, manteniendo una zona de pH de 0,5 hasta 5 durante la precipitacion, sulfuros que convenientemente trabajados despues proporcionan buenos luminoforos, en especial sulfuros de cinc fosforescentes que tengan larga luminiscencia. Si el litopon se precipita del modo usual alcalinamente, en general poniendo primero la lejia de sulfuro de bario y agregando la disolucion de sal de cinc (Zerr y Rübenkamp, Handbuch der Farbenfabrikation, Manual de la fabricacion de colores, Berlin 1922, p. 331, 332) entonces se obtienen solo luminoforos de poco valor con mala luminiscencia posterior.

Para llevar a la practica el procedimiento se procede con preferencia del modo siguiente:

Se pone primero la disolucion de sal de cinc y luego se hace llegar poco a poco la disolucion de sulfuro o se dejan unirse continuamente las dos disoluciones. Para mantener el valor de pH necesario de 0,5 hasta 5, se agrega continuamente un poco acido, preferentemente acido clorhidrico, o se emplean disoluciones de sulfuro con cierto contenido en hidrosulfuro. El color bruto precipitado se lava, se filtra y luego se mezcla con la cantidad correspondiente en activador al contenido en ZnS (para fosforos que retengan larga luminiscencia, cobre en la relacion de 1 : 10000) y con fundente (cloruros de los alcalis y/o de los alcalinoterreos). Luego, segun el grado requerido de luminiscencia se calienta durante 1 o varias horas a temperaturas de 600-1300°. Para obtener una fosforescencia muy duradera se requieren temperaturas entre 1000 y 1.300°. Si se desea obtener productos de finos granos con caracter de pigmentos, entonces se puede calcinar a temperaturas mas bajas, pero en este caso hay que renunciar a una luminiscencia larga. Sin embargo para muchas aplicaciones pueden ser utiles las fluorescencias de estos colores.

Los sulfuros de cinc fosforescentes preparados segun el invento sirviendose de lejia purificada de $ZnCl_2$ corresponden en sus propie -

157108

154108

3. -



dades fosforescentes a los productos comerciales preparados con auxilio de la precipitación por H_2S .

Ejemplo.

1 litro de disolución de cloruro de cinc (110 g Zn/l) purificada por oxidación con lejía de hipoclorito y subsiguiente tratamiento con polvo de cinc, se calienta a $70-80^\circ$ y agregando gota a gota clorhídrico concentrado se ajusta a pH 1. Luego agitando y gota a gota se agrega lejía de sulfuro de bario hasta que se precipite todo el cinc, Durante este tiempo se mantiene constante a 1 aproximadamente el pH agregando gota a gota ácido clorhídrico. (Agitando bien no se provoca ningún desprendimiento de ácido sulfhídrico). El sulfuro de cinc obtenido se filtra, se lava, se mezcla con disolución de cobre en la relación de 1 : 10000 y con 3 % de cloruro potásico y se seca. Luego durante 1 hora se calcina a 1.150° en crisol de cuarzo tapado. Después de separar por lavado el fundente y de secar se obtiene un color de sulfuro de cinc que conserva luminiscencia muy buena.

N O T A

La presente patente de invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

1. - Procedimiento para la obtención de colores luminiscentes conteniendo sulfuro de cinc, preferentemente de sulfuros de cinc fosforescentes con buena luminiscencia permanente, caracterizado porque disoluciones de sales de cinc cuidadosamente purificadas de metales extraños, se precipitan con disolución pura de sulfuro alcalino, de amonio o alcalinoterreo con un pH de 0,5 a 5, el precipitado se provee de uno o varios activadores y dado el caso de fundentes del modo usual para la obtención de luminóforos, y se calcina a temperaturas de 600 a 1.300° preferentemente de 1.000 - 1.300° C, pudiéndose realizar la adición de activadores ya en la disolución inicial de cinc.

157108 4. -

159108



2. - " Procedimiento para la obtencion de colores luminiscentes que contienen sulfuro de cinc " segun se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

5 Consta esta descripcion de cuatro hojas foliadas y escritas a maquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 12 de mayo de 1942. -