

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32476

C 019, 9/00
Kl. 12 n, 6

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.
i Duisburger Kupferhütte, Duisburg

Sposób wytwarzania czystych związków cynku

Zgłoszono 13 lipca 1939

Udzielono 17 grudnia 1943

Pierwszeństwo: 19 lipca 1938 dla zastrz. 1—8;

23 lipca 1938 dla zastrz. 11—13;

8 sierpnia 1938 dla zastrz. 9 i 10 (Niemcy)

Związki cynku o składzie rozmaitym znajdują, jak wiadomo, szerokie zastosowanie w przemyśle, zwłaszcza jako barwniki, środki lecznicze, w przemyśle konserwowania itd. Od produktów tego rodzaju wymaga się częstokroć najwyższej czystości, tak iż w każdorazowym sposobie fabrykacji należy bądź to posługiwać się drogimi materiałami wyjściowymi, jak np. najczystszym cynkiem metalicznym, bądź też stosować żmudne i kosztowne procesy oczyszczania.

Obecnie wykryto, że można w prosty sposób wytwarzać wysoko wartościowe związki cynku z zawierających cynk roz-

tworów technicznych, jeżeli roztwory wyjściowe, zawierające ewentualnie związki potasowców, wapniowców, magnezu i glinu, a także nawet (w mniejszych ilościach) sole metali ciężkich, będzie się elektrolizowało w znany sposób na katodach rtęciowych, po czym amalgamat cynkowy, uzyskany w ten sposób, będzie się przerabiało bezpośrednio na związki cynku; szczególnie odpowiednimi roztworami wyjściowymi są roztwory chlorku, ponieważ zapewniają one jednoczesne otrzymywanie chloru jako produktu ubocznego. Uzyskuje się celowo amalgamaty o tak małym stężeniu cynku, iż w temperaturach roboczych

są one dobrze płynne. Ich rozkład, a tym samym wytwarzanie żadanego związku cynku, może być dokonywany np. działaniem kwasów albo też w ten sposób, że amalgamaty włącza się jako anody i rozkłada elektrolitycznie. Celowo zmusza się amalgamat do ciągłego krążenia między komorą elektrolityczną a aparatem rozkładowym, regulując szybkość rozkładu tak, żeby amalgamat rozkładał się tylko częściowo i powracał do elektrolizy posiadając jeszcze pewną zawartość cynku.

Techniczny postępek tego sposobu polega na możliwości wytwarzania w bardzo prosty sposób z nieczystych roztworów cynkowych o bardzo złożonym składzie nadwyzczaj czystych związków cynku, które można by inaczej otrzymywać jedynie przy użyciu jako materiału wyjściowego najczystsze cynku metalicznego.

Droga poprzez amalgamat stanowi więc samoczynne i bardzo skuteczne stadium oczyszczania ogólnego typu i o bardzo dużej wydajności, daje ona w przybliżeniu taki sam wynik, jak elektrolityczne oczyszczanie metalu, i nie jest wrażliwa na obecność pewnych zanieczyszczeń, co jest charakterystyczne przy elektrolizie cynku. Podczas wytwarzania amalgamatu usunięte zostają wszystkie domieszki cynku mniej szlachetne niż cynk, podczas zaś rozkładu amalgamatu usunięte zostają wszystkie domieszki szlachetniejsze od cynku. Jeżeli zastosuje się elektrolity względnie kwasy rozkładające, w których jony cynku są trudno rozpuszczalne, to w pewnych okolicznościach osiąga się dalszy wynik oczyszczania dzięki temu, że najmniejsze ślady zanieczyszczeń, które przedostały się poprzez zabieg wytwarzania amalgamatu oraz rozkładania amalgamatu, pozostają w roztworze. Można w ten sposób prostymi zabiegami roboczymi otrzymywać z technicznych roztworów cynkowych związki cynku, częstokroć zupełnie czyste spektro-

skopowo i nie zawierające nawet śladów anionów niepożądanych.

Dalszą korzyść ze stosowania cynku w postaci amalgamatu w porównaniu ze stosowaniem go w postaci cynku metalicznego osiąga się przy wytwarzaniu nierozpuszczalnych związków cynku, np. zasadowego węglanu cynku, przy czym korzyść ta polega na tym, że anody z amalgamatu nie wykazują skłonności do przybierania stanu bierności.

Amalgamat prowadzony w obiegu kołowym, wzbogaca się oczywiście w zanieczyszczenia szlachetniejsze od cynku, tak iż od czasu do czasu należy go oczyszczać; z tego względu może być częstokroć korzystne włączenie prostego oczyszczania wspólnego przed procesem elektrolizy. Zanieczyszczenia przeważnie wydzielają się na rtęci jako stałe albo papkowate żużle, ponieważ ich amalgamaty są trudno rozpuszczalne w rtęci; można je chwytać za pomocą zanurzonych przegród, a następnie poddawać dalszej przeróbce. Oczyszczanie może być dokonywane za pomocą destylacji, przez wygotowywanie z kwasem, albo w inny celowy sposób; przy właściwym postępowaniu otrzymuje się zanieczyszczenia w stężonym roztworze soli metalu, przerabianym osobno. Aby uniknąć konieczności zbyt częstego stosowania zabiegów czyszczenia, może być celowe włączenie prostego oczyszczania roztworu przed elektrolizą, ewentualnie oczyszczania pyłkiem cynkowym, przy czym jednakże potrzebne są tylko stosunkowo małe ilości pyłku cynkowego i oddzielanie go nie musi być tak całkowite, jak np. przy elektrolizie cynku zwykłymi metodami.

Proces niniejszy można wykonywać w najrozmaitszy sposób i w celu otrzymywania najrozmaitszych najczystszych związków cynku; w celu wytwarzania siarczanu cynkowego np. elektrolitycznie otrzymany amalgamat cynkowy rozkłada się kwasem siarkowym i tak otrzymane roztwory prze-

rabia na siarczan cynku. Rozkład amalgamatu skutecznie się celowo za pomocą kwasów o takim stężeniu, żeby siarczan cynku był w nich stosunkowo trudno rozpuszczalny. Wtedy siarczan cynku powstaje w kwasie od razu w postaci osadu i zbyt dużym się staje proces odparowywania w celu dzielenia tej soli. Prócz tego siarczan zawiera wówczas już nie 7, lecz zaledwie około 1-ej cząsteczki wody krystalizacyjnej; szybkość reakcji znacznie wzrasta. Wytworzony siarczan cynku daje się, np. przez mieszanie, łatwo zawieszać w kwasie rozkładającym i w ten sposób przeprowadzać do osadników, w których zostaje osadzony i z których można go ściągać do dalszej przeróbki.

Stężenie kwasu rozkładającego należy utrzymywać w pewnych granicach o tyle, iż kwasy zbyt rozcieńczone reagują powoli, kwasy zaś zbyt stężone ulegają redukcji aż do siarkowodoru i działają również na rtęć amalgamatu, również i temperatura reakcji nie powinna być zbyt wysoka. Celowo pracuje się z kwasem siarkowym o gęstości 1,4 stosując przy tym temperaturę wynoszącą od 70—75°C; jednakże reakcję można prowadzić również i w innych temperaturach stosując inne gęstości kwasu. Kwas rozkładający można utrzymywać w obiegu kołowym między naczyniem reakcyjnym a osadnikiem, przy czym stale kontroluje się jego skład przez pomiar gęstości i utrzymuje ją na pożądanym poziomie przez dodawanie wody albo kwasu siarkowego. Rozkład amalgamatu cynkowego celowo wykonywa się niecałkowicie, ponieważ w przeciwnym razie również i rtęć wchodziłaby w reakcję i uległa rozpyleniu; prócz tego sól cynkowa zawierałaby wtedy siarczan rtęciawy w większych ilościach. Rtęć nie całkowicie odcynkowana zawraca się do elektrolizy.

Aby osiągnąć możliwie dużą szybkość reakcji, można amalgamat w naczyniu rozkładowym podzielić na cienkie błony po-

zwalając mu np. spływać po pionowych ścianach. Szybkość reakcji można również zwiększać za pomocą katalizatorów, np. siatek platynowych, połączonych elektrycznie z amalgamatem. Szczególne jednak znaczenie ma poruszanie amalgamatu; można je osiągnąć np. przez mieszanie albo w ten sposób, że rozkład prowadzi się np. w rynn timer, której ścianki są zaopatrzone w występy, tak iż przy przepływie przez rynn timer amalgamat ulega wzburzeniu.

Do wykonywania sposobu stosuje się rozmaite aparaty; tak więc np. można się posługiwać ciągłymi komorami poziomymi, w których w ciągłym obiegu kołowym rtęci cynk z roztworów wyjściowych przeprowadza się w amalgamat i amalgamat ten w rynn timer zwrotnej poddaje się działaniu kwasu siarkowego; przeciętne stężenie amalgamatu w obiegu kołowym reguluje się celowo przez regulowanie szybkości zawracania albo odgałęzienia się większą ilość amalgamatu, lecz tylko część tej ilości amalgamatu rozkłada się kwasem siarkowym, a dającą się regulować część nierozłożoną amalgamatu zawraca się z powrotem do aparatu, w którym odbywa się elektroliza, nie stykając tej części amalgamatu z kwasem siarkowym. Ponadto zaleca się amalgamat, częściowo odcynkowany za pomocą kwasu, przepuszczać przez oddzielną zanurzonymi przegrodami osobną strefę płukania między naczyniem rozkładowym a aparatem, w którym odbywa się elektroliza; w strefie tej amalgamat w zetknięciu z wodą, roztworem siarczynu cynku albo innymi właściwymi środkami płucznymi uwalnia się od porwanego stałego siarczynu cynku.

Sól wytrąconą w kwasie rozkładającym i następnie oddzielną odwirowuje się np. i w ten sposób uwalnia od większej części kwasu; zawiera ona jednak jeszcze nieco przylegającego kwasu, który można odpędzić razem z wodą krystalizacyjną przez krótkotrwałe ogrzewanie, np. do 600°C.

Siarczany, otrzymane w ten sposób, mają postać proszku i są czysto białe; odznaczają się one nadzwyczajną czystością nawet wtedy, gdy roztwory wyjściowe były znacznie zanieczyszczone. A zatem wynalazek niniejszy nadaje się szczególnie do bezpośredniej przeróbki zanieczyszczonych roztworów cynku, np. roztworów otrzymanych po prażeniu chlorkującym, tym bardziej, iż przy elektrolitycznym wytwarzaniu amalgamatu wydajność prądu, w przeciwieństwie do wszelkich innych elektroliz cynku w wodzie, zmienia się pod wpływem zanieczyszczeń zaledwie bardzo słabo.

W celu wytwarzania najczystszej chlorku cynkowego rozkłada się elektrolitycznie wytworzony amalgamat cynku roztworami zawierającymi chlorowodór, np. wodnym roztworem kwasu solnego, i czyste roztwory chlorku cynkowego, otrzymane w ten sposób, odparowuje się. Roztworami wyjściowymi mogą być np. roztwory siarczanu; jednakże ze szczególną korzyścią stosuje się sposób niniejszy także do roztworów chlorku. Chlor, otrzymywany jako produkt uboczny, wykazuje wysoki stopień czystości; lecz także i wodór otrzymywany podczas reakcji amalgamatu z kwasem solnym jest bardzo czysty, tak iż przy wzajemnym spalania tych gazów znów otrzymuje się bardzo czysty chlorowodór, który można ponownie wprowadzać do reakcji z amalgamatem.

Również i tutaj dobrze jest prowadzić amalgamat w nieprzerwanym obiegu kołowym między komorą elektrolityczną a naczyniem rozkładowym, przy czym amalgamat powracający z naczynia rozkładowego do komory elektrolitycznej może wykazywać zawartość cynku tylko nieco mniejszą od jego zawartości w amalgamacie płynącym z komory elektrolitycznej do naczynia rozkładowego. Celowo samemu naczyniu rozkładowemu nadaje się postać rynny zwrotnej, przez którą amal-

gamat odprowadza się z powrotem z końca komory elektrolitycznej na jej początek.

Korzystnie jest rozkład amalgamatu prowadzić w wyższych temperaturach i za pomocą stężonego kwasu solnego; można jednak również pracować na zimno, jeżeli kwas rozkładowy posiada dostateczne stężenie, np. jeżeli jest nasycony chlorowodem; można również prowadzić rozkład w taki sposób, że podczas reakcji chlorowodór gazowy wpuszcza się do kwasu w naczyniu rozkładowym. Można jednak również pracować z kwasami bardziej rozcieńczonymi, jeśli reakcję wykonuje się w obecności katalizatorów, np. przy pomocy siatek z drutu platynowego, zanurzonych w kwasie i połączonych elektrycznie z amalgamatem. Przeróbka tak otrzymanych roztworów chlorku cynkowego może być dokonywana w znany sposób, np. przez odparowywanie w emaliowanych panwiach.

Całkowite oddzielenie wody od chlorku cynkowego następuje, jak wiadomo, znaczne trudności; jest ono możliwe do wykonania jedynie przez elektrolizę stopionej masy albo przez jej reakcję z cynkiem metalicznym i powoduje znaczne koszty. Z tego względu, zgodnie z wynalazkiem, w celu wytwarzania bezwodnego chlorku cynkowego rozkład amalgamatu uskutecznia się za pomocą roztworów chlorowodoru gazowego w niewodnych rozpuszczalnikach organicznych, zdolnych do rozpuszczania zarówno dużych ilości chlorku cynkowego, jak i chlorowodoru. Do tego celu odpowiednie są np. eter etylowy, albo alkohol metylowy. Rozpuszczalniki oddestylowuje się od chlorku cynkowego i odzyskuje do ponownego użytku. W celu usunięcia ostatnich resztek rozpuszczalnika organicznego konieczne jest stapianie chlorku cynkowego, przy czym niewielka ilość rozpuszczalnika ulega rozkładowi z wydzieleniem węgla, stopioną zaś masę

można w znany sposób wybielić przez dodanie małej ilości chloranu.

Można poza tym np. z technicznych roztworów soli cynkowej w sposób ekonomiczny i technicznie tak samo korzystny wytwarzać tlenki cynku o wielkiej czystości, zwłaszcza tlenki nadające się do użytku jako biały pigment, jeżeli otrzymany amalgamat będzie się poddawało rozkładowi anodowemu przy użyciu elektrolitów, zawierających kwaśny węglan potasowca i (albo) węglan potasowca, oddzieli od elektrolitu wydzielające się przy tym związki cynku, zawierające wodę i dwutlenek węgla i w znany sposób przeprowadzi je w tlenki.

Na przykład amalgamaty cynku o zawartości 2—6% rozkłada się w komorach, w których służą one jako anody, jako zaś katody stosuje się cynk lub żelazo; elektrolit składa się np. z prawie nasyconego roztworu kwaśnego węglanu sodowego. Reakcja odbywa się w ten sposób, że na anodzie powstaje związek cynku, zawierający węglan, podczas gdy na katodzie tworzy się wodór i wodorotlenek sodowy. Zgodnie z wynalazkiem elektrolit, służący do rozkładania amalgamatu, regeneruje się ustawicznie przez wprowadzanie dwutlenku węgla, ewentualnie z bezwartościowych gazów odpadkowych, i utrzymuje go w obiegu kołowym; dobrze jest samą katodę oplukiwać dwutlenkiem węgla. Elektrolit należy utrzymywać w stanie silnego przepływu, aby stale usuwać z komory wytworzone nierozpuszczalne związki cynku. Te związki cynku można zbierać w osadniku, sączyć w sposób sam przez się znany, przemywać, suszyć i prażyć w odpowiednich temperaturach; w razie potrzeby tak otrzymany gorący tlenek wprowadza się do wody, ponownie sączy i następnie suszy; można go również przeprowadzać przez odpowiednie młyny i przesiewać. Na tej drodze otrzymuje się tlenki cynku o nadzwyczajnej czystości, a zwłaszcza produkty,

wykazujące wszystkie właściwości doskonałych białych pigmentów.

Jest rzeczą celową łączyć po jednej komorze służącej do wytwarzania amalgamatu i komorze do rozkładania w zespół zamknięty sam w sobie, w którym amalgamat krąży ustawicznie, bez konieczności doprowadzania i odprowadzania rtęci. Wydajności prądu przy wytwarzaniu amalgamatu oraz przy jego rozkładzie nie są zupełnie jednakowe, przeważnie wydajność prądu podczas rozkładu amalgamatu jest nieco większa. Z tego powodu wydawałoby się potrzebnym zasilanie obydwóch komór prądem o różnym natężeniu, z czego znowu wynikałyby trudności przy łączeniu większej liczby zespołów; dla obu procesów elektrolitycznych potrzebne byłoby 2 źródła różnego napięcia albo też trzeba by było wprowadzać opory niszczące bezużytecznie część doprowadzanej energii; amalgamat krążący między miejscem wytwarzania a miejscem rozkładania go musiałby być w 2-ch miejscach elektrycznie przerwany i obie komory należące do jednego zespołu należałoby starannie od siebie odizolować.

Obecnie wykryto, że pomimo różnej wydajności prądu, można bez straty energii i w prosty sposób wprowadzić w działanie z jednego i tego samego źródła prądu dużą liczbę zespołów, jeżeli amalgamat przepływający przez obie komory zespołu prowadzi się bez przerwy elektrycznej, a więc utrzymuje ich potencjał na tej samej wysokości, a bieguny źródła napięcia względnie sąsiednie zespoły przyłącza do obydwóch pozostałych elektrod zespołu, a więc do anody komory wytwarzania oraz do katody naczynia rozkładowego, i jeżeli zewrze się od czasu do czasu jedną z obydwóch komór połączonych w zespół, mianowicie komorę o lepszej wydajności prądu. Zwieranie to można skutecznie w zależności od panującego w zespole stężenia amalgamatu ręcznie albo też za pomocą

samoczynnie pracującego odpowiednio nastawionego wyłącznika czasowego; ma ono na celu utrzymywanie w pewnych stałych granicach stężenia amalgamatu, ciągle zmieniającego się, a mianowicie stale malejącego wskutek różnych wydajności prądu.

Przykład I. Roztwór otrzymany po wygrzaniu zawierającej cynk prażonki pirytovej odmiedziowuje się śrutem żelaznym, a następnie ochładza do 0°C w celu usunięcia przeważnej ilości siarczanu sodowego. Żelazo dwuwartościowe, zawarte w tym roztworze, utlenia się powietrzem, a następnie przez dodanie wodorotlenku cynkowego strąca razem ze śladami arsenu i antymonu; wreszcie wydziela się jeszcze kobalt i mangan przy $p_H = 5,5$ przez wprowadzanie chloru. Otrzymuje się roztwór chlorku cynkowego, bogaty w sól kuchenną i zawierający ponadto większe ilości chlorku wapnia i chlorku magnezu, dalej nieco siarczanu i małe ilości miedzi, kadmu, kobaltu, niklu i żelaza; zawartość cynku wynosi około 65 g w litrze. Roztwór ten elektrolizuje się w komorze poziomej, zaopatrzonej w anody grafitowe; temperatura robocza wynosi 70°C, gęstość prądu 1200 amperów/m². Elektrolitycznie wytworzony amalgamat płynie następnie również w postaci poziomej warstwy, jednakże z 10-krotnie większą szybkością, przez podłużne rynnowate naczynie reakcyjne, którego ścianki są zaopatrzone w występy w celu powodowania możliwie burzliwego przepływu. W rynnie tej amalgamat przepływa w przeciwnym kierunku do kwasu siarkowego o gęstości 1,4 i o temperaturze 75°C. Po przejściu przez rynnę amalgamat podnosi się do jego pierwotnej wysokości za pomocą czepaka odrzutowego i w ten sposób utrzymuje stale w obiegu kołowym między komorą elektrolityczną a naczyniem rozkładowym. Na początku rynny naczynia rozkładowego stężenie cynku w amalgamacie wynosi 4%, a na

końcu — 3,8%. Pomiedzy rynną naczynia rozkładowego a czepakiem odrzutowym amalgamat przepływa przez przestrzeń płuczną, oddzieloną za pomocą śluz; w tej przestrzeni płucznnej zostaje on uwolniony od małych ilości porwanego siarczanu za pomocą roztworu siarczanu cynku, słabo zakwaszonego kwasem siarkowym; roztwór ten odnawia się po następującym potem stężeniu. Kwas z naczynia rozkładowego wypływa szybkim strumieniem z rynny i zawiera wytworzony siarczan cynku, zawieszony w postaci drobnych kryształków; wprowadza się go następnie do zagęszczalnika i klaruje, po czym doprowadza się poprzez samoczynny regulator gęstości z powrotem do rynny reakcyjnej. Siarczan cynku usuwa się z zagęszczalnika i doprowadza do wirówki, w której siarczan ten energicznie się odwirowuje; wreszcie ogrzewa się go w bębnie obrotowym do 600°C, przy czym szybkość przepływu reguluje się tak, aby czas przebywania w bębnie wynosił 20 minut. Otrzymany siarczan cynku jest bezwodny, ma odczyn obojętny i jest spektroskopowo czysty.

Przykład II. Roztwór, otrzymany po prażeniu chlorującym prażonki pirytovej, zawierającej cynk, o zawartości 70 g cynku w litrze obok dużej ilości soli kuchennej, chlorku wapnia i chlorku magnezu oraz małych ilości miedzi, kadmu, kobaltu i żelaza, a także niewielkich ilości siarczanu sodowego, elektrolizuje się w temperaturze 80°C przy gęstości prądu wynoszącej 1400 amperów/m², z zastosowaniem katody rtęciowej i anod grafitowych. Katoda rtęciowa przepływa w postaci szerokiego strumienia powoli pod anodami; opuszcza ona komorę wykazując zawartość cynku równą 4% i dostaje się do szerokiej rynny powrotnej, w której zostaje pokryta warstwą nasyconego wodnego roztworu kwasu solnego. Zamknięta od zewnątrz rynna naczynia rozkładowego posiada wylot do wydzielającego się wodoru oraz wlot

do gazowego chlorowodoru. Amalgamat opuszcza rynnę naczynia rozkładowego wykazując zawartość cynku 3,8% i powraca do komory elektrolitycznej. Z rynny stale odciąga się roztwór chlorku cynkowego o zawartości około 150 g/l cynku i odparowuje się go w emaliowanych panwiach do sucha, a wreszcie stapia. Otrzymany chlorek cynku jest spektroskopowo i polarograficznie czysty i nie zawiera nawet śladu siarczanu cynku albo innych obcych anionów.

Przykład III. Amalgamat, otrzymany w taki sam sposób, jak opisano w przykładzie II, traktuje się nasyconym roztworem chlorowodoru w eterze i otrzymuje eterowy oleisty roztwór chlorku cynkowego, zawierający około 360 g/l cynku. Roztwór odparowuje się i odzyskuje po skropleniu do ponownego użytku.

Przykład IV. Roztwór, otrzymany po chlorującym prażeniu zawierającej cynk prażonki piritowej, wykazujący zawartość 68 g/l cynku i zawierający obok dużej ilości soli kuchennej, chlorku wapnia i chlorku magnezu małe ilości miedzi, kadmu, kobaltu i żelaza, elektrolizuje się w temperaturze 80°C przy gęstości prądu 1400 amperów/m² stosując katodę rtęciową oraz anodę grafitową; wytwarza się 5%-owy amalgamat. Amalgamat ten przeprowadza się do drugiej komory i tutaj włącza się go jako anodę stosując katodę żelazną; jako elektrolit stosuje się roztwór zawierający 84 g kwaśnego węgla sodowego w litrze; pod katodę wprowadza się powolny strumień gazowego dwutlenku węgla. Temperatura robocza wynosi również 80°C, lecz gęstość prądu — zaledwie 1000 amperów/m². Elektrolit prowadzi się szybkim strumieniem ponad powierzchnią amalgamatu tak, iż wytworzona surowa farba jest zabierana; odprowadza się ją do osadnika, z którego przezroczysty roztwór zawraca się do komory. Amalgamat zastępuje się świeżym ładunkiem, skoro zawartość cyn-

ku w nim spadnie do 1%. Surową farbę ściąga się z osadnika, przemywa za pomocą kilkakrotnej dekantacji, sączy i praży w temperaturze 900°C.

Przykład V. Komorę do wytwarzania amalgamatu cynkowego oraz naczynie rozkładowe łączy się ze sobą za pomocą rynien w taki sposób, iż powstaje nieprzerwana wstęga rtęci, która płynie począwszy od komory wytwarzania poprzez czepak odrzułowy płynie z powrotem do komory wytwarzania; komory zamknięte są przegrodami, pod którymi może przepływać swobodnie rtęć, natomiast nie może przepływać ług elektrolitowy. Dodatni biegun maszyny prądu stałego przyłącza się do anod grafitowych pierwszej komory, a biegun ujemny — do katod drugiej komory, wykonanych ze stali nierdzewnej. Poza tym postępuje się w taki sposób, jak opisano w przykładzie IV. Przy zwartych elektrodach naczynia rozkładowego elektrolizuje się w ciągu kilku godzin dopóty, aż krążący amalgamat wykaże stężenie 4% cynku. Następnie przerywa się zwarcie i w ciągu 32 godzin prowadzi elektrolizę w obydwóch komorach, następnie znowu wytwarza się zwarcie na przeciąg 3-ch godzin itd. Otrzymany zasadowy związek cynku przerabia się na tlenek w sposób podany w przykładzie IV.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e .

1. Sposób wytwarzania czystych związków cynku z zawierających cynk roztworów technicznych, znamienny tym, że roztwory te elektrolizuje się w znany sposób z zastosowaniem katod rtęciowych, po czym uzyskany w ten sposób amalgamat cynku przerabia się bezpośrednio na związki cynku.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że amalgamat przerabia się elektrolitycznie, włączając go jako anodę.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamienny tym, że amalgamat cynku podczas

rozkładu miesza się albo też w sposób inny utrzymuje w burzliwym ruchu.

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że rozkład amalgamatu cynkowego przerywa się jeszcze przed całkowitym odcynkowaniem go, a zubożony amalgamat ponownie odprowadza do zabiegu elektrolizy w celu ponownego stężenia go.

5. Sposób wytwarzania siarczanu cynkowego według zastrz. 1, 3, 4, znamienny tym, że amalgamat cynku, otrzymany na drodze elektrolitycznej, rozkłada się kwasem siarkowym i tak otrzymany roztwór względnie zawiesinę przerabia na siarczan cynku.

6. Sposób według zastrz. 5, znamienny tym, że rozkład amalgamatu wykonywa się za pomocą kwasu siarkowego o takim stężeniu, iż siarczan cynku jest w nim stosunkowo trudno rozpuszczalny, tak iż powstaje on w kwasie w postaci osadu.

7. Sposób według zastrz. 5—6, znamienny tym, że kwas rozkładający prowadzi się ponad amalgamatem przeznaczonym do rozłożenia utrzymując ten kwas w tak silnym ruchu, żeby wytworzony w ten sposób siarczan cynku znalazł się w zawieszynie i wraz z kwasem rozkładającym był odprowadzany do osadnika, w którym osiada i z którego jest ściągany do obróbki wykańczającej.

8. Sposób według zastrz. 5—7, znamienny tym, że siarczan cynku, wytworzony w zabiegu rozkładania, uwalnia się od umoszonego kwasu siarkowego przez ogrzewanie.

9. Sposób wytwarzania chlorku cynkowego według zastrz. 1, 3 lub 4, znamienny tym, że amalgamat cynku wprowadza się w reakcję z roztworami zawierającymi chlorowódór i otrzymywane roztwory

chlorku cynku przerabia się w znany sposób.

10. Sposób według zastrz. 9, znamienny tym, że amalgamaty cynku rozkłada się za pomocą roztworów gazowego chlorowodoru w rozpuszczalnikach niewodnych, które prowadzi się w obiegu kołowym.

11. Sposób wytwarzania tlenku cynku o wielkiej czystości, zwłaszcza takiego, jaki można stosować jako biały pigment, według zastrz. 1, 2 lub 4, znamienny tym, że amalgamat cynku rozkłada się anodowo stosując elektrolity zawierające kwaśny węglan i (albo) węglan potasowca, a powstające przy tym związki cynku, zawierające wodę i dwutlenek węgla, oddziela się od elektrolitów i w sposób sam przez się znany przeprowadza w tlenki.

12. Sposób według zastrz. 1, 2, 4 lub 11, znamienny tym, że do elektrolitów, służących do rozkładania amalgamatu wprowadza się dwutlenek węgla i prowadzi ten elektrolit w obiegu kołowym.

13. Sposób według zastrz. 1, 2, 4, 11 lub 12, znamienny tym, że wytwarzanie i rozkład amalgamatu uskutecznia się przy użyciu jednego i tego samego źródła prądu, a mianowicie w ten sposób, iż po jednej komorze do wytwarzania i po jednej komorze do rozkładania amalgamatu łączy się w jeden zespół, przy czym amalgamatowi obydwóch komór nadaje się ten sam potencjał, pozostałe zaś elektrody łączy się z biegunami źródła prądu, a elektrody naczynia rozkładowego zwiera się od czasu do czasu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft,
Duisburger Kupferhütte
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy