

PATENTE DE INVENCION

Your Case No. S.G. 184

=====

381117

10S



## Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR AZUFRE Y CINCO"

*Solicitante:* SHERRITT GORDON MINES LIMITED, entidad canadiense,  
residente en 25 King Street West, Toronto 1, Ontario,  
Canadá.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento hidro-  
metalúrgico para la recuperación de cantidades de azufre  
y cinc partiendo de sulfuros minerales portadores de hie-  
rro y cinc, y, de una forma más particular, se refiere a

5. un procedimiento por el que se trata el citado material



para producir azufre elemental y una solución acuosa que contiene una concentración final predeterminada de cinc disuelto y una concentración mínima de hierro disuelto.

- Es bien sabido, según se describe en la Patente Norteamericana Nº 2.996.440, la operación de extraer cinc partiendo de hierro con contenido de sulfuros minerales cincíferos haciendo reaccionar los sulfuros con ácido sulfúrico acuoso y un gas portador de oxígeno a temperatura y presión elevadas. En el procedimiento de este invento, los sulfuros, en forma finamente dividida, se empastan en una solución acuosa de ácido sulfúrico que contine ácido sulfúrico libre en una cantidad suficiente por lo menos para combinarse con el contenido de cinc de los sulfuros y formar sulfato de cinc. La lechada se calienta y mantiene a elevada temperatura por debajo de la temperatura de fusión del azufre bajo oxígeno sobrepresionizado. La etapa de calentamiento continua hasta que se completa sustancialmente la extracción de cinc de los sulfuros minerales y la oxidación concurrente del azufre del sulfuro a azufre elemental. La solución de lixiviación, después de su purificación, resulta apropiada para tratamientos mediante procedimientos clásicos como es la electrolisis para la recuperación del producto cinc, y el azufre, que se presenta en el residuo de la lixiviación en forma elemental, puede recuperarse como un subproducto valioso del proceso de tratamiento mineral.

Según este procedimiento seguido hasta ahora, la reacción de lixiviación se realiza a una temperatura inferior a la de fusión del azufre, v.g., inferior a - 119°C. La temperatura puede elevarse a voluntad por en-



10 SEP 1961

- cima de la citada y hasta unos 175°C después de haberse completado la lixiviación pero, según se explica - con detalle en la memoria de la patente, si se emplean temperaturas superiores a la de fusión del azufre en la etapa de lixiviación, el azufre elemental formado en la reacción de oxidación se hallará presente en la lechada en forma de glóbulos de azufre líquido. Las partículas de sulfuro de cinc en la lechada se "humedecen" por la acción de los glóbulos de sulfuro líquido y se ocluyen en el mismo con el resultado de que las partículas se protegen de una oxidación adicional y la reacción de lixiviación de sulfuros se detiene. A pesar de que el empleo de una temperatura inferior a la de fusión del azufre en la etapa de lixiviación evita este problema, ofrece la grave desventaja de que se prolonga indeseablemente el tiempo de retención necesario para efectuar la extracción de los contenidos de cinc de los sulfuros.
- Otra desventaja es que cuando los sulfuros tratados contienen hierro oxidable, el tiempo de retención tiene que prolongarse aún más con el fin de efectuar la separación de la contaminación de hierro de la solución de lixiviación. El contenido de hierro de la solución de lixiviación es preferible que sea inferior a 1 g.p.l. para permitir su tratamiento en un circuito de purificación de tipo tradicional antes de la electrolisis. No obstante, durante la lixiviación de hierro con contenido de azufre en una forma que sea oxidable en las condiciones de lixiviación, v.g., hierro en forma de pirrotita, se toma en la so-
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.

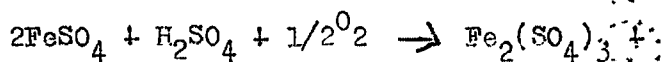


lución considerablemente más de 1 g.p.l. de hierro. Este hierro entra en la solución como sulfato ferroso y el mecanismo por el que el hierro en esta forma se separa de la solución implica reacciones que resultan relativamente lentas en las condiciones específicas del procedimiento de la patente citada.

5.

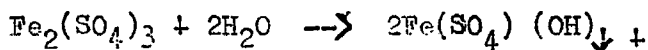
Especificando más, para separar el sulfato ferroso de la solución de lixiviación debe oxidarse primero de acuerdo con la reacción:

10.



.. .. (1) y entonces se debe hidrolizar el sulfato férrico y precipitarse como sulfato de hierro básico según la reacción:

15.



.. .. (2). Si las condiciones de pH son favorables, v.g., por encima de 1.2 aproximadamente, la reacción (2) se realiza rápidamente aún a temperaturas bajas. No obstante, como el hierro debe hallarse en estado férrico antes de que ocurra la reacción

20.

(2), la proporción o velocidad de extracción de hierro queda determinada finalmente por la velocidad de oxidación del hierro representada por la ecuación (1) y esta reacción es inherentemente baja en las condiciones del procedimiento citado.

25.

La reacción de oxidación puede acelerarse aumentando la temperatura pero, según se indicó anteriormente, si se usan temperaturas superiores a 119°C durante la etapa de lixiviación, los sulfuros sin oxidar quedan ocultos por los glóbulos de azufre fundido. El resultado es que la reacción de lixiviación

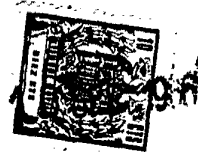
30.



se termina prematuramente y como en principio se provee suficiente ácido para combinar de una forma estequiométrica con todos los contenidos de cinc en los sulfuros, no se consume todo el ácido disponible. Esto da por resultado condiciones de pH que resultan desfavorables para las velocidades de reacción de la oxidación del hierro y del hidrólisis.

Se ha sugerido el evitar los problemas de la oclusión de las partículas de sulfuro y al mismo tiempo acelerar la separación del hierro y reacción de lixiviación del sulfuro realizando la reacción de oxidación a una temperatura superior a 175°C por lo que se puede oxidar el azufre elemental a ácido sulfúrico. No obstante, este procedimiento ofrece serias desventajas. La reacción debe conducirse necesariamente en recipientes costosos resistentes a la corrosión y depresión elevada y equipo variado. Asimismo, se producen grandes volúmenes de ácido sulfúrico de los que es difícil disponer; y se consumen grandes volúmenes de oxígeno en la conversión de azufre del sulfuro formando sulfato.

Por consiguiente es una condición esencial del procedimiento descrito que la reacción de lixiviación se realice a una temperatura inferior a la de fusión del azufre. De este modo, la lixiviación de cinc partiendo de los sulfuros puede completarse de una forma sensible y se puede conseguir la separación de hierro por oxidación e hidrólisis. No obstante, los tiempos de retención prolongados para lixiviación y extracción del hierro inherentes a las condiciones de proce-



- dimientos anteriores afectan de una manera adversa la utilidad comercial del procedimiento. Los tiempos de retención prolongados necesitan el empleo de autoclaves costosos y correspondientemente grandes y equipo auxiliar variado para conseguir una velocidad de producción de sulfuros a escala comercial. Debido a la gran inversión necesaria, el tamaño de los recipientes de presión y equipo auxiliar necesarios para la realización del procedimiento tiene una gran importancia en cuanto a que el procedimiento resulte capaz de ofrecer una competencia comercial. Por consiguiente una de las finalidades del invento es la de acortar los tiempos de retención necesarios para la extracción de contenidos de cinc partiendo de sulfuros portadores de cinc y hierro por lixiviación con ácido y para eliminar el hierro contaminante indeseable de la solución de lixiviación.
- 5.
- 10.
- 15.

- El presente invento consigue este objeto y resuelve los problemas inherentes al procedimiento anterior al disponer de un procedimiento caracterizado porque los sulfuros portadores de cinc y hierro se lixivian rápidamente con una solución acuosa de ácido sulfúrico para producir azufre elemental y una solución de lixiviación que contiene una concentración final predeterminada de cinc disuelto y un nivel bajo de contaminación de hierro que permite el tratamiento posterior de la solución en circuitos tradicionales de purificación y electrolisis del cinc.
- 20.
- 25.

- Según el invento, la lixiviación por oxidación y ácido acuoso de los sulfuros portadores de
- 30.

10 SEP 1954



- cinc y hierro se realiza a una temperatura superior a la de fusión del azufre pero inferior a la temperatura a la que cualquier porción sustancial de azufre del sulfuro se oxida a una forma de sulfato en -
5. condiciones en las que se ajustan las cantidades relativas de sulfuros y ácido disponible de modo que los sulfuros se hallen presentes en exceso a la cantidad necesaria para suministrar contenidos de cinc para combinarse estequiométricamente con el ácido disponible.
- 10.
- Especificando más, el invento comprende las etapas de dispersar sulfuros portadores de cinc y hierro en una solución acuosa de ácido sulfúrico para formar una lechada; ajustar las concentraciones
15. relativas de sulfuros y ácido en la lechada de modo que la cantidad de ácido sea suficiente para combinarse de modo estequiométrico con los contenidos de cinc disponibles contenidos en los sulfuros para producir una concentración final predeterminada de
20. cinc en la solución y la cantidad de sulfuros sea superior a la necesaria para proporcionar valores de cinc para su combinación con el ácido en forma de sulfato de cinc; hacer reaccionar la lechada ajustada -
25. de ese modo a una temperatura superior a la de fusión del azufre con un gas con contenido de oxígeno libre proporcionado con una sobrepresión de oxígeno de mas de  $0,35 \text{ kgs/cm}^2$  para efectuar la consumición de -
30. todo el ácido disponible prácticamente en la solución con la conversión concurrente de contenidos de cinc en los sulfuros a sulfato de cinc y el azufre de sul-



furo a una forma elemental; continuar la reacción durante un período de tiempo suficiente para oxidar e hidrolizar el hierro disuelto para que se precipite de la solución; separar la solución de lixiviación que contiene la concentración final de cinc disuelto partiendo del residuo sin resolver; separar los sulfuros sin reaccionar y el azufre elemental del residuo; separar los sulfuros sin reaccionar del azufre elemental y reciclar los sulfuros sin reaccionar a la etapa de oxidación.

Hemos descubierto que a temperaturas superiores a las de fusión del azufre y en presencia de un exceso de sulfuros sobre la cantidad necesaria para proporcionar contenidos de cinc para su combinación estequiométrica con el ácido disponible, la reacción de lixiviación se realiza a una velocidad sorprendentemente rápida hasta que se consume el ácido y la concentración final de cinc se halla en solución. Aunque se halla presentes glóbulos de azufre fundido en el recipiente de la reacción, no afectan adversamente la velocidad de lixiviación.

Además, la extracción del hierro se efectúa rápidamente como resultado de las temperaturas más elevadas y la rápida y completa consumición del ácido sulfúrico por los sulfuros en exceso que producen condiciones de pH favorables para la oxidación rápida del hierro e hidrólisis.

Como resultado, el procedimiento de este invento reduce sensiblemente el tiempo de retención hasta ahora necesario para producir una solución con



un contenido bajo de hierro y cinc apropiada para posterior tratamiento en circuitos clásicos de purificación de la solución de lixiviación y recuperación electrolítica de cinc.

5. A continuación se describe el invento con detalle con relación a los planos adjuntos en los que:

La Figura 1 es una ilustración del proceso de elaboración que representa el invento incorporado en un proceso general de recuperación de metal de cinc y azufre elemental partiendo de concentrado de sulfuro de cinc.

10.

Las Figuras 2 y 3 representan gráficamente los resultados específicos obtenidos del tratamiento de sulfuros portadores de cinc y hierro por el procedimiento del presente invento y por el procedimiento de técnicas anteriores, respectivamente.

15.

Tomando como referencia la Figura 1, se alimenta material de partida a la etapa de lixiviación de ácido 10 en la que se dispersa en una solución acuosa de ácido sulfúrico. El material de partida puede ser un mineral enterizo pero de ordinario esto sería desperdiciar la capacidad del aparato. Así, para todo fin práctico, la carga de elaboración será o bien un mineral de sulfuro portador de un alto grado de cinc o un concentrado de mineral. El material de partida se pulveriza finalmente para exponer el área máxima de superficie a los reactivos de lixiviación. De preferencia, el tamaño de partícula debería ser del orden de aproximadamente 80% - 200 mallas en criba de Tyler.

20.

25.

30.

Los sulfuros pulverizados se mezclan con



- una solución acuosa de ácido sulfúrico en un recipiente de presión equipado con agitador como puede ser un autoclave. El procedimiento puede ser discontinuo continuo según los procedimientos tradicionales para el manejo de sistemas de sólidos y solución a temperatura y presión elevadas.
5. La cantidad de ácido proporcionado se determina mediante la concentración final de cinc deseada en la solución final de lixiviación. Deberá haber disponible ácido suficiente para combinarse como sulfato soluble con los valores de cinc contenidos en los sulfuros para producir la concentración final deseada de cinc disuelto.
10. En general es conveniente producir una solución de lixiviación que contenga aproximadamente 150 gramos por litro de cinc puesto que en la mayoría de los casos el cinc se recuperará de la solución por electrolisis y 150 g.p.l. es la concentración preferida para la etapa de electrolisis. Una vez que se determina la concentración final deseada de cinc, se calculará con facilidad la cantidad de ácido necesaria para producir esta concentración con respecto a las necesidades estequiométricas del cinc a extraer como sulfato de cinc. En la mayoría de los casos, la solución de lixiviación será líquido reciclado obtenido partiendo de la etapa de electrolisis de cinc. Este líquido contendrá normalmente ácido sulfúrico regenerado equivalente a la cantidad de metal de cinc disuelto recuperado en forma elemental. Por consiguiente, a excepción del
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- ácido necesario para la preparación inicial, las necesidades totales de ácido para la etapa de lixiviación cuando se realiza en un proceso continuo de elaboración en combinación con la recuperación electro-lítica de cinc, se limitan a aquella cantidad necesaria para compensar las pérdidas mecánicas y las pérdidas de ácido a causa de materiales diluyentes reactivos en los sulfuros, como es el plomo, que forma sulfatos insolubles.
- 5.
10. La cantidad de sulfuros proporcionados debe ser en exceso a la cantidad necesaria para proporcionar los valores de cinc que se combinarán estequiométricamente con el ácido disponible para producir sulfato de cinc. De preferencia, la cantidad de sulfuros deberá ser del orden del 20% al 60% en exceso de la necesaria para proporcionar las necesidades estequiométricas del cinc. Se puede usar una cantidad en exceso al 60% pero la densidad de pulpa y la cantidad de sulfuros reciclados puede llegar a ser excesiva, creando problemas de agitación y manejo.
- 15.
20. La lechada de ácido-sulfuro ajustada se calienta con agitación a una temperatura superior a unos 119°C pero inferior a la temperatura a la que una porción sensible cualquiera del azufre del sulfuro se oxide para formar sulfato. Es preferible que la temperatura de operación sea del orden de 125°C a unos 160°C. A temperaturas superiores a unos 150°C el ácido sulfúrico comienza a formarse debido a la oxidación del azufre elemental. Se deberá notar, no obstante, que puede ser conveniente que se genere algo de ácido en
- 25.
- 30.



algunos casos para compensar las pérdidas mecánicas de ácido y para reemplazar el ácido de la preparación consumido por metales diluyentes como es el plomo y materiales de ganga como son el calcio y el magnesio.

5.

La etapa de lixiviación deberá realizarse con agitación apropiada para fomentar el contacto entre las fases sólida, líquida y gaseosa en el recipiente de reacción con el fin de producir óptimas velocidades de reacción.

10.

La proporción de sólidos con respecto a la solución influye también en las velocidades de la reacción. Las velocidades de la reacción se reducen a medida que aumenta la densidad de pulpa más allá del nivel en el que se puede mantener una dispersión óptima de los sólidos y oxígeno en la solución. La densidad precisa de la pulpa en cualquier operación dada se determine con relación a la concentración de cinc de los sulfuros, a la concentración final deseada de metales para la lixiviación y solución y la necesidad de mantener un exceso de sulfuros sobre la cantidad necesaria para proporcionar los valores de cinc para su combinación con el ácido disponible. En general, la densidad de pulpa de la lechada deberá encontrarse dentro de los límites del 20% al 50%.

15.

20.

25.

30.

Las reacciones se realizan satisfactoriamente con una sobrepresión de oxígeno de más de unos 0,35 kgs/cm<sup>2</sup>. No obstante, existe una ligera mejora en la velocidad de extracción del cinc y en la velo-



5. cidad de extracción del cinc y en la velocidad de hidrólisis del hierro a medida que aumenta la sobrepresión del oxígeno. Así, es preferible emplear una sobrepresión de oxígeno por encima de unos 1,40 kgs/cm<sup>2</sup>. El límite superior de presión de oxígeno será la impuesta por el tipo de aparato empleado. Como en general es conveniente emplear aparatos corrientes de presión baja, el límite superior será de unos 7,03 kgs/cm<sup>2</sup> de sobrepresión de oxígeno o unos 35,15 kgs/cm<sup>2</sup> de sobrepresión de aire.

10. En las condiciones descritas anteriormente y en presencia de un exceso de sulfuros, la lixiviación prosigue muy rápidamente hasta que se consume prácticamente todo el ácido disponible y se oxida e hidroliza rápidamente el hierro ferroso disuelto. Así, la concentración final de cinc y el nivel bajo de hierro se alcanzan con un tiempo mínimo de retención.

15. Cuando se ha consumido prácticamente todo el ácido disponible y el contenido de hierro disuelto de la solución se ha reducido a un nivel mínimo (normalmente de 1,0 g.p.l. o menos), se descarga la lechada del recipiente de reacción en un depósito de matraz o aparato similar. Al descargarse se enfría rápidamente la lechada a una temperatura inferior a la temperatura de ebullición de la solución y se solidifica el azufre presente en la solución en forma de bolas con sulfuros sin lixiviar ocluidos en las mismas. El material de ganga, como es la sílice, y las sustancias oxidadas en la reacción,
- 20.
- 25.
- 30.



5. como es el hidróxido férrico, sulfato ferroso básico y sulfato de plomo, no quedan humedecidas y ocluidas por el azufre elemental fundido y se presentan en el residuo en forma de un material distinguible y separado en forma de lodo.

10. La solución de lixiviación que contiene la concentración de cinc final deseada se separa del residuo sin disolver en la etapa de separación de líquido-sólido 11 y se pasa a las operaciones de purificación de la solución y recuperación de cinc.

15. Las etapas exactas de purificación variarán de acuerdo con la composición del material tratado y de las especificaciones de pureza para la operación de recuperación de cinc.

20. En la modalidad ilustrada en la Figura 1, un hierro residual, que será normalmente de unos 1,0 gm. por litro o menos, se precipita rápidamente en la etapa de extracción del hierro 12 añadiendo óxido de calcio u óxido de cinc. El precipitado, después de una operación de separación en la etapa de filtración 13 se recicla a la etapa de lixiviación de ácido 10 según se representa por la línea 14. Entonces se trata la solución libre de hierro en la etapa de purificación 15 para extraer los metales contaminantes indeseables arrastrados en la solución junto con el cinc en la etapa de oxidación. Por ejemplo, las impurezas como son el cobre, cadmio, etc., tienen lugar normalmente en concentrados de sulfuro de cinc y se toman en la solución en las condiciones de lixiviación especi-

25.

30.



ficadas. Estos contaminantes se eliminan en la etapa 15 mediante procedimientos conocidos como, por ejemplo, añadiendo polvo de cinc a la solución.

5. Después se pasa la solución, una vez realizada la separación de contaminantes precipitados, a la etapa de electrolisis del cinc 16 donde se recupera el cinc disuelto por un procedimiento normal.

10. El líquido procedente de la etapa de electrolisis, que contiene ácido sulfúrico regenerado equivalente en cantidad al cinc recuperado, se recicla según se representa en la línea 17 del esquema del proceso de elaboración para proporcionar ácido para prepararlo para la etapa de lixiviación 10.

15. El residuo de lixiviación procedente de la etapa de separación de líquido-sólido 11 contiene sulfuros sin lixiviar que deben ser separados del azufre elemental y otros residuos sólidos y reciclados a la etapa de lixiviación 10. Con este fin, el residuo de lixiviación se vuelve a reducir a pulpa con
20. agua según se ilustra en la etapa 18 y se somete a una operación de flotación por espuma 19. La etapa de flotación 19 puede emplear cualquier técnica clásica de flotación por sulfuro bien conocidas en el arte de separación de minerales. Los restos o colas de la etapa de flotación 19, que contienen sulfato de hierro básico, materiales de ganga y sulfatos metálicos no ferrosos insolubles, como es  $PbSO_4$  pueden tirarse o tratarse para recuperar contenidos minerales como son el plomo y metales preciosos si estuvieran presentes.
- 25.
- 30.



- El concentrado de flotación que contiene prácticamente todo el azufre elemental y sulfuros sin lixiviar se pasa, según se representa en la línea 20, a la etapa de extracción de azufre 21, donde el azufre elemental se separa de los sulfuros metálicos. Existe un número de métodos que se pueden emplear con este fin. En la modalidad ilustrada en la Figura 1, se separa el azufre de los sulfuros por volatización, se condensa el azufre, según se ilustra en 22, se filtra en caliente y se recupera como un subproducto 99,9% puro. Los sulfuros de la etapa de volatización se vuelven a pulverizar en la etapa 23 y se reciclan a la etapa de lixiviación 10 según se representa mediante la línea 24.
- 5.
- 10.
- 15.

- Como variante del procedimiento de volatización para separar sulfuros sin lixiviar y azufre elemental, se puede emplear la extracción por disolvente del azufre con un disolvente apropiado como puede ser el bisulfuro de carbono.
- 20.

El invento se explica e ilustra de una forma adicional mediante los ejemplos siguientes:

EJEMPLO 1

- Un sulfuro de mineral cincífero concentrado derivado de la flotación de un mineral portador de marmatita contenía después de su pulverización: Zn -47,3%; Pb - 6,2%; Fe -11,2%; Cu- 0,23%; S - 33,8%; resto insoluble.
- 25.

- Se preparó un electrolito de reciclaje artificial que contenía 50 g.p.l. de cinc como sulfato de cinc y 156 g.p.l. de ácido sulfúrico.
- 30.



5. Se añadieron 1889 gramos del concentrado a un número de muestras de 6000 ml de este electrolito artificial, v.g., una cantidad de un 50% en exceso de la necesaria para elevar el concentrado de cinc a la concentración final de 150 g.p.l.

10. Se colocó cada mezcla en un autoclave de una capacidad de 7,56 litros forrado de plomo y equipado con un impulsor de titanio calentador Thermowell y tubo de muestras. Se cerró el autoclave y se purgó el aire con oxígeno. Se calentó la mezcla con agitación a 127°C y a 1,40 kgs/cm<sup>2</sup> de sobrepresión del oxígeno aplicado. Se prosiguió con la reacción durante 6 horas durante cuyo periodo se retiraron muestras del autoclave a intervalos convenientes.

15. Se filtraron las muestras y se analizaron la solución y el residuo. Los resultados de la etapa de lixiviación se exponen de una forma gráfica en la Figura 2.

#### EJEMPLO 2

20. Con fines comparativos, se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 para otra serie de pruebas a excepción de que la temperatura se mantuvo a 110°C - (la temperatura preferida del procedimiento descrito en la Patente Estadounidense Nº 2.996.440) y se ajustó la cantidad de sulfuros para que hubiera un 10% en exceso de ácido sobre el necesario para combinarse con los metales no ferrosos contenidos en los sulfuros como sulfatos. Los resultados de estas pruebas se exponen en la Figura 3.

30. Tomando como referencia los gráficos de las

10 SEP



5. Figuras 2 y 3, en cada caso la curva 1 representa la concentración de cinc en solución, la curva 2 representa la concentración de ácido sulfúrico en la zona de la reacción y la curva 3 es el total de azufre en solución. Las curvas 4 y 5 representan la concentración del total de hierro y hierro ferroso respectivamente en solución.

10. Se verá por la curva 1 de la Figura 3 que en el procedimiento de técnicas anteriores que la lixiviación del cinc tiene lugar en un espacio de tiempo relativamente corto a una velocidad aproximada de 25 gpl/hr en las primeras tres horas sobre todo más o menos, después de lo cual tiene lugar una disminución de la velocidad de lixiviación. La curva 2 demuestra que la mayor parte del ácido se consume en el espacio de unas 4 horas. En las etapas iniciales de la lixiviación, el hierro se mantiene en solución con el cinc. Al cabo de unas cuatro horas de lixiviación, el ácido se consume, el pH aumenta y comienza la hidrólisis y precipitación de hierro férrico como indican las curvas 4 y 5. La hidrólisis de hierro férrico es una reacción rápida aún a temperaturas relativamente bajas. La velocidad más lenta de oxidación del hierro ferroso al estado férrico es la que regula la velocidad de precipitación del hierro. En principio el hierro se precipita de la solución a una velocidad acelerada (aproximadamente 8 gpl/hr), pero poco después de comenzar la precipitación del hierro, ocurre un descenso en

15.

20.

25.

30.



5. la velocidad de precipitación según indican las curvas 4 y 5. A un tiempo de retención general de unas 6 horas, el contenido de hierro de la solución de lixiviación baja solamente a unos 5 gramos por litro. Se necesitan por lo menos 3 horas para hacer bajar el hierro a 1,5 g.p.l. o menos.

10. Por otro lado, la Figura 2 demuestra que por el procedimiento de este invento, la velocidad de lixiviación del cinc, curva 1, se acelera a 80 gramos por litro por hora durante las primeras 2 horas. La formación de colas de la velocidad de lixiviación del cinc se reduce sensiblemente de modo que la concentración final de cinc se alcanza solamente al cabo de unas 2 horas. La Figura 3 demuestra que el procedimiento seguido en técnicas anteriores necesitaba 15. 3 horas para aumentar la concentración de cinc de unos 130 g.p.l. a 150 g.p.l. mientras que se consigue el mismo resultado en 1 hora por el procedimiento del invento según se ilustra en la Figura 2 mediante 20. la curva 1. La disminución del tiempo necesario para efectuar la separación del hierro es igualmente notoria. Las curvas 4 y 5 de la Figura 2 demuestran que el hierro se redujo a menos de 1 g.p.l. después de tan solo 3 horas de tiempo de retención. Así, se produjo una solución de lixiviación sensiblemente libre 25. de hierro que contenía una concentración final de cinc de 150 g.p.l. por el procedimiento del invento con menos de 1/3 del tiempo de retención necesitado por el procedimiento de la técnica anterior. El tiempo 30. de retención necesario para la extracción del -



hierro puede hacerse bajar aún más añadiendo un oxidante como es el dióxido de manganeso o peróxido de hidrógeno al sistema durante la oxidación del hierro y etapa de electrolisis de la reacción.

5

Se comprenderá que el procedimiento se puede aplicar a otros sulfuros portadores de cinc y hierro además de los concentrados minerales del tipo sometidos a tratamiento en los Ejemplos 1 y 2. El término "sulfuros portadores de cinc y hierro" según se

10.

emplea en la presente memoria comprende todos los minerales sulfídicos y concentrados que contengan cinc en forma de compuestos de sulfuro simples o complejos y hierro en forma oxidable en las condiciones de lixiviación del procedimiento. El hierro puede combinarse

15.

con el cinc como un sulfuro complejo como es el caso de la marmatita ( $(Zn,Fe)S$ ), o el hierro y cinc pueden estar presentes como minerales separados, v.g., una mezcla de esfalerita ( $ZnS$ ) y pirrotita ( $FeS$ ) o esfalerita y óxido de hierro. El término se emplea también

20.

incluyendo los materiales sulfídicos portadores de cinc y hierro que se han horneado parcialmente o han recibido otro tratamiento previo para hacerlos susceptibles de oxidación en un medio de ácido acuoso. Por ejemplo, los materiales pirríticos portadores de

25.

cinc puede tratarse en una atmósfera libre de oxígeno o que contengan menos de la mitad de la cantidad estequiométrica necesaria para convertir todo el azufre del sulfuro a dióxido de azufre, dejando un producto que tiene una composición similar a la pirrotita que

30.

oxida fácilmente según el presente invento.



Se comprenderá, asimismo, que se pueden realizar otras modificaciones de la modalidad preferida del presente invento descrita anteriormente sin salirse del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

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 se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Canadá Ser. No. 940.343 de 11 de Septiembre de 1.965 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:
10. "PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR AZUFRE Y CINCO" por tratamiento de sulfuros portadores de cinc y hierro, caracterizándose por lo siguiente:
15. 1. Procedimiento para recuperar azufre y cinc por tratamiento de sulfuros portadores de cinc y hierro para producir azufre elemental y una solución que contiene una concentración final predeterminada de cinc disuelto y una cantidad mínima de contaminación de hierro, caracterizado porque comprende las etapas de dispersar los sulfuros en una solución acuosa de ácido sulfúrico -
- 20.
- 25.
- 30.



- para formar una lechada; ajustar las concentraciones relativas de sulfuros y ácido en la lechada de modo que la cantidad de ácido sea suficiente para combinarse de modo estequiométrico con los contenidos de cinc disponibles contenidos en los sulfuros para producir una concentración final predeterminada de cinc en la solución y la cantidad de sulfuros sea superior a la necesaria para proporcionar contenidos de cinc para su combinación con el ácido en forma de sulfato de cinc; hacer reaccionar la lechada ajustada de ese modo a una temperatura superior a la de fusión del azufre con un gas que contenga oxígeno libre con una sobrepresión de oxígeno de más de  $0,35 \text{ kgs/cm}^2$  para efectuar la extinción de prácticamente todo el ácido disponible con la lixiviación concurrente de valores de cinc y la conversión de azufre del sulfuro a forma elemental; continuar dicha reacción para oxidar e hidrolizar el hierro disuelto para precipitarlo de la solución; separar la solución de lixiviación que contiene dicha concentración final predeterminada de cinc disuelto procedente del residuo sin disolver; separar los sulfuros no reaccionados y el azufre elemental de dicho residuo; separar los sulfuros no reaccionados del azufre elemental y reciclar los sulfuros separados a la etapa de regulación.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

30. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de la reacción es del orden de  $125^{\circ}\text{C}$  a  $160^{\circ}\text{C}$ .



3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de sulfuros proporcionados es de aproximadamente el 20% al 60% en exceso de la necesaria para proporcionar contenidos de cinc que se combinen estequiométricamente con el ácido disponible como sulfato de cinc.
5. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción continúa hasta que la cantidad de hierro en solución es menor de 1 gramo por litro aproximadamente.
10. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sobrepresión de oxígeno se halla comprendida entre 1,40 y 7,03 kgs/cm<sup>2</sup>.
15. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el cinc disuelto se recupera de la solución por electrolisis y la solución final electrolítica se recicla a la etapa de regulación de la lechada.
20. 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los sulfuros sin reaccionar y el azufre elemental se separan del residuo de lixiviación mediante flotación por espuma, el azufre elemental se volatiza para separarlo de los sulfuros sin reaccionar y dichos sulfuros se vuelven a pulverizar y se devuelven a la etapa de regulación de la lechada.
25. 8. "Procedimiento para recuperar azufre y cinc" por tratamiento de sulfuros portadores de cinc y hierro tal y como queda sustancialmente



descrito en la presente Memoria, y dibujos adjuntos.

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

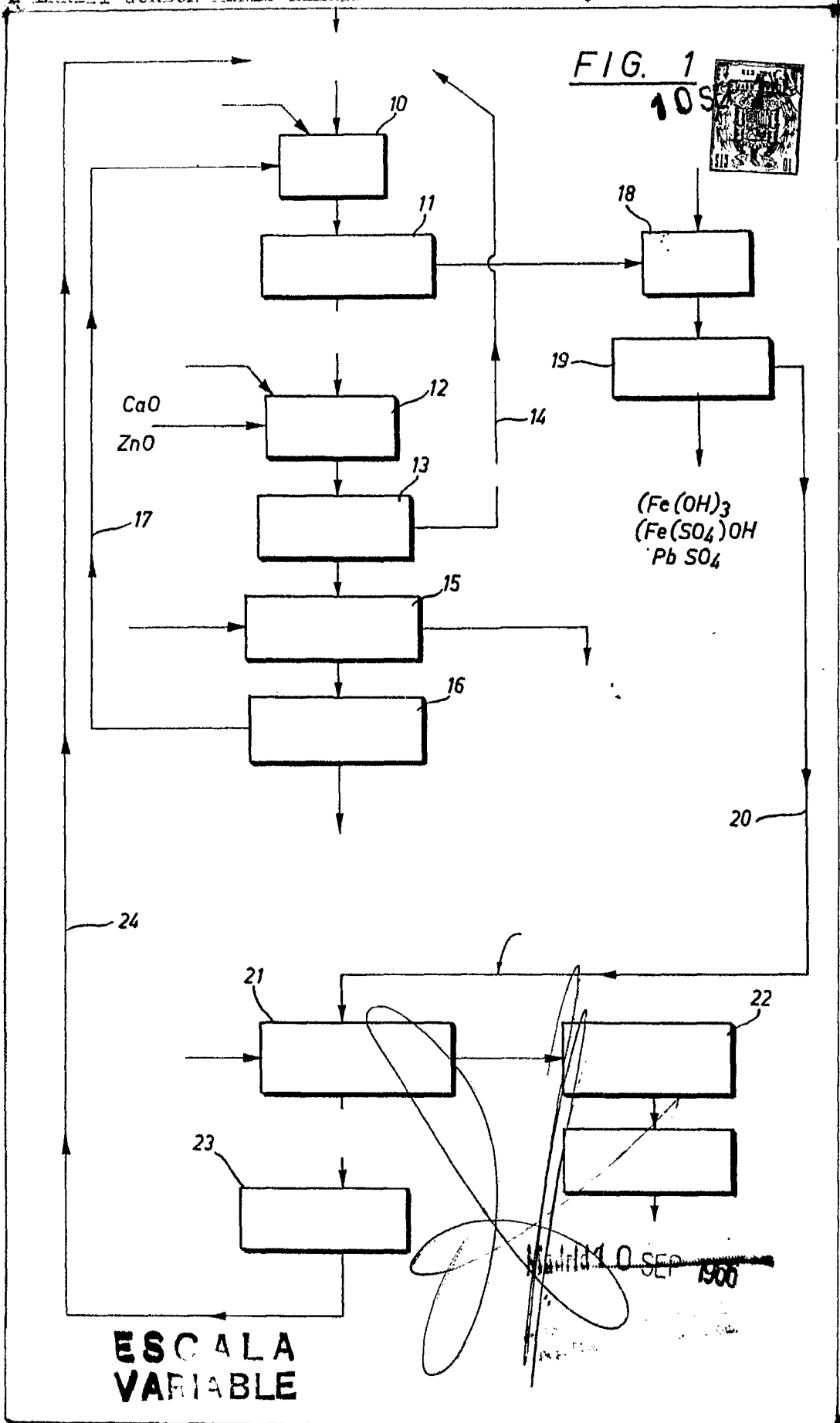
Madrid 10 SEP 1968

SHERRITT GORDON MINES LIMITED,

de  
E. de M.

FIG. 1

10 SEP 1960



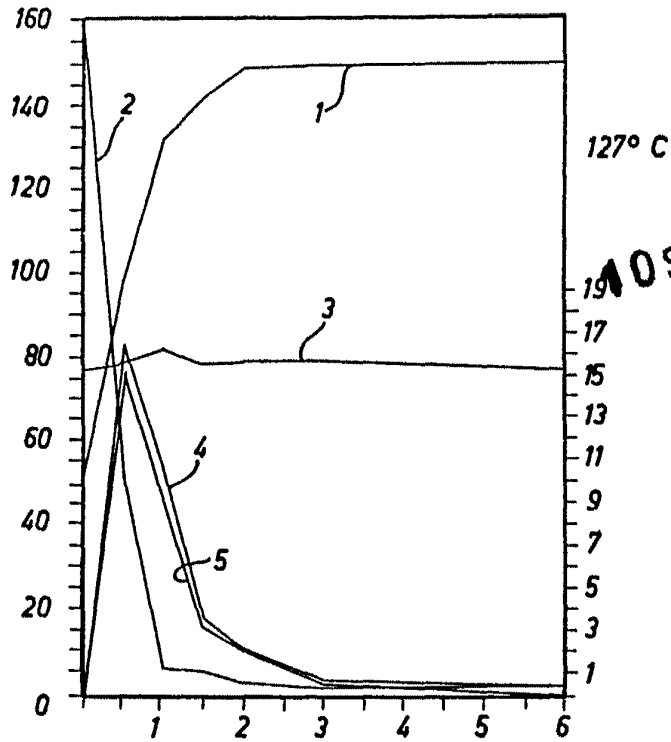


FIG. 2

ESCALA VARIABLE

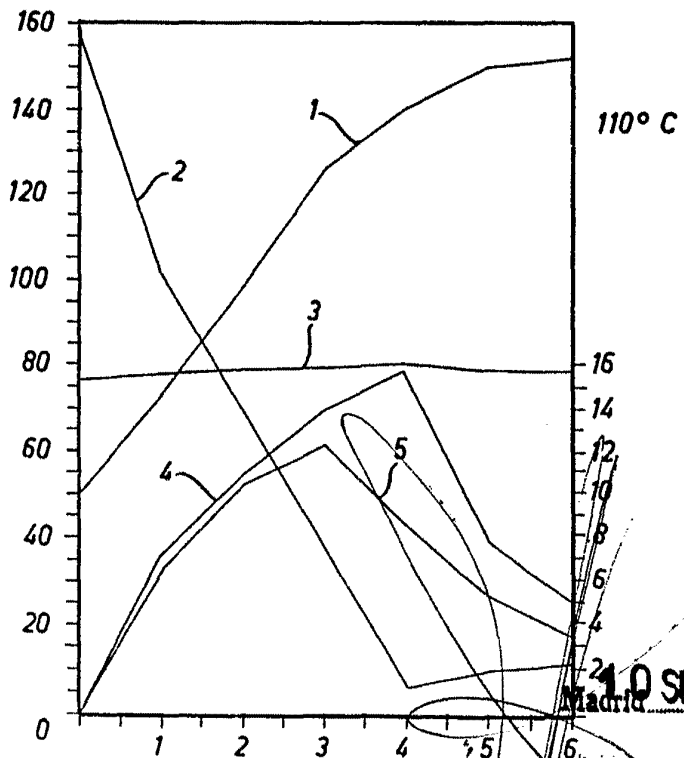


FIG. 3

21.0 SEP 1966

Madrid

