

92.379

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre *Un procedimiento perfeccionado para el tratamiento del cloruro de plomo o cloruro básico para convertirle en otros compuestos, y su aplicación al beneficiado de minerales de plomo y residuos del mismo metal.*

POR

Stanley Cochran Smith

The Chemical & Metallurgical Corporation Ltd.

DE

Londres,

Inglaterra.



En muchos procedimientos es conveniente extraer plomo o eliminarle en forma de cloruro de plomo, pero éste producto no tiene aplicación muy extensa y, además, debido a su volatilidad no se puede fundir fácilmente y bien al estado de plomo metálico sin pérdida del metal. Aparte de ésta dificultad no ha sido posible hasta ahora efectuar el tratamiento del cloruro de plomo, de tal manera que no tan solo se obtenga económicamente plomo metálico o un compuesto de plomo de aplicación útil en las industrias, sino que al propio tiempo, se recupere o regenere la totalidad del cloro contenido en el cloruro de plomo en forma y condiciones apropiadas, para poder ser utilizado en el tratamiento de una ulterior cantidad de mineral, residuo o cosa parecida.

Una de las finalidades de nuestro invento es realizar un procedimiento sencillo, por medio del cual el cloruro de plomo o cloruro de plomo básico, pueda ser convertido en carbonato de plomo materialmente limpio de cloruro, lo cual es de mucha más utilidad.

Otro de los fines del invento es realizar un procedimiento para el tratamiento de minerales de plomo, concentrados o residuos, con arreglo al cual el plomo es convertido en cloruro, obteniéndose luego, en forma de carbonato, recuperándose el cloro contenido en el cloruro de plomo, y en forma acondicionada y conveniente para ser utilizado de nuevo.

Los recurrentes han averiguado que si se toma cloruro de plomo (en cuya denominación van incluidos el cloruro de plomo y los cloruros de plomo básicos) en forma apropiada y es tratado en suspensión por medio de un procedimiento de carbonatación, en la forma y condiciones que se expresan a continuación, puede ser convertido en carbonato de plomo puro



o químicamente puro, pasando el cloro a la solución como cloruro de amonio.

Ya se ha intentado antes de ahora convertir el cloruro de plomo en carbonato de plomo, agitándolo en una solución de carbonato de amonio; pero con todo y con eso el producto siempre resultaba contaminado de cloruro de plomo.

Para que el cloruro de plomo esté en condiciones apropiadas para los fines del invento, deberá utilizarse en un estado de división o pulverización muy fina. Preferentemente se prepara, moliendo a un polvo impalpable la sal cristalina o precipitando el cloruro, por ejemplo, mediante acitamento de una solución caliente altamente concentrada del mismo, en salmuera y con agua fría en cantidad excesiva. También puede obtenerse descomponiendo una doble sal de cloruro de plomo apropiada en agua, y si la sal combinada con el cloruro de plomo no ejerce influencia perjudicial sobre el procedimiento, la doble sal, (por ejemplo, cloruro de plomo y amonio) podrá ser empleada desde luego, en cuyo caso el cloruro de plomo, se produce in situ. También es potestativo emplear cloruro de plomo cristalino, tal como el que se obtiene por los métodos de vía húmeda ordinarios, siempre y cuando que se aplique agitación mecánica eficaz. Cuanto mas fino sea el estado de pulverización del cloruro, mas rápidamente prosigue la conversión y menos necesaria será la agitación enérgica; no obstante la agitación mecánica es conveniente en todos los casos.

Con arreglo a éste invento se procede de la manera siguiente:

EjemPlo No.1.- Se pone cloruro de plomo en suspensión en una solución de amoniaco y se inyecta en la mezcla a una temperatura conveniente, una corriente de gases que contenga bióxido de carbono, agítándose al propio tiempo la mezcla de una manera conveniente también. La proporción



en que entre el cloruro de plomo en el liquido deberá ser tal que se pueda manipular la suspensión mecánicamente y la cantidad de amoniaco empleada deberá ser mayor que la que mecánicamente equivale al cloruro de plomo. Durante la marcha del procedimiento se añade una cantidad de amoniaco equivalente a la que es arrastrada mecánicamente por la corriente de gas.

El paso de los gases que contienen bióxido de carbono continua hasta que deja de notarse absorción alguna apreciable. Durante el procedimiento se desarrolla calor que se puede eliminar mediante enfriamiento. La presión parcial del bióxido de carbono en los gases empleados deberá ser todo lo mas elevada posible y hasta podrá exceder de una atmósfera.

Los sólidos presentes son separados entonces de la solución por filtración o de otra manera, y son lavados en agua. La solución se divide en dos partes, cada una de las cuales habrá de ser de peso conocido, empleándose una de ellas (a la que designaremos con el nombre de "solución núcleo") en el tratamiento de otra carga de cloruro de plomo, mientras que la otra parte (o sea la "solución residuaria"), es retirada para la recuperación de sus componentes, por métodos conocidos. A la solución núcleo se la añade: (1) una cantidad de agua igual a la contenida en el líquido residuario; (2) una cantidad de amoniaco igual o escasamente superior a la contenida (como combinación, y amoniaco libre), en la solución residuaria; y (3) una cantidad de cloruro de plomo equivalente o escasamente menor que la del cloruro de amonio contenido en la solución residuaria, siendo 278 partes de cloruro de plomo la equivalencia de 107 partes de cloruro de amonio.

seguidamente se inyectan gases de bióxido de carbono



en la mezcla, en las mismas condiciones que antes; el carbonato de plomo producido es segregado de la solución; a continuación ésta última se divide en solución núcleo y solución residuaria, y luego se repite el ciclo de operaciones las veces que se quiera.

No nos limitamos a adicionar los reactivos en el orden preciso antes enumerado, en su consecuencia, la totalidad del bióxido de carbono, o una parte de él, podrá ser absorbida por el amoniaco antes de la introducción del cloruro de plomo.

Los pesos relativos de la solución núcleo y de la solución residuaria podrán ser tales, que el peso de la primera de ellas se aproxime a cero y llegue a ser tan pequeño que se considere negligible, es decir, que la totalidad de los líquidos después de separación de los sólidos es sometida a tratamiento para recuperar el amoniaco, en cuyo caso se hace la subsiguiente adición de cloruro de plomo en forma apropiada a una solución o líquido libre de cloruro de amoniaco desde un principio.

Una vez descrita la manera de proceder, no consideramos sea necesario dar condiciones ni regímenes de temperatura, presión, concentración o proporciones, puesto que éstas se determinan de por sí durante el proceso químico. No obstante no estará de más exponer el siguiente ejemplo como indicativo de las condiciones en que se puede obtener como rendimiento, carbonato de plomo materialmente puro cuando la solución amoniacal está concentrada al 14 por ciento.

Ejemplo N.º 2.- Se toman cuatrocientas partes en peso de cloruro de plomo preparado mediante precipitación de la salmuera, en la forma anteriormente explicada, y se ponen en suspensión en 1000 partes en peso de agua que contenga 140 partes en peso de amoniaco (NH_3). Seguidamente se inyecta



bióxido de carbono en la mezcla, mientras que las partículas sólidas se mantienen en suspensión mediante agitación mecánica en un mezclador Gabbett. La temperatura se mantiene a unos 30°C. y cuando se note que ya no hay absorción alguna apreciable de bióxido de carbono se interrumpe el procedimiento. Los sólidos son separados de la solución y se lavan con una poquita de agua, pudiendo observarse entonces que consistirán en carbonato de plomo prácticamente puro.

A temperaturas superiores a 30°C la carbonatación prosigue de una manera mas activa y favorable, pero la pérdida de amoníaco en los gases efluentes es mayor. Es, sin embargo, potestativo mantener haja la temperatura de la mezcla, (preferentemente alrededor de 30°C), durante la primera parte o fase de la carbonatación, mientras que la concentración del amoníaco es elevada, y luego aumentarla, (preferentemente a unos 40 o 50%, o aun mas), durante las últimas fases del procedimiento en las que, debido a las reacciones químicas, la tensión del vapor del amoníaco, ha quedado reducida. Operando de ésta manera es posible con arreglo a este ejemplo, convertir mucho mas de 400 partes de cloruro de plomo en carbonato prácticamente puro.

También es factible someter el cloruro de plomo a tratamiento durante el proceso de carbonatación con arreglo al principio de contracorriente, es decir, que se puedan disponer las cosas de manera que el cloruro de plomo que entre de refresco tenga que pasar por las fases preliminares del proceso de carbonatación en una solución que haya sido utilizada con anterioridad en la carbonatación de cloruro de plomo a medio carbonatar y que tenga la concentración mas baja posible en amoníaco libre y hacer que el sólido carbonatado en parte, o casi carbonatado del todo,



antes de abandonar el procedimiento quede sometido en presencia de ácido carbónico, a la acción de la solución que contenga la máxima concentración de amoniaco libre.

Por medio del presente procedimiento, podemos obtener soluciones de cloruro de amonio relativamente concentradas que se podran emplear en un proceso de extracción del plomo y de las cuales se podrá también recuperar o regenerar económicamente el amoniaco, mediante empleo de cal u otro álcali, con un reducido consumo de combustible. Estas soluciones podrán tener tal grado de concentración que al enfriarse se cristalice el cloruro de amonio; en tales casos la solución, de la cual se haya separado el cloruro de amonio sólido podrá ser entonces utilizada como medio en el cual se pone en suspensión una nueva cantidad de cloruro de plomo y se deja carbonatar en otro ciclo de operaciones. Como se vé, pues, nuestro procedimiento constituye un método para la recuperación del cloruro de amonio que no lleva aparejada concentración alguna por evaporación de soluciones de cloruro de amonio.

También es factible obtener por éste procedimiento después del tratamiento del cloruro de amonio con cal, una solución concentrada de cloruro de calcio que contenga materialmente todo el cloro que en un principio estaba combinado con el cloruro de plomo.

Se conocen procedimientos para el tratamiento de minerales en bruto, concentrados o residuos metalúrgicos que contengan plomo, mediante los cuales el plomo se obtiene en estado de cloruro. Con arreglo al presente invento, el cloruro de plomo se obtiene de éste modo y luego es convertido en carbonato de plomo según queda descrito, recuperándose el cloro del cloruro de plomo en forma de cloruro de amonio, cloruro de calcio o su equivalente,



el cual, si se quiere, puede utilizarse para la obtención de nuevas cantidades de cloruro de plomo.

EjemPLO N.º.3.- En muchas operaciones metalúrgicas, los minerales de sulfuro de cinc que contienen compuestos de plomo se tuestan o calcinan para poner el cinc en condiciones de solubilización en una solución de ácido sulfúrico para extraer de ella el cinc, dejando tras de sí un residuo que contenga plomo y sulfato de plata, dado caso que hubiera presente plata alguna en el mineral primitivo. Este residuo es sometido a tratamiento en una solución clorurada caliente, la cual podrá contener un poco de ácido para disolver los compuestos de plomo y de plata, separándose luego la solución de los sólidos y extrayendo de ella cualquier cantidad de plata que contuviere en la forma de costumbre; al dejarse enfriar la solución se separa de por sí el cloruro de plomo y es extraído por filtración o de otra cualquier manera conocida. El cloruro de plomo es luego sometido a tratamiento en la forma anteriormente descrita. La solución caliente de cloruro de amonio producida, o la solución caliente de cloruro de calcio que de ella se obtiene mediante tratamiento con cal para la recuperación del amoníaco, se podrá utilizar también como solución de cloruro caliente para disolver ulteriores cantidades de plomo y de plata.

EjemPLO N.º.4.- En el caso del conocido tratamiento de minerales sulfurados de cinc y de plomo concentrados y sus similares, que consiste en calentar el mineral con un ácido en presencia de un cloruro que haga al plomo entrar en solución y en separar la solución caliente del sulfuro de cinc, el invento podrá tener aplicación cerrando la solución clorurada caliente en bastante cantidad de agua fría con el fin de obtener el cloruro de plomo



en estado de división muy fina, o haciendo que la solución caliente deposite el cloruro de plomo finamente pulverizado, por ejemplo, mediante enfriamiento y agitación rápidos.

El cloruro de plomo es luego sometido a tratamiento en la forma anteriormente explicada y el líquido residuario que contiene el cloruro de amonio es calentado con cal a fin de expulsar el amoniaco para su recogida y nuevo uso, y para obtener una solución de cloruro de calcio que pueda ser utilizada en la extracción de una nueva parte del mineral.

EjemPlo No.5.- Nuestro procedimiento es aplicable a aquellos métodos de extracción de plomo, que suponen el calentamiento de un mineral de sulfuro de plomo con cloruro de cinc, o en una fundición que contenga cloruro de cinc, en virtud de lo cual se forman cloruro de plomo y sulfato de cinc. Separamos el cloruro de plomo del baño en fusión en la forma que es sabida y después de convertirle en carbonato de plomo en la forma antes explicada, se recupera el cloruro de amonio que podrá ser utilizado para la producción de amoniaco y de cloruro de cinc por medio de reacciones conocidas.

EjemPlo No.6.- En la aplicación de nuestro procedimiento al tratamiento de minerales de sulfuro de plomo, concentrados, resícuos y sus similares, lo primero que debe hacerse es someter el mineral a una calcinación sulfatante, extrayendo luego el plomo con una salmuera neutra y caliente o ligeramente ácida, enfriando la solución para producir la separación de la sal de plomo, y en tratar ésta sal, que consiste sensiblemente en cloruro de plomo, en la forma anteriormente descrita, para obtener carbonato de plomo y una solución de cloruro utili-



zable en otra tanda de operaciones. De manera análoga el sulfato de plomo, o materias que contenga sulfato de plomo, podrán ser extraídos, con salmuera caliente, y la sal de plomo obtenida al enfriar la solución podrá ser tratada en la forma descrita.

EJEMPLO No.7.- Podemos aplicar nuestro procedimiento a la conversión de plomo metálico derivado de residuos metalúrgicos, en carbonato de plomo, disolviendo primeramente por medio de salmuera ácida, ácido clorhídrico, cloruro férrico, o su equivalente, a fin de producir cloruro de plomo, tratando luego éste cloruro de plomo en la forma anteriormente descrita. De ésta manera podemos producir carbonato de plomo puro, y por consiguiente óxido de plomo, de formas impuras de plomo, tales como plomo ágrio, escorias de plomo, plomo en pasta, etc....

N O T A .

habiendo ya descrito y detallado con toda amplitud la naturaleza de nuestro invento así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento, y lo que constituye la esencia del mismo, y por lo que solicitamos patente de invención por veinte años en España es por: " Un procedimiento perfeccionado para el tratamiento del cloruro de plomo o cloruro básico para convertirle en otros compuestos, y su aplicación al beneficiado de minerales de plomo y residuos del mismo metal"; caracterizándose por lo siguiente:

1º. Por un procedimiento de conversión del cloruro de plomo en carbonato de plomo, que consiste en suspender el cloruro en forma apropiada en una solución



que contenga amoníaco, en agitar la suspensión amoniacal, y en inyectar en ella bióxido de carbono hasta conseguir la carbonatación completa; tal y como queda substancialmente descrito.

2º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª, en el que la temperatura de la solución se mantiene baja, preferentemente alrededor de 30°C, durante la primera fase de carbonatación, elevándose durante las posteriores fases de la misma.

3º.- Un procedimiento para convertir el cloruro de plomo en carbonato de plomo, consistiendo dicho procedimiento en suspender el cloruro en una solución amoniacal acuosa, en agitar la mezcla, en inyectar bióxido de carbono en la suspensión amoniacal hasta conseguir la completa carbonatación, en separar el carbonato de plomo así producido de la solución amoniacal que contendrá cloruro de amonio formado también, y en recuperar los componentes de dicha solución.

4º.- Un procedimiento sistemático de conversión del cloruro de plomo en carbonato de plomo tal y como queda substancialmente descrito en el ejemplo Nº.1.

5º.- Un procedimiento como el que se especifica en la reivindicación 4ª, en el que el cloruro de plomo durante el proceso de carbonatación, es tratado con arreglo al principio de contracorriente; tal y como queda substancialmente descrito.

6º.- Un procedimiento para extraer el plomo de sus minerales, concentrados, residuos o materias similares, en el que el plomo es obtenido por métodos conocidos, en forma de cloruro de plomo, convirtiéndose luego éste cloruro en carbonato de plomo, con arreglo



a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.

7º.- Un procedimiento para el tratamiento de minerales concentrados, residuos o sus similares, tal y como queda substancialmente descrito en los ejemplos 1,3º, 4º,5º, 6º y 7º.

" Un procedimiento perfeccionado para el tratamiento del cloruro de plomo o cloruro básico, para convertirle en otros compuestos, y su aplicación al beneficiado de minerales de plomo y residuos del mismo metal"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid 29 Enero 1925.

Stanley Cochran Smith y The Chemical and Metallurgical Corporation Limited.

P. P.