

326551

326551

MEMORIA DESCRIPTIVA
DE LA
PATENTE DE INVENCION

Que se solicita por 20 años para España

A favor de Empresa Auxiliar de la Industria, S.A.
entidad española domiciliada en
Madrid, Plaza de Salamanca, número 8

Por "PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA PRECIPITAR OXI-HIDROXIDO
DE CINC PURO, A PARTIR DE LEJIAS DE CINC"

del que son inventores: Prof. Dr. Angel VIAN-ORTUÑO

Dr. Segundo JIMENEZ-GOMEZ

Lcdo. Químico Antonio DIEZ-VILCHES

Madrid, 10 MAY. 1966



326551

326551

MEMORIA DESCRIPTIVA

de la PATENTE DE INVENCION que se solicita por 20 años para España, a favor de EMPRESA AUXILIAR DE LA INDUSTRIA, S.A., entidad española domiciliada en Madrid, Plaza de Salamanca, 8 por:

"PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA PRECIPITAR OXI-HIDROXIDO DE CINC PURO, A PARTIR DE LEJIAS DE CINC"

del que son inventores: Prof. Dr. Angel VIAN-ORTUÑO,

Dr. Segundo JIMENEZ-GOMEZ, y

lco. Químico Antonio DIEZ-VILCHES

La precipitación industrial del hidróxido de cinc a partir de lejías o soluciones de este elemento, como paso intermedio para obtener el óxido, es una operación que, aparentemente, no ofrece dificultades. En teoría, basta añadir

5. lechada de cal, u otro álcali, en la cantidad estequiométrica necesaria sobre la lejía de cinc para precipitar el hidróxido correspondiente.

Sin embargo, este procedimiento no permite llegar a un ZnO de pureza aceptable, por simple calcinación del hidróxido, pues las características adsorbentes de éste son tales que al ser precipitado retiene una elevada proporción de CaO, superior al 2 %, incluso realizando la precipitación a

10.

326551



100°C. Por otra parte, la propia insolubilidad del CaO hace que la precipitación sea lenta, siendo precisos tiempos de reacción de, al menos, 90 minutos, si se quiere alcanzar un rendimiento de precipitación que se acerque al 100%.

Es evidente que si, en lugar de precipitar con lechada de cal, se hace con lejía de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ saturada se consigue una mayor pureza del precipitado de $\text{Zn}(\text{OH})_2$, pero se requieren 1,30 m³ de lejía de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ por cada kilogramo de cinc a precipitar, con todos los costes que supone calentar a 100°C y manejar tan considerables volúmenes. Por todo ello, el óxido de cinc puro se obtiene habitualmente oxidando el cinc metal en estado de vapor, lo que a su vez exige la obtención electrolítica del cinc, a partir de la disolución en ácido sulfúrico del hidróxido de cinc precipitado con cal.

El invento objeto de esta patente no sólo permite soslayar los problemas de impurificación, sino que hace posible obtener, directamente y de modo continuo, un precipitado de oxi-hidróxido de cinc, es decir, un hidróxido muy puro y muy deshidratado, dada la temperatura y demás condiciones en que se efectúa la precipitación, con lo que la ulterior transformación en óxido de 100 % se simplifica, ofreciendo además la ventaja adicional de recuperarse prácticamente todo el calor suministrado.

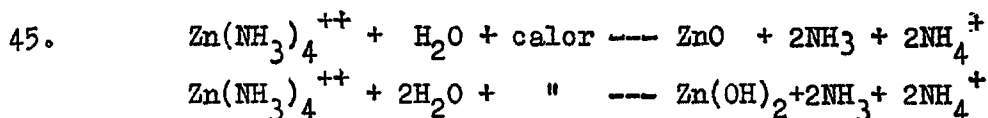
El procedimiento consiste en lo siguiente: La lejía de cinc se hace entrar por la parte superior de una columna de relleno o de platillos, donde en su descenso se encuentra, en contracorriente, con amoníaco gaseoso; el amoníaco se disuelve en la lejía y primero precipita el cinc en forma de hidróxido y después transforma este hidróxido en

32655 1



- 3 -

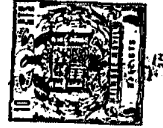
complejo amoniacal de cinc, soluble. Este continua el descenso por la columna para ser descompuesto por calefacción en los platos inmediatamente inferiores. Según las reacciones:



- habiendo podido comprobar que en el precipitado de cinc obtenido, la proporción de ZnO es por lo menos cuatro veces mayor que la de Zn(OH)₂, es decir, que más del 80 % del producto es ya óxido de cinc. El amoníaco desprendido en estas reacciones asciende hacia los platos superiores de la columna donde se encuentra con la corriente de lejía de cinc de la que precipita el cinc y luego se forma el complejo cincico ya indicado. De esta manera el 50 % del NH₃ utilizado en el proceso se mantiene en recirculación interna en los primeros platos de la columna. El otro 50 % del NH₃ continua en la lejía residual en forma de sal amónica, para ser recuperado en los platos inferiores de la columna.
- 50.
- 55.

- La temperatura que se requiere para descomponer el complejo de cinc oscila entre límites muy amplios, 60°C a 100°C, y el tiempo necesario es consecuencia de la temperatura, aunque siempre muy pequeño pues oscila entre 5 y 30 minutos. A 100°C y 10 minutos de tiempo de reacción, condiciones que se consideran como preferentes, se consigue la descomposición prácticamente total del complejo.
- 60.
- 65.

- La lejía residual caliente que contiene el otro 50% del NH₃ en forma de sal amónica y que lleva en suspensión el precipitado de oxi-hidróxido de cinc, continúa descendiendo hacia los platos inmediatamente inferiores a los de descomposición del complejo, en los que se encuentra con lechada de cal precalentada, alimentada directamente, con lo que se li
- 70.



- libera el amoníaco de la sal amónica. La lechada de cal se incorpora en la cantidad justamente estequiométrica para desplazar el amoníaco de la sal amónica, de forma tal que la lejía final sea de sal cálcica. De esta manera, según hemos ensayado, no se afecta la pureza del oxi-hidróxido de cinc, previamente precipitado. El amoníaco gaseoso liberado por la cal asciende hacia los platos superiores para volver a repetir el ciclo de reacciones junto con el que se desprende al descomponer el complejo amoniacal de cinc.

Como puede apreciarse la totalidad del NH_3 se mantiene en continua recirculación en el interior de la columna, con lo que se evita toda posible pérdida del mismo.

- El tiempo necesario para liberar el amoníaco de la sal amónica depende de la temperatura de calefacción y de la composición de la lechada de cal, y puede oscilar entre 5 y 90 minutos. La temperatura también puede variar entre 60° y 100°C , y la composición de la lechada de cal puede, igualmente, variar entre 0 y 400 % de exceso de CaO , sobre la concentración que le correspondería a una solución saturada de Ca(OH)_2 .
- Las condiciones preferentes, no limitativas, son: temperatura de 100°C , 30 minutos de tiempo de calefacción y un exceso del 100% de CaO sobre el que le correspondería a la saturación. En tales condiciones se recupera todo el NH_3 y todo el cinc.
- El precipitado contiene menos de 0,01 % de calcio y la proporción de ZnO en el mismo es superior al 80%.

- Por último, los platos inferiores de la columna hacen de cambiador de calor. En ellos, la suspensión final -lejía cálcica residual y el oxi-hidróxido precipitado- se enfrían mediante unos serpentines o placas por cuyo interior circula

326551



- 5 -

la lechada de cal que, así calentada, se conduce al plato donde ha de unirse a la lejía para descomponer la sal amónica. De este modo se consigue un funcionamiento casi autónomo de la instalación, desde el punto de vista de la necesidad de calor.

Una vez fuera de la columna la suspensión, el precipitado de oxi-hidróxido de cinc se separa por filtración de la lejía cálcica residual y se lava con agua.

Como es lógico el procedimiento puede realizarse también en tres etapas independientes, a saber:

1ª) En una columna se forma el complejo amoniacaal y se descompone posteriormente, saliendo de la columna una suspensión del oxi-hidróxido de cinc en la disolución de la sal amónica, siendo válidas para esta operación las indicaciones de temperatura y tiempo señaladas en el caso de columna única.

2ª) Filtración y lavado del precipitado de oxi-hidróxido de cinc.

3ª) Las lejías filtradas y las aguas de lavado, que contienen la sal amónica, se pasan a un reactor donde se tratan con CaO , en caliente, para recuperar el amoníaco que se vuelve a la etapa inicial.

La ventaja de esta variante sobre la anterior está en que la descomposición de la sal amónica puede hacerse con CaO sólido, ya que al haber separado previamente el precipitado de cinc no hay riesgos de impurificación del mismo, sin embargo tiene los inconvenientes de: menor recuperación de calor, riesgo de alguna pérdida de amoníaco y que la descomposición de la sal amónica ha de hacerse en discontinuo, lo que no es adecuado para grandes producciones.

326551



- 6 -

130. No obstante, cualquiera de las dos variantes ofrece claras ventajas sobre los métodos conocidos para obtener ZnO de pureza superior al 99,9 %, ya que el coste de reactivos es de unas 0,40 ptas. por kilogramo de oxi-hidróxido de cinc precipitado, el coste de la mano de obra resulta despreciable y es muy bajo también el de amortización y otros derivados del bajo capital relativo necesario.

140. Descrita suficientemente la naturaleza del invento y la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las especificaciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España, las siguientes

REIVINDICACIONES

145. 1ª) Procedimiento continuo para precipitar oxi-hidróxido de cinc puro a partir de lejías de cinc, caracterizado porque los iones de cinc en disolución se hacen reaccionar con amoníaco para formar el complejo amoniacal de cinc, el que después se descompone al calentar precipitándose el oxi-hidróxido de cinc y liberándose amoníaco, al mismo tiempo que en la disolución queda sal amónica cuyo amoníaco es también desplazado inmediatamente por reacción con lechada de cal precalentada, realizándose todas las operaciones en una única columna, de forma tal que incluso la precalefacción de la lechada de cal se hace en la parte inferior de la misma, con lo que se consigue simultáneamente enfriar la suspensión del oxi-hidróxido, cuyo precipitado es, por último, separado por filtración y lavado con agua, a la salida de aquella.

326551



- 7 -

160. 2ª) Procedimiento según la reivindicación 1 por el cual las fases de formación del complejo amoniacal de cinc y precipitación del oxi-hidróxido de cinc, de una parte, y la de descomposición de la sal amónica, por otra, se pueden realizar independientemente, intercalando entre ambas la filtración y lavado del oxi-hidróxido de cinc.

165. 3ª) Procedimiento según la reivindicación 1, por el que se obtiene oxi-hidróxido de cinc sin impurezas y con una proporción de ZnO superior al 80 %, formando el complejo amoniacal de cinc y descomponiéndolo posteriormente por calefacción entre 60°C y 100°C (ebullición) preferiblemente a esta última temperatura, durante cinco a treinta minutos, preferiblemente diez minutos.

175. 4ª) Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, por el que la sal amónica resultante se descompone en la misma columna, en presencia del oxi-hidróxido de cinc y sin que éste se impurifique, por incorporación de la cantidad estequiométrica de lechada de cal caliente, cuyo contenido de CaO respecto al de saturación puede ser hasta de 400 %, preferiblemente el 100 %, a una temperatura entre 180. 60°C y 100°C, preferiblemente a 100°C (ebullición) y durante un tiempo que varía entre 5 y 90 minutos, aunque se estima el de 30 minutos como el más adecuado.

185. 5ª) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, por el que el amoníaco necesario para formar el complejo amoniacal de cinc se mantiene en circulación constante de absorción-desorción en el seno de la columna.

6ª) Procedimiento según las reivindicaciones 1, 3 y 4, por el que los platos inferiores de la única colum-

326551

na de reacción actúan de cambiador de calor, de forma que
190. permiten, simultáneamente, precalentar la lechada de cal
necesaria y enfriar la suspensión de oxi-hidróxido de cinc.

7ª) Procedimiento continuo para precipitar oxi-
hidróxido de cinc puro a partir de lejías de cinc, tal y
como se reivindica y como queda sustancialmente descrito
195. en la presente Memoria, que consta de ocho hojas mecanogra-
fiadas por una sola cara.

Madrid, 10 MAY 1966



LACRUZ
P.P.