



POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

59487

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.VI.1966 (P 115 137)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.IV.1970

Kl. 12 h, 1

MKP B 01 k

3/00

CZYTELNIA

UKD

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: dr inż. Adam Korczyński

Właściciel patentu: Politechnika Śląska (Katedra Elektrochemii Technicznej), Gliwice (Polska)

Urządzenie do elektrolitycznego otrzymywania substancji w postaci rozdrobnionej

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do otrzymywania w postaci rozdrobnionej substancji wydzielających się na elektrodzie podczas elektrolizy elektrolitów stężonych. Urządzenie według wynalazku nadaje się do wytwarzania sproszkowanych metali o najwyższej czystości, wymaganych przez przemysł wytwarzający półprzewodniki. Urządzenie to może być również stosowane do otrzymywania w postaci rozdrobnionej substancji, które wydzielają się przy elektrolizie na anodzie. Należy do nich na przykład jod, dwutlenek manganu MnO_2 , lub ołowiu PbO_2 i tym podobne. Urządzenie może mieć zmienianą biegunowość w miarę potrzeby wytwarzania proszku z substancji wydzielanych na katodzie lub wydzielanych na anodzie.

Znane urządzenia do elektrolitycznego otrzymywania metali w postaci rozdrobnionej, np. według polskiego opisu patentowego nr 49748 przystosowane są do prowadzenia elektrolizy w roztworach rozcieńczonych z całkowicie lub częściowo rozpuszczalnymi anodami. Tak prowadzona elektroliza jakkolwiek charakteryzuje się działaniem rafinującym, nie jest w stanie zapewnić dostatecznie wysokiej czystości produktu katodowego. Dlatego też do otrzymywania proszków o wysokiej czystości stosuje się roztwory stężone odpowiednio wstępnie oczyszczone i elektrody nierozpuszczalne w warunkach elektrolizy. Ażeby w wyniku tak prowadzonej elektrolizy powstawał metal w postaci

2

rozdrobnionej, muszą być stosowane wysokie katodowe gęstości prądowe. W przeciwnym razie powstaje metal zwarty lub gąbczasty, który przy rozdrobnieniu mechanicznym narażony jest na zanieczyszczenia.

Znane urządzenia nie są przystosowane do prowadzenia elektrolizy przy wysokich elektrodowych gęstościach prądowych, a postać rozdrobnioną otrzymuje się nie w wyniku zwiększenia gęstości prądowej, lecz przez obniżania stężenia, pH i temperatury elektrolitu.

Sposób ten posiada wiele wad a w szczególności:

- rozdrobnienie odbywa się na zasadzie równoczesnego częściowego rozładowania jonów wolnorodowych, które wpływa na obniżenie wydajności prądowej i energetycznej procesu,
- sprzyja tworzeniu się narośli dendrytycznych, które w konsekwencji prowadzą do zwarcie międzyelektrodowych;
- osad katodowy ma bardzo zróżnicowane uziarnienie.

Znane urządzenia nadają się jedynie do otrzymywania osadów luźno zwartych o budowie ziarnistej lub blaszkowej, nie nadają się do osadów o budowie iglastej.

Urządzenie według wynalazku umożliwia uzyskanie metalu rozdrobnionego o wymaganej ziarnistości z dowolnie stężonych roztworów. Dzięki temu przy zastosowaniu do elektrolizy soli danego metalu o najwyższej czystości oraz przy zastoso-

waniu urządzenia do elektrolizy według wynalazku, które zawiera jedynie tworzywa nie zanieczyszczające produktu, otrzymuje się metal rozdrobiony o najwyższej czystości.

Wynalazek polega na zastosowaniu do elektrolizy elektrody, której powierzchnia czynna składa się z oddzielnych fragmentów powierzchni oraz na odrywaniu osadu z powierzchni czynnej elektrody w miarę jego osadzania się, za pomocą wirującego elektrolitu.

Elektroda składa się korzystnie z szeregu cienkich nieprzewodzących rurek wypełnionych przewodnikiem, np. grafitem lub proszkiem metalicznym stanowiącym produkt danej elektrolizy.

Końcówki tych rurek są zwężone a ich otwory stanowią fragmenty powierzchni czynnej elektrody. Końcówki te umieszczone są w jednej płaszczyźnie na okręgu i skierowane ku drugiej elektrodzie. W płaszczyźnie równoległej wiruje współśrodkowo z tym okręgiem mieszadło. W dalszej równoległej płaszczyźnie leży diafragma, a poza nią znajduje się czynna powierzchnia drugiej elektrody.

Dzięki temu, że powierzchnia katody nie jest ciągła, powstające na niej cząstki metalu nie łączą się ze sobą i stosunkowo niewielka siła wystarcza, aby je oderwać od podstawy czyli od fragmentu powierzchni czynnej katody. Do odrywania osadzonego metalu wystarcza wirowanie elektrolitu pod wpływem mieszadła.

Wielkość ziarna zależy od wielkości podstawy czyli od wielkości fragmentu powierzchni czynnej katody, na którym ziarno to powstało i od składowej prędkości elektrolitu stycznej do tej powierzchni. Im mniejsza jest podstawa i im szybsze są obroty mieszadła względnie im bliżej powierzchni katody znajduje się mieszadło, tym mniejsze ziarno metalu zostaje oderwane, gdyż nie może się ono utrzymać na katodzie. Przeciwnie, przy mniejszej prędkości wirowania lub przy większej podstawie powstające ziarno metalu odrywa się dopiero wówczas, gdy osiągnie większe wymiary i przez to stawia większy opór wirującej cieczy.

Wielkości pojedynczego fragmentu czynnej powierzchni elektrody nie można z góry określić, gdyż istnieje współzależność parametrów: wielkość powierzchni fragmentu elektrody, siła ścinająca wywierana przez przepływ elektrolitu, gęstość prądowa. Można ją ustalić jedynie doświadczalnie zakładając praktyczne wartości pozostałych parametrów. Na przykład przy elektrolizie stężonych roztworów soli cynku przy natężeniu prądu 10 A na pojedynczy fragment powierzchni czynnej katody oraz przy zastosowaniu w bliskości katody szklanego mieszadła laboratoryjnego obracającego się z prędkością 500 obr/min okazało się korzystne stosowanie powierzchni fragmentu katody około 1 mm².

Korzystne jest zapewnienie jednakowych warunków osadzania oraz odrywania ziarn na wszystkich fragmentach powierzchni czynnej katody, gdyż tą drogą osiąga się bardzo równomierne rozdrobienie metalu. W tym celu wszystkie odrębne fragmenty powierzchni czynnej katody winny być tej samej wielkości. Rozmieszcza się je w jednej płaszczyźnie na okręgu współśrodkowym względem mieszadła. Ponadto tak umieszcza się anodę, aby odległości między każdym fragmentem

powierzchni czynnej katody a anodą były równe.

W przypadkach, w których elektrolit ma skłonność wtórnego rozpuszczania wyprodukowanego rozdrobionego metalu zastosowano według wynalazku ciecz ochronną poniżej warstwy elektrolitu.

Jako ciecz ochronna może służyć dowolny rozpuszczalnik nie mieszający się z wodą, który ciężarem właściwym przewyższa elektrolit. Szczególnie do tego celu nadają się rozpuszczalniki chłoroorganiczne. Rozdrobiony metal oderwany przez wirujący elektrolit z powierzchni katody zostaje odrzucony siłą odśrodkową na ścianki naczynia, po których opada przechodząc poprzez płaszczyznę rozdziału nie mieszających się cieczy i zbiera się w rozpuszczalniku organicznym.

Urządzenie według wynalazku będące elektrolizerem do otrzymywania metali w postaci rozdrobionej przedstawione jest schematycznie na rysunku w przekroju osiowym.

W szklanym naczyniu 1 znajduje się katoda złożona z szeregu rurek szklanych 2, których zakończenia końcówki o zwężonych otworach umieszczone są na okręgu w jednej płaszczyźnie i stanowią powierzchnię czynną katody złożoną z oddzielnych fragmentów możliwie jednakowej wielkości. Anoda 3 przedstawiona przykładowo na rysunku składa się z pałeczek węglowych połączonych ze sobą płytą 4 doprowadzającą prąd, wykonaną z węgla. W zależności od procesu anodowego, zamiast tego rodzaju anody może być zastosowana anoda z blachy platynowej. Doprowadzenie prądu do anody i do poszczególnych rurek katodowych wykonane jest z drutu platynowego.

Diafragma 5 ze spieku szklanego jest fragmentem sączka laboratoryjnego. W jej środku przewidziany jest otwór, w którym zamocowana jest rura szklana 6 obejmująca wał mieszadła 7, a zarazem służąca do odpowietrzania przestrzeni katodowej. Do chłodzenia elektrolitu służą szklane chłodnice 8 umieszczone zarówno w przestrzeni anodowej jak i katodowej. Naczynie 1 przechodzi w dole w naczynie 9 wypełnione ciężkim rozpuszczalnikiem ochronnym, w którym zbiera się otrzymany rozdrobiony metal. Dalsze elementy przedstawione na rysunku stanowią jedynie połączenie względnie podpróki wymienionych elementów, np. pierścień szklany 10 służy do podtrzymywania odcinka sączka ze spieku szklanego, który jest diafragmą 5. Pierścień ten jest zawieszony na niewidocznych pałeczkach szklanych i utrzymuje ponadto uchwyty szklane 11, podtrzymujące katody 2.

Jeżeli urządzenie według wynalazku ma służyć nie do otrzymywania metali, lecz substancji wydzielających się na anodzie, jak to już na wstępie zaznaczono wymaga to zmiany biegunowości przy załączeniu elektrolizera do źródła prądu stałego. Wówczas wszystko, co opisano powyżej na temat katody, dotyczy anody i przeciwnie.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do otrzymywania substancji w postaci rozdrobionej będące elektrolizerem diafragmowym zawierającym katodę, anodę, chłodnice do chłodzenia elektrolitu, oraz odbieralnik gotowego

produktu **znamiennie tym**, że elektroda na której wydziela się dana substancja na powierzchnię czynną złożoną z odrębnych fragmentów, korzystnie z szeregu otwartych rurek (2) wykonanych z materiału nieprzewodzącego prądu, wypełnionych przewodnikiem elektrycznym, których zwężone wyloty stanowią w sumie powierzchnię czynną elektrody, przy czym końcówki tych rurek znajdują się w jednej płaszczyźnie poziomej na okręgu, a w płaszczyznach do niej równoległych umieszczone

są: współśrodkowe mieszadło (7) nad nim diafragma (5), a nad diafragmą (5) elektroda (3) o przeciwnej biegunowości.

2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że ma odbieralnik gotowego produktu umieszczony na zewnątrz elektrolizera, który w celu zapobiegania rozpuszczania się oderwanej od elektrody rozdrobnionej substancji napełniony jest cieczą o gęstości większej od gęstości elektrolitu i nie mieszającą się z elektrolitem.

Dokonano jednej poprawki



