

328421



# memoria descriptiva

328421

CLASE DE REGISTRO

una PATENTE DE ADICION por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

Carlos Sena Lazcano  
(de nacionalidad inglesa)

RESIDENCIA Y DOMICILIO

Apartado Nº 9.  
Las Arenas (Vizcaya).

OBJETO

Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 315.792 concedida por:  
"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE SALES BASICAS DE PLOMO A PARTIR DE SUBPRODUCTOS DE BAJA LEY".

-----

=====

328421

27 JUN 1966



- 1.-

1

El presente certificado de adición a la Patente de invención nº, 315,792, se refiere a unas mejoras introducidas en el proceso descrito en la citada Patente, pero sin alterar su finalidad.

5

En la mencionada Patente se describe la realización del proceso en 9 fases, comprendidas en las páginas 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 de la Memoria adjunta al título de propiedad.

10

Describiremos a continuación las mejoras introducidas citando las fases operativas del proceso, tal como queda con las citadas mejoras.

FASE 1ª.

15

Molienda húmeda del Cottrell para obtener una disgregación total, seguida de lavado intenso hasta dejar la torta lavada con trazas de Fe, y alcalinotérreos; de esta forma se consigue que el litargirio vía húmeda, producto final, esté solamente con trazas de Fe y alcalinotérreos.

FASE 2ª.

20

Las tortas así lavadas son repapilladas en el seno de una solución salina de 9 a 26,4% de riqueza en ClNa, añadiendo también en forma de sal sólida la cantidad requerida según la humedad de las tortas.

25

El plomo añadido -en forma de torta- depende de la temperatura de trabajo del proceso, la cual oscila de 0 a 100°C, y la cantidad de plomo solubilizado varía -de acuerdo con la temperatura y concentración salina- de 1 a 90 Kgs. de plomo por m<sup>3</sup>.



328421

1

El pH normal de trabajo durante la extracción oscila de 1 á 7 siendo el usual de 3,9.

5

La extracción se dá por terminada cuando el análisis de plomo en el filtrado acusa un rendimiento mínimo de extracción del 80%.

FASE 3ª.

La recuperación del plomo disuelto se efectúa mediante la adición de sosa cáustica bien en escamas ó en forma de solución comercial habitual (44-48% de riqueza).

10

La cantidad de NaOH añadida es de 1/2 de la teórica requerida estequiométricamente por el plomo disuelto, con lo que se consigue la prácticamente total precipitación del plomo al estado de Cl Pb (OH); añadiendo los 3/4 de la NaOH teórica el plomo precipita al estado de Cl<sub>2</sub>Pb.3PbO. 1/2H<sub>2</sub>O también de forma prácticamente total.

15

Ambas formas de precipitación son útiles en el proceso, aunque la preferida es la separación en forma de Cl Pb (OH), debido a su mayor facilidad para la posterior transformación a litargirio por vía húmeda.

20

FASE 4ª.

El precipitado de Cl Pb (OH) ó de Cl<sub>2</sub>Pb.3PbO.1/2 H<sub>2</sub>O, es filtrado ó centrifugado, seguido de un lavado acuoso para arrastrar la mayor parte del ClNa retenido físicamente en la torta.

25

La torta así lavada pasa a un repapillado y molien da en húmedo (bien sea en molino de bolas ó en turmix industrial), la cual se efectúa a 60-100°C, y a la concentración



328421

1

de 20-300 gr/litro de Pb<sup>++</sup>

5

Comprobada la completa disgregación de la torta, entonces es tratada con lejía de sosa cáustica (44-48% de riqueza) en proporción de 100 á 200% sobre la teórica requerida para efectuar el paso de Cl Pb(HO) ó de Cl<sub>2</sub>Pb.3PbO. 1/2 H<sub>2</sub>O, a PbO; esta transformación se efectúa a 60-150°C, y necesita una fuerte disgregación simultánea a fin de que la reacción sólido/líquido sea prácticamente total.

10

La papilla resultante -en la cual todo el plomo está en forma de litargirio- es filtrada y lavada con agua hasta eliminación total de ClNa, quedando un producto final de 99,5% mínimo de riqueza.

15

Este litargirio de vía húmeda sirve de base para la preparación de sales básicas de plomo, tales como Sulfato Tribásico de Plomo, Fosfito Dibásico de Plomo, Ftalato Dibásico de Plomo, etc.--- por reacción directa con ácido sulfúrico ó sulfato amónico, ácido fosforoso ó anhídrido ftálico respectivamente, utilizando como catalizador ácido acético.

20

FASE 5ª.

El proceso destinado a mantener la solución salina dentro de unas características dadas, es de una importancia trascendental para obtener una pureza final óptima.

25

Para ello utilizaremos la purificación intermitente descrita en la fase 8ª de la Patente original nº 315.792, página 8, líneas 3 á 27 ambas inclusive y que transcribimos a continuación:

328421



- 4.-

1

""Consiste en mantener la concentración de  $\text{Ca}^{++}$  a 0,015 grs/litro máximo para temperaturas de proceso de 0 a 50°C, y de 0,030 grs./litro máximo para temperaturas de 50 a 100°C.

5

Respecto a los sulfatos presentes en la solución extractora, su concentración en ésta va aumentando en cada extracción y cuando llegan a un límite máximo se efectúa la purificación; la concentración máxima de  $\text{So}_4\text{Na}_2$  oscila de 30 a 40 grs./litro para temperaturas de 0 a 50°C, y de 40 a 50 grs./litro para temperaturas de 50 a 100°C.

10

La purificación intermitente se realiza de la siguiente manera:

15

A la solución extractora impurificada de  $\text{So}_4\text{Na}_2$ , se añade una solución de cloruro cálcico de riqueza 8,5 á 25.1% en proporciones estequiométricas; la elección de la concentración dentro de los límites indicados se hace en función de la riqueza de la solución  $\text{ClNa}$ , de forma que proporcione, al reaccionar con el  $\text{So}_4\text{Na}_2$ , una concentración igual de  $\text{ClNa}$ .

20

De esta forma no hay dilución de la solución extractora.

25

Eliminado el  $\text{So}_4\text{Ca}$  precipitado queda presente una parte de  $\text{Ca}^{++}$  disuelto, el cual es entonces precipitado al estado de carbonato cálcico por adición de sosa solvay hasta que la solución adquiriera un pH de 8,1 a 9,1."".

FASE 6ª:

Es exactamente la descrita en la fase 9ª de la Pa-



27

JUN 1960

328421

- 5.-

1

tante original nº 315.792, la cual se refiere al beneficio del residuo como óxido de hierro pigmento.

FASE OPCIONAL.

5

Opcionalmente puede obtenerse como producto final Sulfato de Plomo, para lo cual la torta lavada de  $Cl Pb(OH)$  ó de  $Cl_2Pb.3PbO.1/2 H_2O$ , prácticamente libre de cloruro sódico, es tratada con un exceso de ácido sulfúrico a temperaturas de 15-100°C, y con fuerte disgregación (molino de bolas, turmix, etc.) sigue un lavado final para eliminar  $Cl$  y  $So_4$  obteniendo un  $So_4Pb$  de 99,5% de riqueza.

10

Este sulfato de plomo, sería entonces tratado de la misma forma que el procedimiento de la "ase de la Patente de invención original nº 315,792.

15

Tal como se ha descrito, son evidentes las ventajas económicas que se obtienen con estas modificaciones ya que se ahorran fases de fabricación y reactivos de transformación.

20

-----

N O T A . -

=====

25

El presente primer certificado de adición compren-



328421

1

de las siguientes reivindicaciones:

5

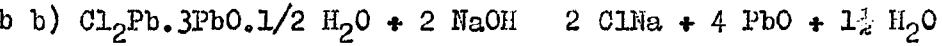
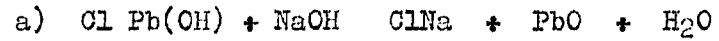
1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 315.792 concedida por: "Procedimiento de obtención de sales básicas de plomo a partir de subproductos de baja ley", caracterizadas por la precipitación del plomo disuelto en soluciones concentradas de cloruros, bajo la forma de  $\text{Cl Pb (OH)}$  ó de  $\text{Cl}_2\text{Pb} \cdot 3\text{PbO} \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ , mediante el empleo de sosa cáustica sólida ó solución comercial añadida en cantidad de  $\frac{1}{2}$  ó  $\frac{3}{4}$  respectivamente de la estequiométrica total para el plomo presente; sigue una filtración y lavado con objeto de aislar los productos citados prácticamente libres de cloruros solubles.

10

15

2.- Mejoras según la reivindicación anterior, caracterizadas por la transformación del  $\text{Cl Pb(OH)}$  ó del  $\text{Cl}_2\text{Pb} \cdot 3\text{PbO} \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ , a litagirio por vía húmeda, mediante tratamiento en molino de bolas o mezclador eficiente, con sosa cáustica sólida ó solución comercial añadida en exceso, exceso que oscila del 100 al 200% sobre la teóricamente requerida según las reacciones.

20



25

siendo la concentración de la papilla reaccionante de 20 a 300 grs/litro, expresados en plomo metal, y las temperaturas

328421

27



- 7. -

1

preferidas de 80 a 100°C, aunque la velocidad de la transformación aumenta si la reacción se efectúa a presión, con lo que es posible trabajar a más de 100°C.

5

3.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 315.792 concedida por: "Procedimiento de obtención de sales básicas de plomo a partir de subproductos de baja ley.

10

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, la cual consta de siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 27 JUN. 1966

CARLOS ROEB

15

20

25