

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
	(21) 444.108	
(22) FECHA DE PRESENTACION	7.1.76.	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO P 25 00 453.9	(32) FECHA 8 de enero de 1.975	(33) PAIS ALEMANIA
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C22B	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(64) TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PLOMO A PARTIR DE MINERALES, PRODUCTOS INTERMEDIOS Y PRODUCTOS RESIDUALES QUE CONTIENEN PLOMO		
(71) SOLICITANTE (S) DUISBURGER KUPFERHUTTE, entidad alemana.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Duisburg, República Federal Alemana.		
(72) INVENTOR (ES) Dr. Wilhelm Roever, Dipl.Ing; Dr. Raymund Dobbener, rer.nat.Metallurg		
(73) REPRESENTANTE		
(74) REPRESENTANTE D. JAIME GOMEZ-ACEBO		

PATENTE DE INVENCION

DK 217.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PLOMO A PARTIR DE
MINERALES, PRODUCTOS INTERMEDIOS Y PRODUCTOS RESIDUA-
LES QUE CONTIENEN PLOMO.-

Solicitante: DUISBURGER KUPFERHUTTE, entidad alemana, residen-
te en Duisburg, República Federal Alemana.-

La presente invención se refiere a un procedi-
miento para la obtención de plomo a partir de minerales
plomíferos, productos intermedios y productos residuales,
especialmente de residuos conteniendo sulfato de plomo,
5. por lixiviación, precipitación y elaboración pirometalúr-

gica del producto precipitado.

5. Ya se conoce el lixiviar el plomo de los residuos que le contienen, por ejemplo, de los polvos volátiles de la tostación de piritas o de los productos intermedios de la elaboración de minerales mediante soluciones de cloruro sódico o cloruro cálcico (Sol- DT. G 8372). La lixiviación del plomo en la mayoría de los casos presente como $PbSO_4$ en los residuos o en los polvos en solución caliente ácida de cloruro se efectúa bajo formación de complejos de cloro solubles, pudiéndose disolver más de 30 g/l de Pb. Lo desventajoso es aquí que una concentración mayor de iones de SO_4 en una solución de cloruro sódico reduce la solubilidad del Pb como complejo de tetracloro de plomo, de manera que es necesario extraer el sulfato en forma continua, por ejemplo, como $CaSO_4$. Para ello es necesario agregar $CaCl_2$ en forma sólida o como soles si se trabaja en un circuito de $NaCl$ favorable desde el punto de vista económico e industrial. Esto resulta no solo en gastos adicionales para el $CaCl_2$ sino, debido a la dilución de los soles de $CaCl_2$, a un mayor gasto en $NaCl$.
- 10.
- 15.
- 20.

25. Asimismo se conoce el separar el plomo de tales soluciones mediante enfriamiento, cementado o precipitación con alcalis, precipitándose en este último de los casos la plata, en caso dado, simultáneamente disuelta, sin embargo solo en forma incompleta. Asimismo es conocido, para la obtención del plomo por vía pirometalúrgica del producto precipitado, el hacer reaccionar el oxiclорuro con ácido sulfúrico a sulfato de plomo, que generalmente se sinteriza con minerales de plomo y después se puede fundir en un horno de cuba a plomo. En este procedimiento, sin embargo, solo se
- 30.

pueden elaborar cantidades limitadas de sulfato de plomo.

5. Una elaboración pirometalúrgica directa del oxiclorigloruro de plomo a plomo no era hasta ahora conocida. Este es el objeto de la presente invención. Se caracteriza porque los materiales que contienen plomo, o bien sulfato de plomo, se lixivian con soluciones de cloruro en forma conocida bajo formación de complejos de cloro-plomo, de esta solución se precipita con lechada de cal el oxiclorigloruro de plomo (aproximadamente $3 \text{ Pb(OH)}_2 \cdot \text{PbCl}_2$), el producto precipitado, con yeso como impureza, se funde en forma reductora, en caso dado después de secar, peletizar o preparaciones similares, bajo adición de cal, carbón o hierro, por encima de 800°C , preferentemente a 900°C , por ejemplo, en un horno de tambor corto, el plomo se extrae, la escoria de cloruro de calcio se retorna a la etapa de lixiviación y el sulfuro de plomo que se obtiene se desecha.

10. El retorno de la escoria de CaCl_2 , que se obtiene al fundir al proceso de lixiviación es especialmente ventajoso, ya que, primeramente, se vuelve a emplear convenientemente un producto residual, en segundo lugar, no se presentan gastos para la adquisición, en otros casos necesaria, de CaCl_2 , en tercer lugar, las pequeñas cantidades de plomo contenidas en la escoria, en caso dado, se pueden volver a recuperar mediante adición de cloro y, finalmente, mediante la extracción del sulfato en forma de yeso se mantiene una máxima solubilidad del complejo de plomo-cloro en la solución de cloruro.

15. En la precipitación del plomo de las lejías de plomo-sal común sulfatosas con cal se precipita simultáneamente una parte del calcio como sulfato de difícil solubilidad jun-

30.

- to con el oxiclорuro de plomo. La cantidad de yeso en el producto precipitado depende el contenido en SO_4 de la lejía de plomo y de la disminución originada por la adición de la lechada de cal en la solubilidad de yeso en la lejía.
5. La proporción en yeso en el producto precipitado se puede mantener reducida mediante un exceso de cloruro de calcio en la lixiviación del mineral o por la extracción del yeso con el residuo de lixiviación desplomado. Para fraguar el restante azufre del sulfato se le agrega, en el proceso de
10. fusión del plomo, ventajosamente hierro. La cantidad de adición de hierro, por ejemplo, en forma de virutas o de granulado, depende del contenido en sulfato de calcio en el producto precipitado, siendo conveniente un exceso de aproximadamente un 10 %, referido al contenido en azufre. El sulfuro de hierro obtenido se puede separar fácilmente del plomo líquido
15. y de la escoria.

Los ejemplos a continuación explican con más detalle el procedimiento de la presente invención sin por ello limitarle a los mismos.

20. Ejemplo 1

Un polvo volátil, conteniendo $PbSO_4$, se lixivió con solución ácida conteniendo cloruro sódico, caliente, de la lejía de plomo se precipitó el plomo por adición de lechada de cal hasta un pH de 8,5, se separó por filtración y se

25. lavó. En el material seco estaban contenidos: 64,6 % de Pb, 6,7 % de CaO , 10,8 % de Cl y 11,7 % de SO_4 .

El producto precipitado se mezcló entonces con un 12 % de cal, 8 % de cok molturado y un 4 % de polvo de hierro, referido a 100 partes de material seco. Esta mezcla

30. se calentó en un crisol de arcilla-grafito en un horno de

5. Tammann a 900°C, después de una reacción de una hora de duración se enfrió el crisol y se separó el régulo de plomo, una reducida cantidad de sulfuro de hierro, así como escoria. De 0,5 kg. del producto precipitado se obtuvieron 0,314 kg de plomo con un contenido en plomo de un 99,7 % así como 122 g de escoria de CaCl_2 . El rendimiento en plomo ascendió a un 97 %. La escoria con 4 - 5 % de Pb se empleó como portador de calcio de nuevo en la lixiviación del mineral, donde, por ejemplo, por introducción de cloro, el Pb se volvió a disolver de nuevo.
- 10.

Ejemplo 2

15. De un residuo de disolución conteniendo Pb/Ag, en el que los metales estaban presentes como sulfatos o bien cloruros insolubles, se disolvieron por lixiviación con sal común tanto el Pb como la Ag en forma compleja. Los iones de SO_4 se separaron mediante un exceso de CaCl_2 en la lejía de cloruro ampliamente como yeso con el residuo de la lejía. Mediante precipitación del plomo con lechada de cal a un pH hasta 8,0 y de la restante plata mantenida en disolución con Na_2S ó H_2S como Ag_2S se obtuvo, después de separar por filtración y lavar el precipitado, un cloruro de plomo básico conteniendo plata con (en el material seco) un 75,6 % de Pb, 0,7 % de Ag, 0,9 % de CaO, 11,8 % de Cl y 1,6 % de SO_4 . 0,5 kg de este material se mezclaron con 55 g de CaO, 40 g de carbón de reducción y 4 g de polvo de hierro y la reducción de fusión se efectuó mediante calentamiento a 900°C con un tiempo de residencia de una hora. Como régulo de plomo se obtuvieron 381,5 g de plomo pobre en azufre con 369 g de Pb = 97,5 % de la cantidad inicial y 3,5 g de Ag = 100 % de la cantidad inicial. Como escoria con reducidas inclusiones de sulfuro
- 20.
- 25.
- 30.

de hierro en forma de gotitas se obtuvieron unos 127 g de la siguiente composición aproximada: CaCl_2 85 %, Pb 5 % y Fe 3 %.

N O T A

5. 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 Alemania, con fecha 8 de enero de 1975, bajo el número P 25 00 453.9; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PLOMO A PARTIR DE MINERALES, PRODUCTOS INTERMEDIOS Y PRODUCTOS RESIDUALES QUE CONTIENEN PLOMO; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
20. 1.- Procedimiento para la obtención de plomo a partir de minerales, productos intermedios y productos residuales que contienen plomo, especialmente de residuos conteniendo sulfato de plomo, por lixiviación, precipitación y elaboración pirometalúrgica del producto precipitado, caracterizado porque los materiales que contienen plomo o bien sulfato de plomo se lixivian con soluciones de cloruro, bajo formación de complejos de cloro-plomo solubles, de esta solución se precipita con lechada de cal el oxiclورو de plomo, el producto precipitado, conteniendo yeso, se funde en forma reductora, bajo adición de cal, carbón o hierro por
- 25.
- 30.

encima de 800°C, preferentemente a 900°C, el plomo se extrae, la escoria de cloruro de calcio se retorna a la etapa de lixiviación y el sulfuro de plomo que se obtiene se desecha.

5.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al presentarse plata en el producto de partida, después de la precipitación del oxiclорuro de plomo, se efectúa una precipitación de sulfuro de plata, tal como con sulfuro sódico y el sulfuro de plata precipitado se pasa en el ulterior proceso de fusión al plomo ligándose el azufre del sulfuro por el hierro adicionado.

10.

3.- Procedimiento para la obtención de plomo a partir de minerales, productos intermedios y productos residuales que contienen plomo, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15.

Esta Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

' 21 MAYO 1976 '

Madrid,

DUISBURGER KUPFERHUTTE.-

GOMEZ AGUAS Y SODEA

Ing. Firmador L. Gueto Fernández

