

E.P.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años por " Procedimiento para la preparación de compuestos de plomo de minerales, productos metalurgicos, residuos de la industria química y, análogos e a favor de la Razón Social CONSORTIUM FÜR NASSMETALLURGIE, residente en Oker am Harz (ALEMANIA).

=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=o=

Para la pureza de los preparados de plomo son exigidas condiciones especialmente elevadas, por ejemplo su aplicabilidad excluye completamente la presencia de pequeñas cantidades de bismuto, cobre, hierro y otros óxidos metálicos para grandes ramos industriales como por ejemplo para la industria del vidrio y la cerámica. Hasta ahora esta pureza solo se podía lograr practicamente fundiendo hasta obtener el plomo las materias brutas ricas en este metal e impuras y refinando este plomo. El plomo producido de esta manera, de elevado grado de pureza, sirve como material de partida para la obtención de preparados de plomo. Por medio de la influencia



del oxígeno, de los ácidos o de combinaciones de uno y otros, eran producidas del plomo metálico las sales correspondientes. La mayor parte de las sales así obtenidas no servían como producto final sino que, como por ejemplo el acetato o el nitrato, eran utilizadas principalmente para fabricar otros compuestos de plomo, por ejemplo las sales utilizadas como colores. El presente procedimiento parte inmediatamente de minerales, productos metalúrgicos, así como de escorias de plomo y otros residuos de la industria química, como fango de cámara de plomo (esencialmente sulfato de plomo). Los minerales, escorias, fangos de cámara etc, son separados por lexicación con cloruros de los alcalis metálicos o de los metales alcalino-terreos y en caso necesario después de neutralización, de las bases contenidas en la materia bruta, en el cual caso también puede existir un exceso de ácido. La concentración no juega ningún papel, lo mejor es trabajar primeramente con un pequeño exceso de ácido clorhídrico, el cual se reconoce en que la disolución turbia pone precisamente azul al rojo de girasol y después de esto se neutraliza con carbonato de calcio, de modo que desaparezca el azulado del girasol y la disolución turbia reacciona ligeramente ácida con el papel de tornasol. Se puede utilizar en este caso una oxidación, por ejemplo, con aire, cloro, bromo o cloratos para precipitar en forma de hidróxido de hierro el hierro que va en disolución. Para excluir metales extraños se reduce la disolución turbia o su producto de filtración con plomo metálico, por ejemplo plomo granulado o esponja de plomo en el cual caso es precipitada la plata existente, la cual va en disolución en fuertes legías de cloruro. La disolución turbia es filtrada o aclarada en otra forma y contiene al plomo en forma de sales complejas de cloruro de plomo y al alcali correspondiente o cloruro de tierra alcalina. La concentración de plomo



de estas sales complejas debe ser bastante elevada, por ejemplo de 9 %. La solución es mezclada con compuestos alcalinos al tornasol, por ejemplo, hidroxidos alcalinos, oxidos e hidroxidos alcalino-terreos, carbonato alcalino. Los compuestos que no reaccionan al tornasol, como por ejemplo el carbonato de calcio, no son aplicables. Se forma un precipitado que aun despues de retirada la leña adherida, por ejemplo por lavado, contiene una proporción considerable de cloro, por ejemplo de 5 a 9 %, la cual no puede separarse por medio del lavado con agua.

Lo mejor es no precipitar todo el plomo, sino solamente en tal cantidad, que quede aun en la solución proximately 0,4 a 1,2 de plomo, la cual puede volverse a llevar al procedimiento, por ejemplo se precipita el 90%. El tratamiento ulterior de este precipitado rico en oxiclورو se dirige segun la clase de preparados de plomo que se toman para el trabajo. Si se quiere preparar cloruro de plomo, se tratará el precipitado, que se puede lavar, si no se deja el lavado para el final del procedimiento, con ácido clorhídrico, ventajosamente en tal cantidad que la solución turbia producida ponga azul al rojo de girasol. Si se quiere fabricar sulfato de plomo, se tratará en forma correspondiente con ácido sulfurico. Si se quiere preparar cromato, se mezclará con ácido crómico o con una disolución de cloruro a la que se añada en caso necesario un ácido libre, por ejemplo ácido clorhídrico.

Se ha demostrado que en este procedimiento se emplea ventajosamente como ácido el ácido carbonico y así se obtiene carbonato de plomo de minerales, productos metalurgicos o desperdicios de la industria química, como fango de cámara (esencialmente sulfato de plomo). Se precipite el depósito con compuestos alcalinos respecto al tornasol por ejemplo hidroxidos alcalinos, oxidos alcalino-terreos, hidroxidos alcalino-terreos y carbonato alcalino de las soluciones del plomo en los cloruros. La precipitación del plomo de las soluciones se verifica del mejor modo de tal ma-



para la fabricación del vidrio.

Aun cuando según el presente procedimiento la purificación de las soluciones se verifica según métodos en sí conocidos, es sorprendente la aplicabilidad del mismo a las soluciones de cloruro que se emplean. No era de prever a causa de la formación compleja, que en la neutralización con carbonato de calcio que forma la primera parte de la purificación en o después de la oxidación de hierro y magnesio, resultan realmente las sales de hierro básicas y no quedan por ejemplo disueltas ni resultan sino hasta el precipitado de la cal con el plomo por lo cual sería impedido una purificación del producto del plomo. No era tampoco de prever la cementación de los metales aun disueltos por medio de la espuma de plomo, porque la cementación de los metales electro-positivos contrarresta la inclinación a la formación compleja en la solución. El hecho de que según el presente procedimiento se obtiene preparados de plomo realmente utilizables, es principalmente sorprendente en las pequeñas cantidades de las impurezas admisibles. Por el contrario de los procedimientos conocidos, el presente procedimiento puede ser ejecutado a temperaturas en las cuales la lejía sea mantenida isotérmica de modo que no se separa por cristalización ningún cloruro de plomo. Si se procede a la lexivación en caliente, no podrá ser elegida la concentración de modo que en un enfriamiento eventual sean separados compuestos de plomo en cantidades dignas de mención. En el procedimiento hasta ahora conocidos es absolutamente necesario separar un doble compuesto cristalizado de la solución primeramente obtenida muy caliente, lo que tiene grandes dificultades porque principalmente en las lejías de cloruro de calcio, permanece en disolución una gran parte del plomo. La filtración muy caliente que es necesaria en los procedimientos conocidos es difícil de ejecutar, tanto mas cuanto que los filtros son fuertemente atacados por las soluciones muy calientes.

El presente procedimiento se diferencia fundamentalmente de los conocidos en que, en forma generalmente y en sí conocida, los compuestos



de cloruro se lexivan con soluciones de cloruro, pero entonces no se procede a un enfriamiento sino que por medio del establecimiento de la reacción alcalina se precipita oxiclорuro de plomo y este se convierte entonces con ácido o sales en el compuesto de plomo correspondiente, en el cual caso, después de la conocida lexivación de los compuestos de plomo con soluciones de cloruro, puede verificarse también una separación de los metales extraños en forma en sí conocida.

E J E M P L O S :

I. Cloruro de plomo: 200 Kg. de residuos de plomo en pequeños trozos, que contengan 100 Kg. de plomo en forma oxidada son disueltos mediante calefacción en 2,5 m<sup>3</sup> de lejía de cloruro de calcio, con unos 530 gr. de Ca Cl<sub>2</sub> por litro y mediante adición de ácido clorhídrico hasta que el papel de girasol sea azulado precisamente permanentemente. Para ello son consumidos 100 Kg. de ácido. La lejía que contiene aproximadamente 0,1 % de hierro, es mezclada a 50 grados con un Kg. de clorato de potasa y con un exceso de carbonato de calcio y filtrada. El producto de la filtración es agitado en caliente una hora con plomo granulado separado después de la espuma metálica y precipitado con 26 Kg. de buena cal en forma de lechada de cal. Se precipita un oxiclорuro de plomo, el cual es separado por filtración. El producto de filtración contiene aún 0,4 % de plomo y es de nuevo utilizado como lejía disolvente. El oxiclорuro, que contiene húmedo 50 % de plomo y 6 % de cloruro, es recojido después de previo lavado con agua en 1 m<sup>3</sup> de agua y agitado con 80 Kg. de ácido clorhídrico al 30 %. Se transforma ahora en cloruro de plomo y es filtrado en un frasco de filtrar en el vacío.

II. Para la producción de sulfato de plomo se produce un oxiclорuro puro como en I. 200 Kg. de oxiclорuro con 50 % de plomo y 6 % de cloruro son transformados con 34 Kg. de ácido sulfurico y 24 gr. de sulfato de sodio en sulfato de plomo.

III. Para la producción de cromato de plomo, se dejan 200 Kg. de fango residual de plomo, con 50 % de plomo y 20 % de ácido sulfurico, en



5 m<sup>3</sup> de solución de cloruro de sodio saturada, que para la precipitación de ácido sulfurico, se ha mezclado con 50 Kg. de cloruro de calcio.

IV. Carbonato de plomo. Se produce de 200 Kg. de residuos de plomo en pequeños trozos con 50 % de plomo y 2 % de zinc, lexivando el material en frio con 2 m<sup>3</sup> de ácido clorhídrico al 3 %, para separar el zinc por disolución. Entonces, como en el ejemplo I. es disuelto en fuerte solución de cloruro de calcio y purificada la lejía como alli. A 20° y mediante lenta adición con lechada de cal de 26 Kg. de CaO es precipitado mediante buena agitación. El oxiclорuro, 200 Kg. con 50 % de plomo y 4,5 % de cloro, es separado por filtración y algo lavado. Entonces se le suspende en 10 m<sup>3</sup> de agua, para que la concentración de la solución turbia permanezca en cloro bajo el 0,5 %, por medio de lo cual se economiza una decantación. Entonces se añade 7,1 Kg. de CaO en forma de lechada de cal. Se agita a fondo una media hora y se introduce luego bajo constante agitación, ácido carbonico en tanto que aún se verifique un aumento del contenido de cloro en la solución. Este punto es conseguido un tanto por ciento elevado de ácido carbonico y anchura de tubo correspondiente, en una media hora. El oxiclорuro de plomo se ha saturado completa o parcialmente en este caso con ácido carbonico y ha desprendido su cloro en la lejía, de la cual es separado por filtración.

N O T A

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad e invención propia, son las siguientes reivindicaciones:  
1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la obtención de compuestos de plomo puros de materias brutas que contengan plomo, caracterizado porque se lexivan las materias brutas en frio o en caliente, con lejías de cloruro y mediante la posible evitación de cristalización térmica, se precipita el plomo de las soluciones por medio de la adición de materias alcalinas en forma de oxiclорuro de plomo el cual puede luego ser elabo-



rado en forma en sí conocida, en otros compuestos de plomo puros.  
2<sup>a</sup>.- Forma de ejecución del procedimiento según la conclusión 1, para la fabricación de carbonato de plomo puro, caracterizada porque se separa el oxícloruro de plomo precipitado de la lejía de precipitación y se verifica la introducción de ácido carbonico en el oxícloruro de plomo precipitado en presencia de cantidades de agua tales que prácticamente se consiga una completa descoloración del precipitado de plomo.

3<sup>a</sup>.- Forma de ejecución del procedimiento según la conclusión 2, caracterizada porque en presencia de pequeñas cantidades de agua, después de llevar a pararse la formación de carbonato por medio del contenido demasiado elevado en cloro de la solución, el precipitado es separado del líquido y renovado, mediante adición de agua es introducido el ácido carbonico.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de compuestos de plomo de minerales, productos metalurgicos, residuos de la industria química y analogos.- Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

Consta esta memoria de nueve páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid a 6 de Agosto de 1925-

Leocadio López y López.

P. P. =