

F - 10.273

File 20.921

204764

204764



30 JUL. 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
PATENTE DE INVENCION  
en  
ESPAÑA  
por VEINTE años

e nombre de SU MAJESTAD LA REINA LEGITIMA DEL CANADA, re-  
presentada por el Ministro de Minas y de Estudios Técnicos,  
por:

"UN METODO DE EXTRAER AZUFRE ELEMENTAL DE  
SULFURO DE HIERRO".

- o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o -

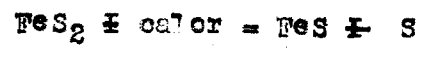
Este invento se refiere a la recuperación  
de azufre, en su forma elemental, a partir de sulfuros de  
hierro.

30 JUL 1953



204764

El más común de los disulfuros de hierro es la pirita que tiene aproximadamente la composición  $FeS_2$ . Se conoce desde antiguo que si se calienta la pirita en ausencia del aire o en presencia de una cantidad restringida de aire, se desprende azufre elemental, dejando un residuo, sustancialmente de monosulfuro de hierro, como el representado por la siguiente fórmula:



El azufre así desprendido puede recogerse en forma elemental o puede ser oxidado por el aire a dióxido de azufre, según se desee.

El objetivo de la presente invención consiste en crear un método eficaz para la extracción de azufre en forma elemental a partir de este monosulfuro de hierro, artificialmente preparado. Otro objetivo ulterior del invento consiste en recuperar el hierro como un producto secundario útil en forma de óxido.

El método puede también ser aplicado a las pirrititas minerales, existentes naturalmente. A pesar de que la constitución de la pirritita puede variar desde  $Fe_5S_6$  hasta  $Fe_{16}S_{17}$  aproximadamente, consisten sustancialmente en monosulfuro de hierro.

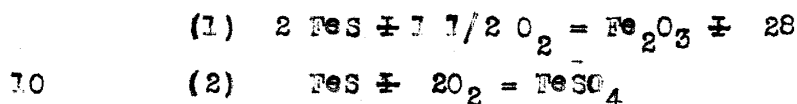
Al efectuar prácticamente la invención, el monosulfuro de hierro, en estado finamente dividido, se pone en suspensión acuosa en presencia de oxígeno bajo presión. En tales condiciones, se forman azufre elemental y óxido de hierro. Como es de esperar, la velocidad de la



204764

reacción dependen del estado de fina división del material, de la presión del oxígeno y de la energía de la agitación.

Se ha encontrado, sin embargo, que la temperatura a la cual tiene lugar la reacción constituye el medio esencial de controlar el método de la operación. La explicación consiste en el hecho de que entran en juego dos reacciones en competencia:



Mientras la reacción (2) se realiza en cierto grado a todas las temperaturas, se ha encontrado que la velocidad respecto a la reacción (1) es lenta a temperaturas que no excedan sustancialmente de 140°C. A temperaturas superiores, en la vecindad de los 200°C, el monosulfuro se oxida enteramente en sulfato como indica la reacción (2). Este hecho es actualmente bien conocido y se aplica a la metalurgia del cobre y del níquel. A temperaturas por debajo de aproximadamente 140°C se producen, sin embargo, cantidades sustanciales de azufre elemental.

110°C es la temperatura mínima a la que la reacción resulta eficaz para recuperar por lo menos el 75% del azufre en su forma elemental.

El límite superior es, como se ha indicado antes, esencialmente los 140°C. La temperatura preferible oscila entre los 120 - 140°C, en la que se recupera, cuando menos, el 90% del azufre en su forma elemental.



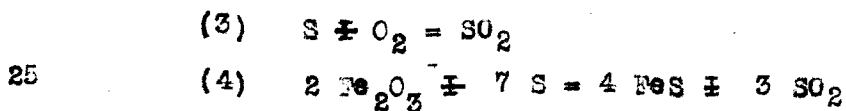
30 JUL

204764

Se han aplicado presiones de oxígeno de 7.031 a 27.092 Kilogr. por cm<sup>2</sup>. Como la reacción deseada (I) es exotérmica, en la proporción aproximada de 72 kilocalorías por mol de monosulfuro de hierro, se sostiene de sobra a sí mismo en lo que concierne la energía térmica. Puesto que la temperatura necesita ser mantenida a 1400°C como máximo, para impedir la formación indeseable de sulfato de hierro, es menester aplicar el enfriamiento al proceso de producción en amplia escala.

10                    Cuanto mayor sea la rapidez de reacción, tanto más intenso tendrá que ser el enfriamiento requerido. Sin embargo, si se controlan juiciosamente los diversos factores que afectan a la velocidad de la reacción, tal y como se ha indicado antes, en relación con el volumen del material sometido a tratamiento, no será difícil para los expertos el mantener la temperatura dentro de los límites fijados.

20                    Resulta importante que, después de que el azufre elemental haya sido liberado del monosulfuro de hierro, sea separado dicho azufre elemental de la zona de reacción dentro de un plazo de tiempo prudencial. Ello por causa de las siguientes reacciones que deben ser evitadas tanto como sea posible:



Ambas reacciones se realizan lentamente a temperaturas inferiores a los 1400°C y no resultan importantes a con-



30 JUL 1952

204764

dición de que el azufre elemental sea eliminado de la zona de reacción dentro de un plazo de 2 horas esencialmente.

Es evidente que, siendo de 120°C aproximadamente el punto de fusión del azufre, cualquier azufre liberado por acción de dicha temperatura, se encontrará en estado líquido. Bajo dichas condiciones, se acumula en masas apelmadas, lo que disminuye el área superficial expuesta a la oxidación.

Este estado de apelmamiento o de aglutinación del azufre puede ser utilizado para separar el azufre líquido del residuo de óxido férrico mediante tamizado o algún procedimiento semejante. Puede emplearse cualquier método de separación que se desee.

Es conocido, sin embargo- y lo hemos pedido confirmar nosotros - que si se mantiene el azufre en estado de fusión durante períodos de tiempo demasiado largos, se forma, al enfriarse, la variedad de azufre conocida con el nombre de azufre plástico. Esta modificación alotrópica posee ciertas propiedades que no resultan usuales en el azufre,; por ejemplo: la insolubilidad en disulfuro de carbono. La transformación del azufre ordinario en la modificación plástica se realiza, sin embargo, lentamente a temperaturas por debajo de cerca de 140°C y resulta de escasa o ninguna significación a condición de que el azufre no permanezca en estado fundido durante un período de tiempo que se exceda sustancialmente de dos horas.



## 204764

Los ejemplos siguientes se exponen como ilustraciones del modo de recuperar el azufre elemental, bajo diferentes condiciones de temperatura y de presión. En cada caso 50 partes de monosulfuro de hierro (50% de menos de 200 de malla) con 300 partes de agua se colocan en un autoclave basculante, introduciéndose en el autoclave oxígeno bajo presión.

	Temperatura	Presión (Kgr/cm <sup>2</sup> )	Tiempo (min)	Rendim	Tiempo (min)	Rendim.
10	110°C	21.092	60	76%	120	80%
	120°C	21.092	60	81%	120	86%
	120°C	7.031	60	70%	120	78%
	120 - 140°C	21.092			120	90 ± 1%

Se ha comprobado que mediante una agitación más enérgica que la empleada en los ejemplos dados, el tiempo de reacción puede ser reducido y que también el oxígeno puede ser suministrado en forma de aire o de oxígeno per se. El término "oxígeno" usado en las reivindicaciones anejas se entiende aplicado en ambos sentidos.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Canadá el 31 de Julio de 1951, bajo el número 618.716, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



30 JUL

204764

- O - N O T A - O -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5  
10  
1º. - Un método para extraer azufre elemental a partir del sulfuro de hierro, que comprende poner en suspensión monosulfuro de hierro en agua; calentar la masa a una temperatura de 170º cuando menos; admitir en ella oxígeno bajo presión y mantener la temperatura a no más de 140º, hasta que, por lo menos, 75% del azufre combinado, se libere como azufre elemental.

15  
2º. - El método definido en la reivindicación 1, en el que se agita la masa calentada para renovar el contacto del monosulfuro con el oxígeno.

3º. - El método definido en las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la presión del oxígeno dentro de la zona de reacción no es inferior a 21. 92 Kgr/cm<sup>2</sup>.

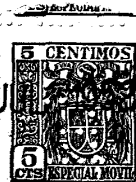
20  
4º. - El método definido en cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el que el azufre elemental formado es separado de la zona de reacción dentro de un plazo que no exceda esencialmente de dos horas.

5º. - Un método de extraer azufre elemental de sulfuro de hierro.

25  
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Me-

204704<sup>30</sup>J



moría consta de siete hijos y la presente escritas a  
máquina por una sola cara.

Madrid, 30 JUL. 1952

T. A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder  
*Elizaburu*