



ESPAÑA

(10) ES	(11) NUMERO 456.680	(19) A 1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 9-3-1977	

PATENTE DE INVENCION

P.- 65.336

0802/1

P.65842-M-67

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
----------------------------------	------------	-----------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	----------------------------------	--

(54) TITULO DE LA INVENCION  "UN METODO DE PRODUCCION DE INDIO"
---

(71) SOLICITANTE (S) NOVOSIBIRSKY OLOVYANNY KOMBINAT
---

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Ulitsa Mira, 62, Novosibirsk, Unión de Repúblicas Socialistas Soviéticas
--

(72) INVENTOR (ES) Vitaly Evgenievich Dyakov, Valentina Dmitrievna Nikitina, Mikhail Alexandrovich Yakovlev, Alexandr Efimovich Semenov, Serafim Nikolaevich Suturen, Lidia Ivanovna Jurchenko, Ivan Mikhailovich Selivanov, Tamara Ivanovna Tumanova, Ivan Iosifovich Andreev, Sergei Afanasievich Alexeev y Nikolai Semenovich Grebennikov
---

(73) TITULAR (ES)
-------------------

(74) REPRESENTANTE DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ
---

1 La presente invención se refiere a la metalurgia no férrea y, más específicamente, a un método de producción de indio a partir de una aleación de plomo-estaño.

5 Es conocido en la técnica un método de producción de indio a partir de una aleación de plomo-estaño resultante del tratamiento de minerales de estaño y plomo. El método está constituido por los pasos de extracción de indio a partir de una aleación de plomo-estaño por medio  
10 de una mezcla de cloruro de zinc y cloruro de plomo a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 300 a 380°C, separación de la escoria resultante que contiene indio de la aleación de plomo-estaño; lixiviación de dicha escoria por medio de una solución ácida acuosa; separación de la  
15 solución ácida que contiene indio a partir de una torta de plomo sólida; recuperación de indio a partir de la solución ácida por deposición sobre placas de zinc sumergidas en dicha solución; separación de esponja de indio metálico y precipitación de hidróxido de zinc de la solución residual; y refinado electrolítico del indio metálico en una  
20 solución acuosa del electrolito recirculada continuamente a través de una resina de intercambio iónico.

Este método de la técnica anterior, sin embargo, presenta ciertas desventajas. Así, el paso de la extracción del indio se realiza en varias operaciones, esto  
25 es, que se efectúa repetidas veces debido a un grado insuficiente de recuperación de indio después de cada operación de extracción. Por esta razón, esta extracción en etapas múltiples da como resultado un esquema tecnológico complicado del procedimiento.  
30

1 Como la extracción se realiza repetidamen-  
te, se requiere un alto nivel de consumo de los reactivos,  
a saber de cloruro de zinc y cloruro de plomo.

5 Se ha llevado a cabo una mejora del paso de  
extracción, en la que la extracción de indio a partir de  
una aleación fundida se efectúa por medio de una mezcla de  
cloruros de plomo y de sodio. Sin embargo, el elevado pun-  
to de fusión de los reactivos ocasiona pérdidas de indio  
debidas a la sublimación de sus cloruros. Adicionalmente,  
10 la escoria resultante es difícil de lixiviar, por lo que  
su tratamiento se hace bastante complicado.

En adición a lo anterior, en la etapa de li-  
xivación de la escoria se observan pérdidas de indio debi-  
das a su paso por la torta de plomo y los hidratos de zinc  
15 que en el caso presente constituyen desechos de la produc-  
ción.

Una realización del refino convencional del  
indio es un método denominado de amalgama-electrolítica.  
Sin embargo, en este caso el electrolito y la amalgama están  
20 contaminados con impurezas. Por esta razón, el electrolito  
debe ser descargado frecuentemente del sistema para su re-  
generación. Esto da como resultado pérdidas de indio. Ade-  
más, la electrolisis de la amalgama va acompañada por efec-  
tos perjudiciales sobre el personal debido al empleo de mer-  
25 curio en el procedimiento.

Se conoce también en la técnica otra rea-  
lización de refino del indio metálico basada en el método  
de ausencia de amalgama (compárese la Patente de los EE.UU.  
Nº 3.268.426), que implica una circulación continua de un  
30 electrolito a través de una resina cambiadora de ion. La

1 electrolisis se realiza utilizando cátodos de grafito en  
un electrolito que contiene cloruros de zinc y de sodio.  
Sin embargo, la capacidad de las resinas cambiadoras de  
ion en lo que respecta a impurezas tales como estaño, plo-  
5 mo, cobre, níquel y similares es bastante limitada. Esto  
requiere una regeneración repetida de las resinas de cam-  
bio iónico, y tal regeneración, va acompañada a su vez, de  
pérdidas de indio.

10 Por esta razón, este método de la técnica an-  
terior presenta desventajas tales como un nivel de consumo  
elevado de los reactivos y un grado insuficiente de recu-  
peración de indio debido a la realización repetida de las  
operaciones de extracción.

15 Es un objeto de la presente invención pro-  
porcionar un método mejorado de producción de indio a par-  
tir de una aleación plomo-estaño que daría como resultado  
un consumo reducido de reactivos y un grado aumentado de  
recuperación de indio.

20 Este objeto se consigue por un método de  
producción de indio que consiste en los pasos de extracción  
de indio a partir de una aleación de plomo-estaño por me-  
dio de cloruros de zinc y de plomo en presencia de un reac-  
tivo que contiene azufre tomado en una cantidad tal que se  
consumirían 0,1 a 5 partes en peso de azufre por cada par-  
25 te de indio; a una temperatura comprendida entre 300 y 380  
°C; separación de la escoria resultante que contiene indio  
a partir de la aleación plomo-estaño; lixiviación de dicha  
escoria con una solución ácida acuosa; separación de una so-  
lución ácida que contiene indio a partir de una torta sól-  
30 da de plomo; recuperación de indio metálico de la solución

1 ácida por la vía de deposición sobre placas de zinc sumer-  
gidas en dicha solución, separación de esponja de indio  
metálico, y precipitación de hidróxido de zinc a partir de  
la solución restante; refino electrolítico de indio metá-  
5 lico en una masa fundida de cloruros de zinc y de indio en  
presencia de 3 a 10% en peso de cloruro de amonio; y refi-  
no electrolítico del indio metálico en una solución de  
electrolito acuoso que se hace circular continuamente a tra-  
vés de un sorbente.

10 La extracción del indio realizada en presen-  
cia de dicho reactivo que contiene azufre de acuerdo con la  
presente invención incrementa sustancialmente el grado de  
recuperación del indio a partir de la aleación de plomo-es-  
taño, con lo cual el rendimiento de indio en la última eta-  
15 pa del procedimiento se hace sustancialmente mayor de acuer-  
do con ello.

El refino electrolítico del indio en una ma-  
sa fundida de las sales arriba mencionadas de acuerdo con  
la presente invención hace que sea posible separar las im-  
20 purezas con una selectividad mayor, con lo cual el grado de  
recuperación del indio se incrementa sustancialmente.

Como reactivo que contiene azufre se hace uso  
de azufre, sulfato de amonio, un sulfato de metal alcalino,  
sulfato de zinc, sulfato de calcio, alumbre de potasio y si-  
25 milares.

De acuerdo con la presente invención, la ex-  
tracción del indio a partir de dicha aleación debe realizar-  
se preferiblemente por la vía de incorporación en la masa  
fundida de cloruro de zinc de la torta de plomo producida en  
30 el mismo procedimiento después de lixiviar la escoria. Di-

1 cha torta se toma en una cantidad comprendida entre 10 y  
25% en peso referida a los cloruros. Tal técnica hace que  
sea posible disminuir el consumo de cloruro de plomo em-  
pleado para la extracción y, como resultado, reducir las  
5 pérdidas de indio.

De acuerdo con la presente invención, la  
extracción de indio a partir de la aleación arriba mencio-  
nada debe realizarse preferiblemente por introducción, en  
la masa fundida de cloruros, del hidróxido de zinc obteni-  
10 do en el mismo procedimiento. Dicho hidróxido de zinc debe  
emplearse obligatoriamente en una mezcla con cloruro de am-  
onio en una relación en peso entre ellos de 1:0, 1-0,3.

Esta mezcla se suministra a la etapa de ex-  
tracción en una cantidad comprendida entre 10 y 90% en pe-  
15 so referida a los cloruros.

Este modo hace que sea posible reducir el  
consumo de cloruro de zinc y reducir también las pérdidas  
de indio. Este efecto se asegura manteniendo la relación  
arriba indicada entre el hidróxido de zinc y el cloruro de  
20 amonio. El fracaso en el mantenimiento de esta relación den-  
tro de los límites indicados arriba no proporciona el efec-  
to deseado.

Cuando el contenido de níquel en el indio  
es mayor que 0,1% después de la recuperación a partir de  
25 las soluciones que conducen a la escoria, es aconsejable,  
de acuerdo con la presente invención, llevar a cabo el refi-  
no del indio por tratamiento de dichas soluciones con clo-  
ruro de amonio en presencia de una aleación de zinc que con-  
tenga aluminio y magnesio. Este modo hace que sea posible  
30 convertir el níquel en una forma más completamente y más du

1 raderamente combinada y separarlo del procedimiento como una impureza.

De acuerdo con la presente invención, para conseguir un mayor grado de pureza en el indio resultante,  
5 el refino electrolítico del indio metálico se realiza en una solución acuosa de cloruro de amonio con una circulación continua del electrolito a través de carbón activado y luego a través de una resina de cambio iónico.

El uso de carbón activado permite una vida  
10 de servicio más larga de la resina cambiadora de ion junto con un número sustancialmente reducido de sus ciclos de regeneración.

Es también posible otra realización del refino electrolítico del indio en una solución acuosa de cloruro de amonio, en la que el electrolito se purifica haciendo circular continuamente el mismo a través de un lecho de carbón activado, seguido por un lecho de esponja de indio.  
15

La combinación de adsorbentes tales como carbón activado y esponja de indio hace que sea posible evitar la regeneración de los adsorbentes, dado que el carbón activado agotado se reemplaza con una porción nueva y la esponja de indio usada se hace volver a la electrolisis del indio en una masa fundida de sales.  
20

Como materia de partida para el método de acuerdo con la presente invención puede hacerse uso de aleaciones de plomo-estaño que contienen los componentes dentro de un intervalo cuantitativo amplio, esto es, desde 1 a 98% en peso de estaño, 1 a 5% en peso de bismuto, 0,02 a 1,5% de indio, 0,1 a 0,01% en peso de arsénico; siendo el  
25  
30

1 resto plomo.

A continuación se da una descripción de la  
realización preferible del método de producción de indio  
de acuerdo con la presente invención; la descripción se  
5 ilustra por medio del dibujo que se acompaña, que muestra  
el diagrama principal del procedimiento.

En una caldera 1 provista de un elemento de  
calefacción se carga una aleación de plomo-estaño y luego  
se efectúa la extracción del indio mediante el tratamiento  
10 de la aleación plomo-estaño con cloruros de zinc y plomo  
bajo agitación continua a una temperatura comprendida en  
el intervalo de 300 a 380°C en presencia de un reactivo que  
contiene azufre tomado en una cantidad de 0,1 a 5 partes en  
peso de azufre por cada parte en peso de indio en la alea-  
15 ción. Como agente que contiene azufre se puede hacer uso de  
azufre elemental, sulfato de amonio, un sulfato de metal  
alcalino, sulfato de zinc, sulfato de calcio, o alumbre de  
potasio.

Bajo la acción de una masa fundida de cloruro  
20 de zinc y cloruro de plomo, el indio es clorado y pasa a la  
escoria en la forma de monocloruro de indio. Como conse-  
cuencia de la acumulación del producto de reacción se lle-  
ga a un estado de equilibrio, y se detiene la reacción. Por  
introducción de dicho reactivo que contiene azufre, se oxida  
25 el monocloruro de indio. Esto permite un aumento de recupe-  
ración de indio a partir de la aleación de plomo-estaño en  
la escoria, y una elevación de su contenido en dicha esco-  
ria.

La escoria procedente de dicha caldera 1 se  
30 envía a un agitador 2 para lixiviación con agua; después de

1 ello, la solución de cloruro de zinc, después de una decan  
tación, se envía a un recipiente 3, mientras que la pasta  
residual se trata con una solución acuosa de ácido clorhí-  
drico. Después de la extracción, la aleación de plomo-esta  
5 ño se descarga de la caldera 1.

Desde el agitador 2, la pasta se envía a un  
filtro 4, en el que la solución que contiene indio se sepa-  
ra de un residuo insoluble, esto es, de la torta de plomo  
que se suministra posteriormente a un recipiente 5. La tor-  
10 ta de plomo contiene cloruros y oxiclорuros de plomo, y 0,2  
a 2,3% en peso de indio. Después de ello se hace volver la  
torta de plomo desde el recipiente 5 de nuevo a la caldera  
1 para la extracción del indio. Esta técnica que implica  
el retorno de la torta de plomo a la etapa de extracción  
15 contribuye a un grado total mayor de recuperación del indio  
y un nivel de consumo reducido de cloruro de plomo.

La solución que contiene indio, después de  
la separación de la misma de la torta en dicho filtro 4, se  
envía a un recipiente 6, en el que el indio metálico se aig  
20 la de la solución por la vía de deposición sobre placas de  
zinc. Después de la recuperación del indio metálico en di-  
cho recipiente 6, la solución residual se envía al recipien-  
te 3, en el que se precipita el hidróxido de zinc. El hi-  
dróxido de zinc contiene 0,02 a 0,7% de indio; se recircula  
25 a la caldera 1 para su extracción con la adición de cloruro  
de amonio a ella.

El indio metálico se envía desde el recipien-  
te 6 a una caldera 7, en la que se funde.

Cuando está contenido níquel en el metal en una  
30 cantidad mayor de 0,1%, se añade al mismo una aleación que

1 contiene hasta 93% en peso de zinc, 4 a 6% en peso de alu-  
minio, 3 a 4% en peso de magnesio en una proporción de 5,0  
a 24 g de la aleación por g de níquel y se lleva a cabo el  
refino por entremezclado con cloruro de amonio a una tempe-  
5 ratura de 200 a 300°C. Después del refino, el indio resul-  
tante contiene 50 a 85% de indio, 10 a 30% en peso de plo-  
mo, 10 a 20% en peso de estaño, y pequeñas cantidades de  
antimonio, cadmio, cobre, níquel, galio, zinc y otras impu-  
rezas.

10 Desde la caldera 7 el indio se envía a un  
electrolizador 8, en el que el indio se somete a refino  
electrolítico en una masa fundida de cloruro de zinc que  
contiene 25 a 38% de monocloruro de indio y 3 a 10% de clo-  
ruro de amonio. El refino electrolítico se lleva a cabo a  
15 una temperatura comprendida dentro del intervalo de 200 a  
250°C con una densidad de corriente anódica comprendida en-  
tre 0,05 y 0,15 A/cm<sup>2</sup>. El refino electrolítico del metal  
en una masa fundida hace que sea posible separar el indio  
del plomo, estaño, antimonio, arsénico, cobre, y níquel.

20 Las impurezas acumuladas en el ánodo, en la forma de una  
aleación de plomo-estaño que contiene indio en una cantidad  
de 3 a 8% en peso, se recirculan de nuevo a la etapa de ex-  
tracción inicial en la caldera 1.

25 En el cátodo de dicho electrolizador 8 se  
obtiene un indio refinado que contiene impurezas de plomo,  
estaño, hierro, zinc, cadmio, galio, cobre, y níquel en una  
cantidad de cada uno de ellos que no excede de  $2 \cdot 10^{-2}$  a  
 $2 \cdot 10^{-4}$ % en peso.

30 El indio obtenido de dicho electrolizador 8  
comprende un metal suficientemente puro y puede venderse co-

1 mo producto comercial.

5 Para mejorar el grado de pureza del indio, se somete el mismo a un refinado electrolítico adicional en solución acuosa. A este fin, se vierte aquél en ánodos que se suspenden luego en un electrolizador 9, en el que se utilizan como cátodos placas de titanio.

10 La electrolisis se lleva a cabo a una densidad de corriente comprendida entre 0,01 y 0,03 A/cm<sup>2</sup> en una solución acuosa a un valor del pH comprendido entre 1,5 y 2,5 que contiene 15 a 25 g/l de indio y 65 a 80 g/l de cloruro de amonio.

15 Dicho electrolito se hace circular continuamente, por medio de una bomba 10, a través de una columna de adsorción 11 rellena con carbón activado y una columna 12 rellena con esponja de indio. Las impurezas tales como galio, germanio, estaño, y mercurio son adsorbidas en el carbón activado, mientras que sobre la esponja de indio se adsorben impurezas tales como cobre, níquel, plomo, estaño, arsénico y mercurio. Después de la acumulación de las impurezas sobre el carbón activado, éste último se reemplaza por una porción de nuevo aporte. Después de la acumulación de las impurezas sobre dicha esponja de indio, éste último se vuelve a fundir y se hace volver de nuevo al electrolizador 8.

25 El indio obtenido en el cátodo del electrolizador 9 se funde de nuevo, después de lo cual comprende un producto de calidad muy pura. El contenido de impurezas en el mismo es el siguiente: estaño, galio, germanio, talio, zinc -no más de  $1.10^{-4}$ % en peso de cada impureza; el de cadmio, mercurio, níquel y plomo es inferior a  $1.10^{-5}$ % para

30

1 cada impureza; el contenido de hierro y arsénico es menor que  $5 \cdot 10^{-5}\%$  en peso de cada uno.

El método de acuerdo con la presente invención se caracteriza por varias ventajas interesantes. Ante todo, hace posible producir indio a partir de aleaciones de plomo-estaño que contienen indio dentro de un amplio intervalo de proporciones desde 0,02 a 1,5% en peso, es decir, a partir de aleaciones tanto pobres como ricas en contenido de indio. El método de acuerdo con la presente invención hace que sea posible lograr que el contenido residual de indio sea tan bajo como 0,01 a 0,006% en peso.

La presente invención hace que sea posible aumentar el grado de recuperación del indio a partir de la aleación de partida de plomo-estaño para dar un metal de calidad muy pura simultáneamente con una reducción en el nivel de consumo de los reactivos.

De acuerdo con la presente invención, las operaciones de retorno de la torta de plomo y el hidróxido de zinc de nuevo a la etapa de extracción hacen que sea posible minimizar los desechos de la producción en este procedimiento.

El método de acuerdo con la presente invención hace que sea posible también reducir los costes de mano de obra y mejorar las condiciones de trabajo debido a la eliminación del mercurio del procedimiento.

Para una mejor comprensión de la presente invención, se dan a continuación algunos ejemplos específicos que ilustran el método de producción de indio, con referencia al dibujo que se acompaña. Todas las cantidades de los componentes están expresadas, a no ser que se especifi-

1 que otra cosa, en porcentajes en peso.

Ejemplo 1.

En una caldera 1 se funden 15 toneladas de una aleación de plomo-estaño que contiene 30% de estaño, 5 64% de plomo, 5% de bismuto, 0,05% de arsénico, 0,1% de indio y 0,85% de otros elementos; se añaden a lo anterior 300 kg de cloruro de zinc, 50 kg de cloruro de plomo y 6 kg de azufre. La extracción del indio se realiza a la temperatura de 340°C con agitación continua. La capa de escoria resul- 10 tante se transfiere a un agitador 2, mientras que la aleación de plomo-estaño que contiene 0,008% de indio se descarga de la caldera 1. El grado de extracción del indio en la escoria es 91%. La escoria se lixivía con agua en el agitador 2. Después de la decantación, la solución de clo- 15 ruro de zinc se suministra a un recipiente 3, mientras que la pasta restante se trata con una solución al 5% de ácido clorhídrico. Durante este tratamiento, el indio se hace pa- sar a la solución. Un precipitado sólido se separa de la solución por medio de un filtro 4 y se envía a un recipien- 20 te 5.

El residuo sólido, que tiene un peso de 18 kg, comprende una torta de plomo que contiene 1,1% de indio. La solución, después de la separación de dicho resi- 25 duo sólido, se envía a un recipiente 6, en el que se recupera el indio sobre placas de zinc y se obtiene esponja de indio metálico. El grado de recuperación del indio en la forma metálica es 84,7%.

Las soluciones que quedan después de la cementación del indio y después de la lixiviación con agua 30 de la escoria se combinan en el recipiente 3, en el que se

precipita hidróxido de zinc. El contenido de indio en dicho hidróxido de zinc es 0,2%.

El indio metálico en la cantidad de 15,7 kg resultante de la fusión de la esponja y que contiene 81% de indio, 12,8% de plomo, 4,5% de estaño, y 1,7% de otros elementos, se somete a refino electrolítico en un electrolizador 8 en una masa fundida de cloruro de zinc que contiene 8% de cloruro de amonio y 30% de monocloruro de indio. La densidad de corriente es  $0,1 \text{ A/cm}^2$ ; la temperatura, 220°C.

El indio se obtiene en el cátodo y contiene cadmio, germanio, plomo en la cantidad de aproximadamente  $1 \cdot 10^{-4}\%$  en peso de cada elemento; talio en la cantidad (% en peso) de  $2 \cdot 10^{-4}$ ; cobre,  $4 \cdot 10^{-5}$ ; níquel,  $2 \cdot 10^{-5}$ ; y estaño,  $5,7 \cdot 10^{-4}$ . El grado de recuperación del indio en el metal catódico es 83,8%. Posteriormente, el indio se somete a refino electrolítico, en el electrolizador 9, utilizando un electrolito acuoso que contiene 35 g/l de indio, y 56 g/l de cloruro de amonio; el pH del electrolito es 1,5. La densidad de corriente es  $0,022 \text{ A/cm}^2$ . El electrolito se separa del espacio anódico por medio de una bomba 10 al caudal de 4 litros/minuto, pasando a una columna de adsorción 11 rellena con carbón activado de Grado CKT en la cantidad de 1,5 kg, y a una columna 12 rellena con resina aniónica de Grado AB-17 en su forma de cloruro en la cantidad de 0,5 kg. Después de la purificación por medio de sorbentes, el electrolito se envía al espacio catódico, en el que el indio metálico se deposita sobre el cátodo. Como resultado de ello, se obtienen 11,3 kg de indio que contiene impurezas en las cantidades siguientes (porcentajes en

1 peso): estaño, galio, germanio, zinc, talio -  $1,10^{-4}$  de  
cada elemento; plomo, níquel, cobre, cadmio y mercurio -  
2  $1,10^{-5}$  de cada elemento; hierro y arsénico -  $5.10^{-5}$ . La re-  
cuperación del indio en el producto es el 75,3% en peso.  
5 La recuperación de indio en los residuos del ánodo es 6,9%.  
Los residuos anódicos de indio se funden de nuevo en áno-  
dos y se hacen volver al electrolizador 9.

#### Ejemplo 2.

10 En la caldera 1 se funden 15 toneladas de  
una aleación de plomo-estaño que contiene 30% de estaño,  
65% de plomo, 4,5% de bismuto, 0,04% de arsénico, 0,12% de  
indio, y 0,34% en peso de otros elementos, y se añaden 20  
kg de cloruro de zinc, 200 kg de hidróxido de zinc prepara-  
do en el recipiente 3 como se describe en el Ejemplo 1 pre-  
15 cedente; 32 kg de cloruro de amonio y 70 kg de torta de plo-  
mo procedente del recipiente 5 preparada como resultado de  
la lixiviación de la escoria con ácido clorhídrico realiza-  
da por un procedimiento similar al descrito en el Ejemplo  
1 anterior, y 36 kg de sulfato de amonio. La extracción del  
20 indio se efectúa a la temperatura de 340°C. Después de la  
separación de la escoria, la aleación de plomo-estaño con-  
tiene 0,008% de indio y se descarga de la caldera 1. La re-  
cuperación del indio en la escoria es 93,4%. En el agita-  
dor 2, la escoria se somete a lixiviación con agua para se-  
25 parar el cloruro de zinc. Después de la decantación, la so-  
lución de cloruro de zinc se envía al recipiente 3, mien-  
tras que la pasta restante se trata con una solución al 5%  
de ácido clorhídrico para disolver el indio. El residuo in-  
soluble se separa de la solución por medio del filtro 4 y  
30 se envía al recipiente 5.

1 Este residuo insoluble comprende una torta  
de plomo que contiene 0,9% en peso de indio. La solución  
que queda después de la separación del residuo sólido por  
medio de dicho filtro 4 se envía al recipiente 6, en el  
5 cual se deposita el indio sobre placas de zinc. Como resul-  
tado, se obtiene indio metálico con un grado de recupera-  
ción del mismo en forma metálica de 87,2%.

Las soluciones que quedan después de la se-  
paración del indio y después de la lixiviación de la esco-  
ria con agua se combinan en el recipiente 3, y se precipi-  
ta hidróxido de zinc a partir de estas soluciones. El con-  
tenido de indio en dicho hidróxido de zinc es 0,18%.

Por nueva fusión de la esponja, se produce  
indio metálico en la cantidad de 18,8 kg, que contiene 10,6%  
15 de plomo, 5,7% de estaño, 83,5% de indio, 0,1% de níquel y  
0,1% de otras impurezas.

En el recipiente 7, se funde el indio a la  
temperatura de 200°C, se añaden 100g de una aleación de  
zinc que contiene 4% de aluminio y 4,1% de magnesio, des-  
20 pués de lo cual se somete a refinado utilizando cloruro de  
amonio. Como resultado, se obtiene indio metálico que con-  
tiene  $1.10^{-4}$ % de níquel.

El metal se carga ulteriormente en el elec-  
trolizador 8 y se somete a refinado electrolítico en una masa  
25 fundida de cloruro de zinc que contiene 30% de monocloruro  
de indio y 6% de cloruro de amonio. La densidad de corriente  
es  $0,1 \text{ A/cm}^2$ . La temperatura de la masa fundida es 220°C.  
Como resultado, se obtienen 15,3 kg de indio que contienen,  
en porcentaje en peso: cadmio, germanio, plomo  $-1.10^{-4}$  de  
30 cada elemento; talio,  $2.10^{-4}$ ; cobre,  $4.10^{-5}$ ; níquel,  $2.10^{-5}$ ;

1 estaño,  $5,5 \cdot 10^{-4}$ . El grado de recuperación del indio en el metal del cátodo es 85%.

5 El indio resultante se somete, en el electrolizador 9, a refino electrolítico en un electrolito que contiene 35 g/l de indio, 56 g/l de cloruro de amonio, con un valor de pH de 1,5. La densidad de corriente es 0,022 A/cm<sup>2</sup>. El electrolito se retira del espacio anódico por medio de la bomba 10 a un caudal de 4 litros/minuto y se envía a la purificación en la columna 11 rellena con carbón  
10 activado de Grado CKT en la cantidad de 1,8 kg y en la columna 12 rellena con esponja de indio en la cantidad de 0,5 kg. Después de la purificación, el electrolito se envía al espacio catódico del electrolizador 9. Se obtienen 13,3 kg de indio que contiene las impurezas siguientes, en porcentaje en peso: estaño, galio, germanio, zinc, talio,  $1 \cdot 10^{-4}$   
15 de cada uno; níquel, cobre, cadmio, mercurio, plomo -  $1 \cdot 10^{-5}$  de cada elemento; hierro, arsénico -  $5 \cdot 10^{-5}$  de cada uno. El grado de recuperación del indio en el producto es 73,9%. La recuperación del indio en los residuos anódicos es 11,1%.  
20 Estos residuos anódicos se funden de nuevo en ánodos que se hacen volver al electrolizador 9.

25

REIVINDICACIONES

30

Los puntos de invención propia y nueva, que

1 se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-  
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los que  
se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1a.- Un método de producción de indio que  
consiste en los pasos de extraer indio a partir de una alea-  
ción de plomo-estaño con una mezcla de cloruros de zinc y  
plomo en presencia de un reactivo que contiene azufre toma-  
do en una cantidad, calculada en azufre, de 0,1 a 5 partes  
10 en peso de azufre por cada parte de indio, a una temperatu-  
ra comprendida en el intervalo de 300 a 380°C; separar la  
escoria resultante que contiene indio de la aleación de  
plomo-estaño; lixiviar dicha escoria con una solución áci-  
da acuosa; separar la solución ácida que contiene indio de  
15 la torta sólida de plomo; recuperar indio a partir de la so-  
lución ácida por deposición sobre placas de estaño sumergi-  
das en dicha solución, separar esponja de indio metálico,  
y precipitar hidróxido de zinc de la solución restante; re-  
finar electrolíticamente el indio metálico en una masa fun-  
dida de cloruros de zinc y de indio en presencia de 3 a 10%  
20 en peso de cloruro de amonio; refinar electrolíticamente el  
indio metálico en una solución de electrolito acuoso que  
se recircula continuamente a través de un sorbente.

25 2a.- Un método de acuerdo con la reivindi-  
cación 1a, en el que como reactivo que contiene azufre se  
hace uso de azufre, sulfato de amonio, un sulfato de metal  
alcalino; sulfato de zinc; sulfato de calcio; o alumbre de  
potasio.

30 3a.- Un método de acuerdo con las reivin-  
dicaciones 1a y 2a, en el que la extracción del indio a par-  
tir de la aleación de plomo-estaño se lleva a cabo en pre-

1   sencia de la torta de plomo resultante de la lixiviación  
de la escoria en la cantidad de 10 a 25% en peso de los  
cloruros empleados en la extracción.

5           4a.- Un método de acuerdo con las reivindi-  
caciones 1ª a 3ª, en el que la extracción del indio a par-  
tir de la aleación de plomo-estaño se realiza por introduc-  
ción, en la masa fundida, del hidróxido de zinc preparado  
en este procedimiento en una mezcla con cloruro de amonio  
con una relación en peso entre ellos de 1:0,1-0,3.

10           5a.- Un método de acuerdo con la reivindica-  
ción 4a, en el que la mezcla de hidróxido de zinc y cloruro  
de amonio para la extracción se toma en una cantidad com-  
prendida entre 10 y 90% en peso referida a los cloruros em-  
pleados en la extracción.

15           6a.- Un método de acuerdo con las reivindi-  
caciones 1ª a 5a, en el que el indio metálico se somete, an-  
tes del refinado electrolítico en una masa fundida, a refinado  
con cloruro de amonio en presencia de una aleación de zinc  
que contiene aluminio y magnesio.

20           7a.- Un método de acuerdo con las reivindi-  
caciones 1ª a 6a, en el que el refinado electrolítico del in-  
dio metálico en una solución acuosa de cloruro de amonio se  
lleva a cabo con una circulación continua del electrolito  
a través de carbón activado y luego a través de una resina  
25 de cambio iónico.

30           8a.- Un método de acuerdo con las reivindica-  
ciones 1ª a 6a, en el que el refinado electrolítico del indio  
metálico en una solución acuosa de cloruro de amonio se rea-  
liza con una circulación continua del electrolito a través  
de carbón activado y luego a través de una esponja de indio.

1 9a.- "UN METODO DE PRODUCCION DE INDIO"

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21. MAR 1977

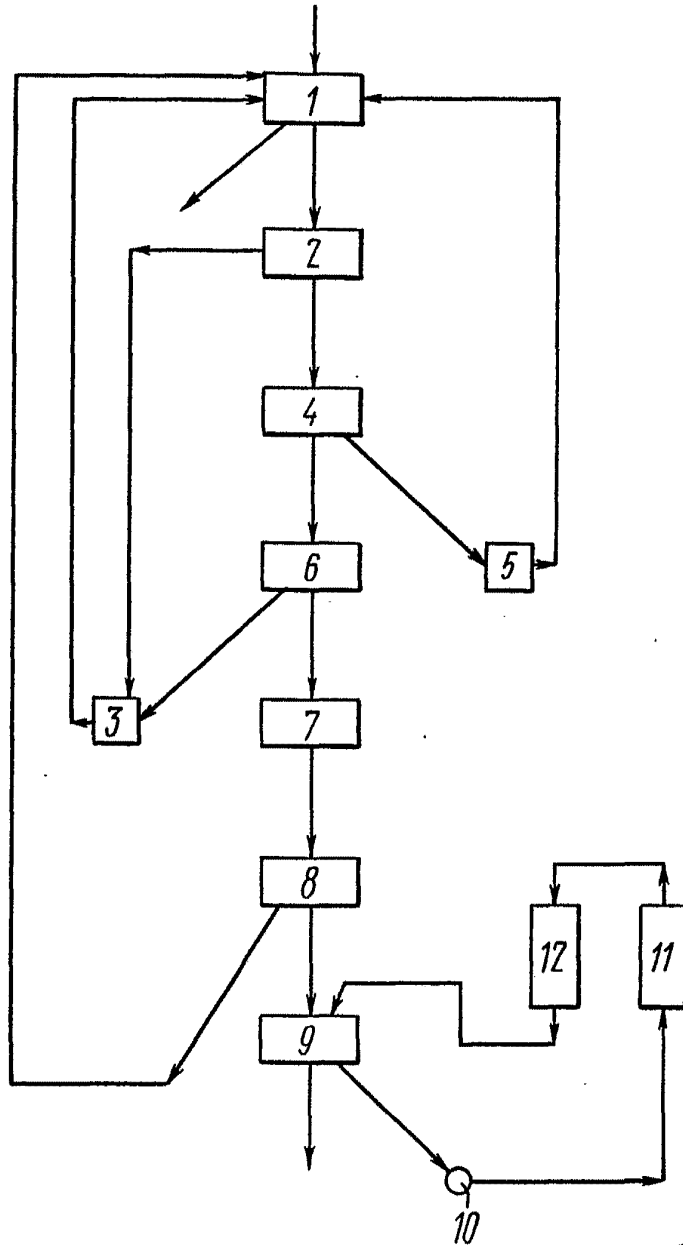
10 P.A.

Oscar de Elizaburu  
Por Poder.

15

20

25



Oscar de Lizaburu  
Por Poder.