



253825

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la producción de plomo"

=====

Solicitante: SHERRILL GORDON MILLS LIMITED, entidad canadiense,
domiciliada en 25 King Street West, TORONTO, ONTARIO, CANADA,

=====

Esta invención se relaciona con un método de producir plomo en forma elemental substancialmente privado de impurezas.

- El procedimiento de esta invención para la producción de plomo partiendo de un material que lo contiene se caracteriza por los pasos de lixiviar un compuesto de plomo elegido en el grupo que consiste en sulfato de plomo, cloruro de plomo, nitrato de plomo, acetato de plomo y óxido de plomo con una solución acuosa que contiene un miembro elegido del grupo que consiste en alqueno y



- 2 - 2538 25 30

alcohol amíaco y sales de ácidos y derivados de las mismas, que es soluble en agua y que está presente en una cantidad suficiente para combinarse con el plomo obtenido en dichos compuestos de plomo.

5. Se conocen métodos y se usan mucho para producir plomo partiendo de minerales y concentrados de plomo, de desperdicios y metales secundarios, sub-productos de plantas metalúrgicas y residuos y otros materiales que contienen plomo. Dichos métodos suelen incluir procedimientos pirometalúrgicos, como calcinación o aglomeración, fusión en una atmósfera reductora para formar plomo en barras y el tratamiento de las barras así obtenidas para separar las impurezas que, de otra manera, contaminarían la pureza del plomo metálico deseado.
10. Los métodos convencionales conocidos tienen varios inconvenientes importantes. Los aparatos y el equipo auxiliar son de una instalación costosa y de un funcionamiento costoso, particularmente en la era presente de costos progresivamente crecientes de instalación y de explotación. En virtud de los gases y los humos que se desprenden, las instalaciones tienen que situarse en áreas alejadas de centros de población, o bien, alternativamente, es necesario instalar un equipo costoso para el tratamiento de los humos y los gases.
15. Se conocen también métodos hidrometalúrgicos que se usan para el tratamiento de materiales metalíferos, para la recuperación de metales, como cinc, cobre, níquel, cobalto, oro y plata. Dichos métodos suelen comprender un paso de lixiviación, en el cual el metal que interesa se
- 20.
- 25.



extrae del material que lo contiene y se disuelve en una solución de lixiviación. Esta solución, después de separar el residuo no disuelto, se trata para recuperar el metal que se desea, ya sea en forma de un producto metálico o de una sal metálica substancialmente privada de impurezas.

Los métodos hidrometalúrgicos para tratar metales que contienen plomo, con el fin de producir plomo metálico que satisfice los requisitos exigidos en el mercado, no se han desarrollado aún en una escala comercialmente práctica. Las razones para que así sea pueden ser el valor relativamente bajo en el mercado del metal; el costo relativamente elevado de las soluciones de lixiviación en las cuales son solubles las sales de plomo y el plomo; las dificultades con que se tropieza en el tratamiento de las soluciones de lixiviación conocidas para recuperar de ellas el plomo disuelto substancialmente privado de impurezas; y la posible pérdida de metales preciosos, como plata y oro, que pueden estar contenidos en el material plomífero.

Hemos descubierto que los problemas hasta ahora asociados con la producción de plomo substancialmente privado de impurezas por procedimientos esencialmente hidrometalúrgicos, se evitan por el método de tratar el material que contiene el plomo que se describe con más detalles más adelante.

El presente método comprende, en su forma más sencilla, la dispersión del material plomífero en una solución acuosa de lixiviación que contiene un miembro



2538 25

- 4 -

elegido en el grupo que consiste en alquilo y alkanol aminas y derivados de las mismas, que es soluble en agua y que está presente en una cantidad por lo menos suficiente para combinarse con el plomo contenido en dicho material.

5. El plomo contenido en el material plomífero está en forma de ciertos compuestos oxidados de plomo como sulfato de plomo, óxido de plomo, cloruro de plomo, acetato de plomo y nitrato de plomo. Los compuestos de plomo oxidados, como el peróxido de plomo y el cromato de plomo, se encuentra que son relativamente insolubles en este tipo de solución de lixiviación.

- Ahora hemos descubierto que esos compuestos de plomo son solubles en soluciones de lixiviación acuosas que contienen un miembro elegido en el grupo descrito de alquilo y alkanol aminas y derivados de las mismas. Dichas soluciones incluyen, por ejemplo, etileno diamina, dietileno triamina, trietileno tetramina, tetra-etileno pentamina, propileno diamina, monoetanol amina, dietanol amina y trietanol amina y sus derivados que incluyen las sales de ácidos de dichos compuestos.

Hemos descubierto además, métodos comercialmente prácticos de:

- (a) preparar el contenido de plomo del material plomífero en una forma oxidada en la cual es fácilmente soluble en una solución de lixiviación de la clase descrita.

(b) precipitar de una solución de lixiviación, de la clase descrita el plomo disuelto substancialmente no contaminado por impurezas asociadas con el plomo en el

2538 25



materias plomíferas iniciales.

(c) reducir el plomo precipitado a plomo metálico substancialmente privado de impurezas, por ejemplo de una pureza del orden de 99.99% o más.

5. (d) tratar la solución de lixiviación gastada para recuperar y reciclar el reactivo contenido en la misma; y

(e) tratar el residuo no disuelto procedente del paso de lixiviación con la amina para recuperar componentes económicamente útiles.

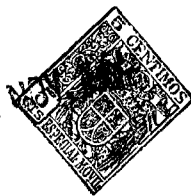
10. La manera de aplicar el método de esta invención se describe en detalle más adelante, haciéndose referencia al diagrama que se acompaña, aplicado a la producción de plomo de una pureza de 99.99% o más

15. partiendo de un concentrado de sulfuro de plomo que contiene, también cinc y plata. El primer paso del proceso es un método preferido de convertir el plomo en sulfato de plomo, en cuya forma es muy soluble en la solución de lixiviación de amina. Los pasos que siguen

20. a la lixiviación son procedimientos preferidos para precipitar el plomo disuelto de la solución, para reducir el plomo precipitado a la forma metálica, para regenerar la solución de lixiviación, y para el tratamiento de residuos no disueltos. Se comprenderá fácilmente que

25. esos procedimientos específicos pueden modificarse o pueden adoptarse otros procedimientos para satisfacer los requisitos del material plomífero en cuestión, sin apartarse del campo de la invención.

La Tabla I que sigue ilustra la solubilidad



del sulfato de plomo en diferentes tipos de soluciones de alquilenos y alkanol amina a la temperatura ambiente, aproximadamente 20° C. En todos los casos se empleó para la liziviación una solución acuosa que contenía 2 moles del reactivo especificado por litro de solución y la reacción se continuó, con agitación, hasta que se alcanzó el equilibrio.

T A B L A I

10. Solubilidad del sulfato de Plomo en diversas soluciones de amina a 20° C.

Concentración de la solución = 2 moles de amina por litro.

	<u>Alquilenos aminas</u>	Reactivo <u>g.p.l</u>	Pb en solución <u>g.p.l</u>
	Etileno diamina	120	90
15.	Diutileno triamina	206	304
	Triutileno tetramina	292	302
	Tetraetileno pentamina	378	364
	<u>Alkanol aminas</u>		
	Monoetanolamina	122	5
20.	Diolanolamina	210	125
	Triolanolamina	298	44
	<u>Alkil aminas</u>		
	Metilamina	62	0
	Etilamina	90	0
25.	N-propilamina	118	0
	Isopropilamina	118	0
	Ciclohexilamina	198	0

2538 25

- 7 -



Se observará por la tabla anterior que:

(a) pueden obtenerse resultados satisfactorios en la lixiviación usando cualquiera de las alquileno aminas probadas;

5. (b) aunque las alkanol aminas son menos satisfactorias, con todo, pueden emplearse, si se desea, como reactivos de lixiviación para el material plomífero;

(c) las alquilaminas no son apropiadas como reactivos de lixiviación para materiales plomíferos.

10. Si el plomo contenido en el material plomífero está en forma de una sal oxidada, como sulfato de plomo, cloruro de plomo, nitrato de plomo, acetato de plomo, etc., se introducirá directamente en el paso de lixiviación con la amina. Sin embargo, si el plomo está en forma

15. metálica o en forma de una sal que no es fácilmente soluble, o completamente soluble en la solución de la amina, debe convertirse en una forma soluble, ya sea por un tratamiento preliminar o durante la lixiviación.

20. Se encuentra, por ejemplo, que el sulfuro de plomo puede ser convertido fácilmente en sulfato de plomo o en sulfato básico de plomo, por ejemplo por una calcinación en una atmósfera oxidante.

25. La oxidación del sulfuro de plomo para convertirlo en sulfato de plomo en una solución acuosa, en presencia de un gas que contiene oxígeno libre, forma sulfato. Puede conducirse en agua a la cual no se ha añadido ningún ácido, o bien puede conducirse en una solución en la cual está presente ácido sulfúrico.

Las reacciones de oxidación pueden expresarse



2538 25 - 9 -

S E R I E A II

EFECTO DEL ACIDO Y LA TEMPERATURA SOBRE LA CONVERSION

DEL PbS en PbSO₄.

Serie "Amida" - 1.95 moles de H₂SO₄ añadido por mole de Pb.
2 4

Experimento Nº	A-3	A-5	A-7	A-1	A-6					
Temperatura ° C.	70°	80°	90°	140°	150°					
	% de Pb conver- tido en PbSO ₄	pH	% de Pb conver- tido en PbSO ₄	pH	% de Pb conver- tido en PbSO ₄	pH	% de Pb conver- tido en PbSO ₄	pH	% de Pb conver- tido en PbSO ₄	pH
	4		4		4		4		4	
Tiempo, horas										
0	19	1.4	48	1.2	53	1.2	83	1.5	88	1.3
1/2	62	3.5	84	2.9	91	2.6	92	1.1	90	1.2
1	76	3.5	90	2.7	95	2.4	96	1.0	92	1.0
2	93	3.0	97	2.6	99	2.3	96	1.0	92	1.0
3	96	2.8	-	-	-	-	97	1.0	-	-

El residuo sólido al final del experimento
conducido a 90° C. contenía 47.7% de plomo en forma de
sulfato de plomo, 3.0% de cinc, 10.4% de hierro, 0.375 gm.
de plata por kg.; aproximadamente 1% de material
insoluble, azufre total 18% y azufre elemental 11.6%.

2538 25

- 10 -



T A B L A III

Serie "Hembra" - agua solamente - Ningun Acido añadido.

Experimento n.º	N-4		N-5		N-1		N-3	
Temperatura º C.	110º		130º		140º		150º	
	% de Pb conver- tido en PbSO 4	pH	% de Pb conver- tido en PbSO 4	pH	% de Pb conver- tido en PbSO 4	pH	% de Pb conver- tido en PbSO 4	pH
Tiempo, horas								
0	2.1	5.0	2.5	5.2			2.4	4.1
1/2			19.4	5.7			42.2	5.0
1			27.1	6.0	42.5	4.5	64.2	5.0
2	17.5	5.5	36.3	5.9	60.5	4.9	92.2	2.5
3			46.5	5.9	75.0	5.0	94.8	2.0
4	33.2	6.0	55.5	6.0	90.5	4.9	95.1	1.8
5			64.0	6.5	96.5	4.9	95.4	1.6
6	42.7	5.9	71.5	6.9			95.6	1.5
7			78.5	6.4				
8	50.5	5.7						

El residuo al final del experimento conducido a 150º C. contenía 54,8% de plomo como sulfato de plomo, 3.5 % de cinc, 11.8% de hierro, 0.445 gm. por kg. de plata, 13% de azufre total, menos de 1% de azufre elemental, y aproximadamente 1% de material insoluble.

2538 25

- 11 -



- Se observará por la Tabla II que, cuando se empleó un ligero exceso de ácido sobre la cantidad necesaria para combinarse con el plomo, formar sulfato de plomo la oxidación del sulfuro de plomo en sulfato de plomo se produce rápidamente y se completa en una proporción de 99% en dos horas cuando se conduce a 90° C. Por el contrario, aunque la reacción forma sulfato, solo se había completado una proporción de 50.5% en ocho horas a 110° C., cuando no se añadió ningún ácido. Por consiguiente, se
5. prefiere conducir el paso de la oxidación en presencia de ácido sulfúrico proporcionado por lo menos en la cantidad estequiométrica necesaria para combinarse con el plomo como sulfato de plomo. Además, aunque la reacción puede conducirse a temperaturas superiores a 120° C., se
10. prefiere conducirla por debajo del punto de fusión del azufre, de preferencia a aproximadamente 75° C., a aproximadamente 110° C., de modo que el ácido sulfídrico que es oxidado y convertido en azufre elemental en presencia de ácido sulfúrico permanezca en el estado sólido y
15. no interfiera con la reacción de oxidación.
- 20.

- El paso de la formación de sulfato de plomo, identificado como el paso de oxidación 1 en el dibujo, es especialmente ventajoso en el tratamiento de un concentrado plomo-cinc en bruto como el que se produce en el
25. tratamiento de un mineral complejo plomo-cinc. Es un procedimiento convencional en el tratamiento de un mineral de este tipo tratarlo primero por un proceso de flotación convencional para formar un concentrado plomo-cinc que contiene, por ejemplo, aproximadamente 30% de



- cinc y 30% de plomo. Este concentrado se somete después a una Flotación para formar un concentrado de cinc de alta calidad que se pasa a una refinaria de cinc y un concentrado de plomo de alta calidad que se pasa a una refinaria
5. de plomo. Este procedimiento tiene el inconveniente de que el concentrado de cinc suele contener algun plomo y el concentrado de plomo suele contener algun cinc. Esto dá como resultado la pérdida de uno u otro metal en el tratamiento de cada concentrado o bien la necesidad de
10. emplear aparatos como hornos en los que la escoria se elimina en forma de gases para tratar los residuos procedentes de la refinaria de cinc y plomo.
- Este inconveniente se evita fácilmente por el paso de oxidación del presente procedimiento con la
15. ventaja adicional importante de que el concentrado puede tratarse directamente y se evitan los costos de proporcionar y operar el paso de concentración selectiva. En el tratamiento de un concentrado de sulfuro de plomo-cinc en bruto, puede añadirse suficiente ácido sulfúrico
20. en el paso de la oxidación para que se combine con el plomo y el cinc y forme sulfatos. El sulfuro de cinc es convertido en sulfato de cinc, que es soluble en la solución, y puede recuperarse de ella por electrolisis después de separar el residuo sólido y de una purificación.
25. El paso de oxidación se conduce a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del azufre, de preferencia comprendida entre 75° C. y 110° C., en presencia de un gas que contiene oxígeno libre y bajo una presión positiva de oxígeno superior a aproximadamente 0.14 kilogramo por



- 13 - 2538 25

centímetro cuadrado. El ácido sulfhídrico que es oxidado y convertido en azufre elemental durante esta reacción permanece en el estado sólido y no interfiere con la reacción de oxidación por la oclusión o la mojadura de los sulfuros minerales.

5.

Alternativamente, puede añadirse solo suficiente ácido para que se combine con el plomo en forma de sulfato de plomo en cuyo caso tanto el plomo como el cinc aparecen en el residuo sólido. El sulfato de plomo puede separarse después de este residuo por el proceso de lixiviación con la amina de esta invención y el cinc y los metales preciosos contenidos en el residuo procedente del proceso de lixiviación con la amina pueden recuperarse por cualquier método conocido.

10.

El residuo sólido, después de separarlo de la solución, puede tratarse, si se desea, para separar y recuperar el azufre elemental formado durante el paso de oxidación.

15.

El residuo sólido procedente del paso de oxidación se lleva al paso de lixiviación con la amina, identificado en el dibujo como el paso de lixiviación 2. La solución de lixiviación empleada consiste en una solución acuosa que contiene por lo menos un miembro elegido del grupo que consiste en alquilo y alcohol aminas y derivados de las mismas que es soluble en agua y que está presente en una cantidad suficiente para combinarse con el contenido de plomo de la carga. Estos reactivos tienen las ventajas de que son miscibles con el agua y el agua es miscible con ellos; son estables entre los límites

20.

25.



de temperatura en los cuales se produce una disolución rápida y substancialmente completa del plomo; tienen tensiones de vapor bajas; valores naturales del pH superiores a 12; se obtienen fácilmente con una pureza de 92% a 98%, y el plomo en forma de sales como sulfato de plomo, cloruro de plomo, nitrato de plomo, acetato de plomo, etc. es muy soluble en soluciones acuosas que las contienen en cantidades suficientes.

10. A continuación se describe el uso de la etileno diamina como un reactivo para ilustrar el funcionamiento del paso de lixiviación del proceso.

EXPERIO I -

15. Se dispersó sulfato de plomo de la calidad reactivo en una solución acuosa de etileno diamina, $NH_2 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot NH_2 \cdot H_2O$. La mezcla se agitó durante una hora a $20^\circ C$. La solución, después de separar el residuo no disuelto filtrando, se analizó para el contenido de plomo y sulfato. En la Tabla IV se dan los resultados obtenidos.

2538 25



T A B L A IV

SOLUBILIDAD DEL PbSO₄ EN SOLUCIONES DE NITRATO DE AMONIO a 20°C.

4

Muestra No.	Solución inicial			Solución saturada		
	Concentración de NDA		pH	Pb	SO ₄	pH
	g/l	Moles		g/l	g/l	
1	52	0.9	12.1	57	32	10.8
2	103	1.7	12.3	57	39	10.8
3	170	2.8	12.6	139	79	10.8
4	212	3.5	13.0	218	112	11.0
5	226	3.8	13.2	261	142	11.5
6	273	4.5	13.2	328	165	11.6
7	296	5.0	13.5	356	165	11.7
8	328	5.5	13.6	414	193	11.9
9	374	6.2	14.0	432	222	12.1
10	395	6.6	14	525	253	12.4
Solubi- (11	450	7.2	14	662	312	13
lidad (12	596	10.0	14	2.2	0.8	14
max (13	612	10.2	14	0.15	tr	14
14	636	10.5	14	tr	tr	14



- 16 - 2538 25

Se observará que la solubilidad máxima del plomo en esta serie de experimentos se obtuvo con una solución que contenía entre 450 y 500 gramos de etileno diamina por litro. En realidad, en otros experimentos se encontró que la solubilidad máxima se obtiene con aproximadamente 535 gramos de etileno diamina por litro. Por encima de dicha concentración, la solubilidad del plomo en la solución baja mucho hasta reducirse a substancialmente cero.

10. Se ha descubierto que entre 200 y 500 gramos por litro de plomo se disolverían en una solución acuosa que contiene de 200 a 400 gramos de etileno diamina por litro. Para mantener una eficiencia elevada en la lixiviación y el lavado se prefiere usar una solución que contiene 5.5 a 5.4 moles, 210 a 270 gramos por litro, de etileno diamina y una pequeña cantidad, aproximadamente 0.2 moles, aproximadamente 25 gramos por litro, de sulfato de etileno diamina por litro y agitar la mezcla durante aproximadamente 30 minutos a la temperatura ambiente, aproximadamente 20° C. a 25° C.

La solución producida por la lixiviación del sulfato de plomo con etileno diamina contiene, principalmente, un complejo plomo-etileno diamina-sulfato con una pequeña cantidad de impurezas. Sin embargo, el paso de lixiviación, es muy selectivo y las impurezas como el sulfuro de plata y el sulfuro de cinc no se disuelven en la solución, y, por consiguiente, permanecen en el residuo.

La solución de lixiviación puede separarse



del residuo no disuelto por un paso de separación convencional líquido-sólidos, por ejemplo filtrando. El residuo sólido puede descartarse o bien puede someterse a un tratamiento posterior para recuperar los componentes valiosos residuales, según se desee.

Al plomo disuelto puede recuperarse de la solución por diferentes procedimientos. Se ha descubierto, por ejemplo, que puede recuperarse un plomo muy puro de la solución por electrolisis usando un ánodo insoluble.

Otro procedimiento es diluir la solución y precipitar el plomo disuelto como sulfato básico de plomo por hidrólisis.

Un procedimiento preferido, indicado como el paso de carbonatación 3 en el diagrama, comprende los pasos de hacer reaccionar la solución con dióxido de carbono. Se ha descubierto que el carbonato de plomo es menos soluble en la solución de plomo-etileno diamina-sulfato de etileno diamina que el sulfato de plomo.

La solución de limitación clarificada que contiene plomo se pasa a un recipiente para reacciones que puede ser de un tipo como una torre de salpicadura. En la solución se introduce dióxido de carbono gaseoso para que se combine con el plomo disuelto y forme carbonato de plomo, $PbCO_3$, que es insoluble y se precipita de la solución. Además,

una parte del plomo disuelto se precipita de la solución por hidrólisis de modo que el precipitado resultante es un carbonato básico de plomo que tiene la fórmula aproximada , $PbCO_3 \cdot xPb(OH)_2$.

El paso de carbonatación puede conducirse a



- la temperatura ambiente. Sin embargo, hemos descubierto que se obtiene el resultado más satisfactorio en lo que respecta a la rapidez y el grado de precipitación cuando la solución se calienta desde la temperatura ambiente, aproximadamente 20° C. hasta aproximadamente 90° C. durante la reacción.
5. Puede obtenerse una precipitación completa usando un exceso de dióxido de carbono. Sin embargo, se encuentra que los resultados más satisfactorios se obtienen cuando se introduce en el recipiente de la reacción 0.3 a 0.7 mole . de dióxido de carbono por mole. de plomo. La razón para que sea así es que son necesarias cantidades progresivamente crecientes de dióxido de carbono para precipitar cantidades progresivamente decrecientes de plomo. Así, la solución resultante contendría una proporción elevada de dióxido de carbono que tendría que ser reducida o eliminarse antes de que la solución pudiera reciclarse y llevándola al paso de lixiviación después de la regeneración del contenido de etileno diamina.
10. Así, aunque 30 a 50 gramos de plomo por litro pueden quedar disueltos en la solución, se prefiere aplicar este paso del proceso general con menos de una mole de dióxido de carbono por mole de plomo disuelto para producir una solución residual que contiene un mínimo de dióxido de carbono disuelto.
15. 20. 25. El carbonato básico de plomo precipitado puede separarse de la solución de lixiviación por un paso convencional de separación sólidos-líquido, por ejemplo, filtrando. La solución clarificada, que contiene de 30 a 50 gramos de plomo disuelto por litro, aproxima-

2538 25



- mente 20 gramos de dióxido de carbono por litro, aproximadamente 150 gramos de sulfato de etileno diamino por litro, y aproximadamente 60 gramos de etileno diamina libre, puede hacerse reaccionar con cal, CaO , que reacciona con el sulfato de etileno diamino para formar etileno diamina y sulfato de calcio que es insoluble y se precipita de la solución. El sulfato de calcio precipitado puede separarse de la solución filtrando. Como se ha dicho antes, se prefiere tener aproximadamente 25 gramos por litro de sulfato de etileno diamina en la solución en el paso de lixiviación. Así, la cal es suministrada a la solución en una cantidad suficiente para dejar una cantidad deseada de sulfato de etileno diamino en la solución. Este paso se ha identificado en el dibujo como el paso de regeneración 4.
- 5.
- 10.
- 15.

El carbonato básico de plomo precipitado y el sulfato de calcio suelen llevarse con agua para privarlos de la solución arrastrada. Las lavaduras pueden añadirse a la solución de etileno diamina reciclada al paso de lixiviación.

- 20.
- 25.
- El carbonato básico de plomo no contiene substancialmente ninguna impureza con la cual el plomo estaba asociado en el material plomífero. Este carbonato de plomo puede reducirse a plomo metálico muy puro, por ejemplo, de una pureza de 99.9% o más, haciéndolo reaccionar a una temperatura de aproximadamente 750°C . con un agente reductor, como gas natural en presencia de carbón, por ejemplo, cok de petróleo.

Un procedimiento preferido para reducir el

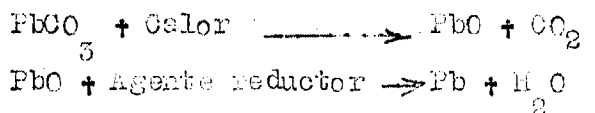


carbonato de plomo, a plomo metálico, es como sigue.
Se dá al carbonato de plomo la forma de pelotas o gránulos que se introducen en un horno de cufa provisto de un crisol para el plomo en su base y una capa de cok de

5. petróleo mantenida por encima del nivel del crisol. En el horno se introduce gas natural por debajo de la capa de cok de petróleo y este gas fluye en contacto con los gránulos de carbonato de plomo descendentes.

10. el plomo reducido fluye hacia abajo a través de la capa de cok hasta penetrar en el crisol del cual puede extraerse de una manera continua o intermitente de acuerdo con los procedimientos convencionales. El dióxido de carbono, el vapor de agua y los gases de la combustión fluyen hacia arriba y pueden extraerse por la parte superior
15. del horno.

Las reacciones que se producen en esta operación pueden expresarse por la ecuación siguiente:



20. El ejemplo que sigue ilustra el funcionamiento del proceso general.

EXEMPLO 2.-

Un concentrado de sulfuro de plomo contenia, en peso, 62.8% de plomo, 5.5% de cinc, 12.7% de hierro, 17.6% de azufre, 0.523 gr. de plata por kg. y 1.1% de carbonis insoluble.
25.

1500 gramos de este sulfuro se pulverizaron hasta que substancialmente 100% de las partículas tenían un tamaño inferior a 43 micras. los sulfuros pulverizados

2538 25



1004

se dispersaron en 5000 ml. de una solución acuosa de ácido sulfúrico que contenía 200 ml. de ácido sulfúrico de 96% para formar una lechada que contenía 35% de sólidos. La reacción de oxidación se condujo a 90° C. en un recipiente

5. cerrado bajo una presión parcial de oxígeno de 0.35 kilogramo por centímetro cuadrado durante 4 horas. Al final del período de cuatro horas, se enfrió la carga hasta la temperatura atmosférica y el residuo sólido se separó filtrando. Después de lavarlo con agua, 1970 gramos
10. del residuo sólido contenían 47.7% de plomo total, 47.1% de sulfato de plomo, 2.5% de cinc, 10.4% de hierro, 18% de azufre total, 11.6% de azufre elemental.

15. Todo el plomo y 97% del cinc estaban en el residuo sólido y el 98.7% del plomo se convirtió en sulfato de plomo.

20. Los 1970 gramos de sólidos oxidados producidos en el paso de la oxidación se dispersaron en 4.9 litros de la solución de lixiviación de etileno diamina formada por la solución reciclada del paso de regeneración de etileno diamina, y contenía aproximadamente 180 gramos por litro de etileno diamina libre, 220 gramos por litro de etileno diamina total, 13 gramos por litro de dióxido de carbono, 40 gramos por litro de plomo y 70 gramos por litro de sulfato de etileno diaminio.

25. La mezcla se agitó a 20° C. durante 20 minutos. Al terminar el período de lixiviación, se separó la solución del residuo sólido filtrado. El residuo del filtro se lavó primero con una solución de etileno diamina al 5% y después con agua. Al primer lavado se hizo para

2538 25³



5. eliminar el plomo arrastrado y el segundo lavado para eliminar la solución de etileno diamina. El sólido residual pesó 380 gramos y contenía en peso 14.6% de plomo total, 4.3% de sulfato de plomo, 45% de azufre total, 55% de azufre elemental, 10% de cinc y 51% de hierro. El 98.5% del plomo soluble se extrajo así y se disolvió en la solución de lixiviación, obteniéndose así una recuperación, en la solución, de 97.0% de plomo contenido en el concentrado original.

10. El residuo lavado se re-pulpó después en agua y se trató por flotación para separar el cinc, los sulfatos de plomo no convertidos y el azufre elemental, usándose aceite de pino como un espumante y usándose sulfato secundario de butilo como el reactivo para la
15. flotación. El concentrado obtenido puede tratarse separadamente para recuperar el cinc y devolver el plomo al paso de la oxidación o al paso de lixiviación de este proceso, si se desea.

20. La solución de lixiviación, sin ninguna solución de lavado añadida tenía un volumen de 4,9 litros que contenía 60 gramos por litro de etileno diamina libre, 220 gramos por litro de etileno diamina total, 18 gramos por litro de dióxido de carbono, 200 gramos por litro de plomo, y 70 gramos por litro de sulfato de etileno
25. dióxido.

No es necesario purificar esta solución y, por consiguiente, se pasó directamente al paso de carbonatación, en el cual se hizo reaccionar con un total de 55 gramos por litro de dióxido de carbono, estando presentes



- 23 - 2538 25

18 gramos por litro en la solución y suministrándose 17
 gramos por litro, 0.7 moles por mole de plomo. Esta
 reacción se condujo a 90° C. durante 4 minutos y después
 la lechada obtenida se enfrió a la temperatura ambiente
 5. y los sólidos se separaron de la solución filtrando.
 Los sólidos, después de lavarlos y secarlos, pesaron
 1100 gramos y consistían esencialmente en carbonato
 básico de plomo y contenían 81% de plomo, 9% de dióxido
 de carbono, vestigios de azufre, vestigios de estileno
 10. dióxido y el resto agua químicamente combinada.

1100 gramos de carbonato de plomo se hicieron
 reaccionar con un agente reductor a aproximadamente 750°
 C. de la manera que se ha descrito antes. Se produjeron
 así 904 gramos de plomo metálico que tenía una pureza de
 15. 99.99%. Esto representaba una recuperación de 97% del
 plomo contenido en el material inicial de sulfuro de
 plomo.

A la solución final procedente del paso de
 precipitación, se le añadió óxido de calcio en un exceso
 20. de aproximadamente 10% de la cantidad necesaria para
 combinarse con el sulfato de estileno dióxido contenido en
 la solución equivalente al plomo precipitado en el paso
 de la carbonación para formar sulfato de calcio y regenerar
 la estileno dióxido. El sulfato de calcio es insoluble
 25. y se precipita de la solución y puede separarse de ella
 filtrando. La solución de estileno dióxido regenerada se
 hace recircular llevándola al paso de lixiviación con
 la amia. El sulfato de calcio precipitado se analizó
 y se encontró que contenía 3.5% de dióxido de carbono,

2538 25³⁰



0.4% de plomo, vestigios de estileno cianina, 1% de óxido de calcio que no había reaccionado, el resto era sulfato de calcio hidratado.

- Se encuentra además que los metales preciosos como la plata y el oro contenidos en los sulfuros originales pueden recuperarse del residuo no disuelto del paso de la oxidación, por ejemplo, por cianuración. En la práctica, aproximadamente el 15% de la plata se disolvieron en la solución de lixiviación ácida procedente del paso de la oxidación de la cual pueden recuperarse por cementación o por precipitación química. El resto del contenido de plata del concentrado original de plomo apareció en el residuo y no fue atacada por la solución de lixiviación de amina. El plomo producido contenía solo 0.0007 gr. de plata por kg. de plomo. Esto es bastante inferior al contenido de 0.039 gr. de plata por kg. que se encuentra en el plomo producido por el proceso electrolítico.

NOTA

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Canadá con fecha 8 de mayo de 1959, nº 774.134, acciéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento, por lo que se solicita Patente de Invención, por



20 años en España: "Procedimiento para la producción de plomo"; caracterizándose por lo siguiente:

1.^o.- Procedimiento para la producción de plomo, caracterizándose porque comprende el lixiviar un compuesto de plomo elegido en el grupo que consiste en sulfato de plomo, cloruro de plomo, nitrato de plomo y óxido de plomo con una solución acuosa que contiene un aminoalcoholes elegido en el grupo que consiste en almidón y alcohol amínicos y sales de ácidos y derivados de las mismas, que es soluble en agua y está presente en una cantidad suficiente para combinarse con el plomo contenido en dicho compuesto de plomo.

2.^o.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.^a, caracterizado porque la lixiviación se conduce a una temperatura inferior a 100° C.

3.^o.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1.^a o 2.^a, caracterizado porque los compuestos de plomo disueltos se precipitan y separan de la solución de lixiviación y después se hacen reaccionar en condiciones reductoras para producir plomo metálico substancialmente privado de impurezas.

4.^o.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3.^a, caracterizado porque la solución de lixiviación que contiene los compuestos de plomo disueltos se hace reaccionar con dióxido de carbono para precipitar el plomo disuelto como carbonato de plomo.

5.^o.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 4.^a, caracterizado porque la solución de lixiviación que contiene los compuestos de plomo disuel-



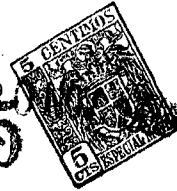
tos se hace reaccionar con dióxido de carbono en una razón molar de 0.5 a 0.7 mole de dióxido de carbono por mole de plomo disuelto.

5. 6^a.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 2^a, 3^a, 4^a y 5^a, caracterizado porque la solución de lixiviación se regenera en el paso de precipitar el compuesto de plomo y es reciclada llevándola al paso de lixiviación.

10. 7^a.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque la solución de lixiviación es una solución acuosa que contiene un miembro elegido en el grupo que consiste en etileno diamina, dietileno triamina, trietileno tetramina, tetraetileno pentamina, propileno diamina, 15. monoetanol amina, dietanol amina, trietanol amina y derivados de las mismas.

20. 8^a.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7^a, caracterizado porque la solución de lixiviación contiene por lo menos 25 gramos por litro del sulfato del reactivo de lixiviación.

25. 9^a.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el plomo en forma de sulfuros de plomo es convertido en un compuesto de plomo elegido en el grupo que consiste en sulfato de plomo, cloruro de plomo, nitrato de plomo y óxido de plomo y después se somete a una lixiviación con una solución acuosa que contiene un miembro elegido en el grupo que consiste en alqueno y alkanol aminas y sales de ácidos y derivados de las mismas que es soluble



en agua y está presente en una cantidad suficiente para combinarse con el plomo contenido en el compuesto de plomo.

5. 10^a.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9^a, caracterizado porque los sulfuros de plomo se dispersan en una solución acuosa de ácido sulfúrico y se hacen reaccionar en ella con un gas que contiene oxígeno libre para convertir el plomo de los mismos en sulfato de plomo.

10. 11^a.- Procedimiento para la producción de plomo; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

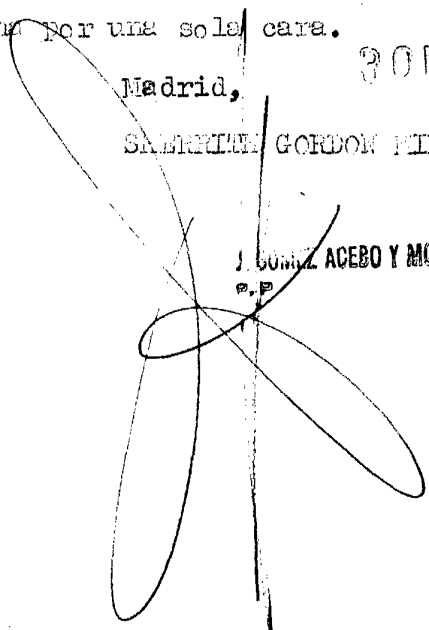
Esta memoria consta de veintisiete hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

30 NOV. 1950

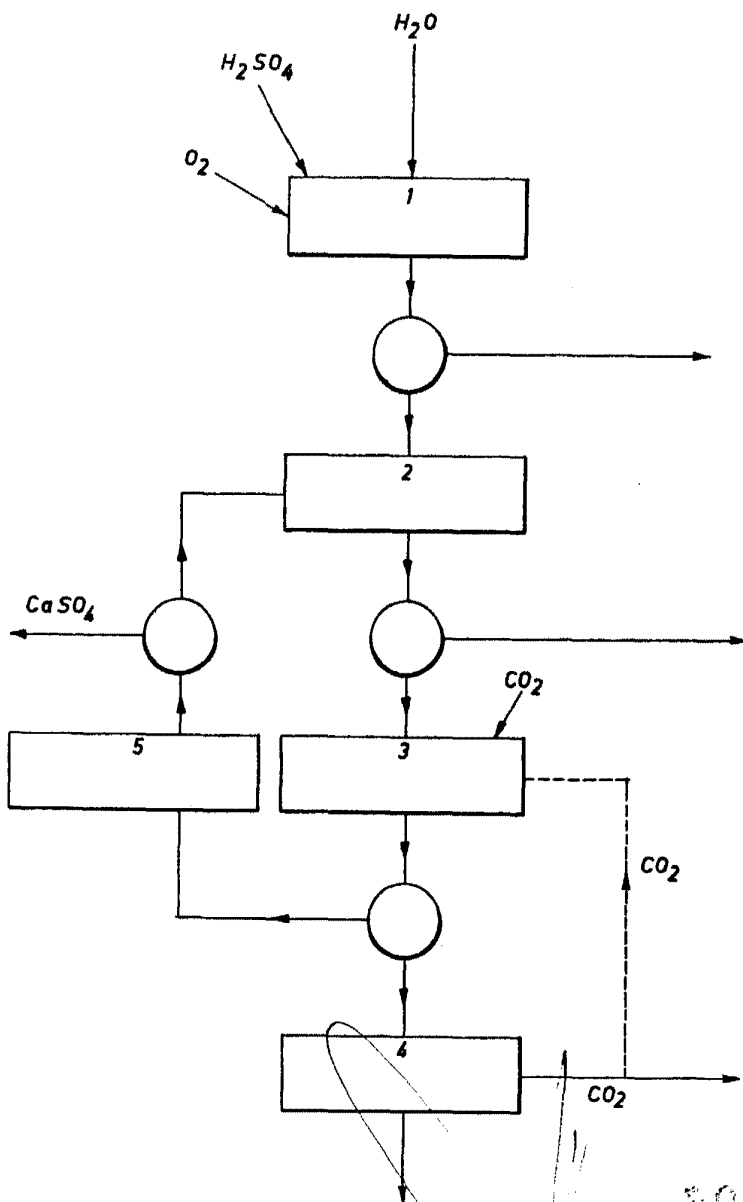
SALERRELLA GORDON FILMS LIMITED.

J. GONZALEZ ACEBO Y MOYER
S.A.



ESCALA VARIABLE

2538 25



30-1-1880
Madrid,
S. GORDON & CO. S.A.