



12 SET. 1974

P.- 58.398

P 4807.54

145-DA

Int. Cl. C22 B

MEMORIA DESCRIPTIVA

429981

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de LUIS DE LA PEÑA PORTH, LUIS ESPINOSA DE LEON,
RAYMUNDO DELGADO y TOMAS PEREZ

todos de nacionalidad mejicana

residentes en Cantil No. 136, Méjico 20, D.F. Méjico

por: "UN METODO DE PRODUCIR COBRE METALICO"

(Clase Internacional C22b)

11-9-74

- 1 -



12 SET. 1974

FUNDAMENTO DEL INVENTO.

5 Numerosas investigaciones químicas han dado como resultado métodos alternativos para recuperar cobre desde soluciones tanto ácidas como amoniacaes. Entre éstos, los que están relacionados con el presente invento son:

10 (a) Un procedimiento (patente de los Estados Unidos 723.949) descrito por George D. van Arsdale, que consiste en saturar soluciones de sulfato de cobre con dióxido de azufre y someter a estas soluciones a la acción de calor y de presión con el fin de precipitar parcialmente el contenido de cobre y formar una cantidad proporcional de ácido sulfúrico.

15 (b) Un procedimiento (patente alemana 189.974) descrito por Lucian Jumau, que consiste en precipitar sulfito de cobre y en descomponerlo con ácido sulfúrico. También, un procedimiento (patente alemana 204.673) descrito por Lucian Jumau, en el que sulfito de cobre es tratado con agua en un autoclave a temperaturas de 140 a 170° centígrados.

20 (c) Un procedimiento (patentes de los Estados Unidos 3.148.051 y 3.228.765) descrito por Estanislao J. Chupungco y otros, que consiste en tratar soluciones de amin-cobre con dióxido de azufre para precipitar un sulfito de cobre y amonio que subsiguientemente es tratado

3.9.74



con ácido sulfúrico o con oxígeno para obtener cobre metálico, sulfato de cobre y/o óxido de cobre junto con sulfato de amonio y dióxido de azufre.

5 Deberá puntualizarse que, si bien la mayoría de estos procedimientos se desarrollaron ya hace bastante tiempo, todavía no han sido aplicados comercialmente debido al bajo rendimiento con el que se produce cobre metálico. Ninguno de estos procedimientos condujo a la recuperación, en forma de cobre metálico, de más de aproximadamente 10 50% a 80% del contenido de cobre del sulfito (o sulfato) de cobre. Por lo tanto, éstos están caracterizados por una recirculación costosa y difícil de soluciones de sulfato de cobre o por el tratamiento de otros componentes de cobre producidos. Por ejemplo, el rendimiento para convertir sulfito de cobre en cobre metálico utilizando ácido 15 sulfúrico (procedimiento de Jumau) varía entre 33% y 40%, el rendimiento para convertir sulfito de cobre en cobre metálico utilizando calor y presión (procedimiento revisado de Jumau) se encuentra entre 70% y 75%, el rendimiento para convertir sulfato de cobre en cobre metálico 20 (procedimiento de van Arsdale) se encuentra entre 50% y 60%, y el rendimiento de la conversión de sulfito de cobre y amonio en cobre metálico (procedimiento de E. J. Chupungco) con ácido sulfúrico es de 50% a 60%, y con oxígeno 25 es de 30% a 40%.

3.9.74

12 SET



PUNTUALIZACION DEL INVENTO.

El presente invento proporciona un procedimiento mejorado para la producción de cobre metálico a partir de una solución de sulfato de cobre y amonio por tratamiento de dicha solución con dióxido de azufre para formar un precipitado de cristales de sulfito de cobre y amonio. Luego, los cristales son suspendidos en una solución ácida que contiene inicialmente de 20 a 75 gramos por litro de ácido sulfúrico, conteniendo dicha suspensión inicialmente de 40% a 70% en peso de dichos cristales. La suspensión resultante es calentada a una temperatura dentro del margen de 140°C a 170°C a una presión dentro del margen de 10,5 a 15,4 kg/cm² hasta que sustancialmente todo el sulfito de cobre y amonio se ha convertido en cobre metálico; y después de ello el cobre metálico es separado de la solución residual.

Preferiblemente, la solución residual procedente de una previa descomposición de sulfito de cobre y amonio en cobre metálico es utilizada como la solución en la que se suspende y calienta una cantidad adicional de cristales de sulfito de cobre y amonio para convertir a los cristales en una cantidad adicional de cobre metálico. La proporción ponderal preferida de cristales de sulfito de cobre y amonio a líquido en la suspensión sometida a calentamiento bajo presión para formar cobre metálico.

3.9.74



12 SET. 1974

co es sustancialmente de 1:1 (50% en peso de cristales en la suspensión). Los cristales son secados, preferiblemente, hasta menos de 5% de humedad a una temperatura por debajo de 120°C antes de suspenderlos en la solución ácida. Dicha solución contiene preferiblemente de 25 a 70 gramos por litro de ácido sulfúrico y preferiblemente también está sustancialmente saturada con sulfato de amonio.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO.

Este invento proporciona mejoras en un procedimiento para obtener, con elevado rendimiento, cobre puro a partir de sulfito de cobre y amonio. El método global en que encuentra utilización el invento comprende las siguientes etapas:

(1) Preparación de una solución amoniaca de cobre en la que este elemento está presente en forma de sulfato de tetramin-cobre o de carbonato de tetramin-cobre ($\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4$ o $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3$), cuyo pH se encuentra ventajosamente entre 9,5 y 10,5.

(2) Tratamiento de dicha solución con dióxido de azufre para efectuar la precipitación de cristales de sulfito de cobre y amonio (CuNH_4SO_3), separación de este precipitado desde la solución resultante de sulfato de amonio, y preferiblemente secado de los cristales hasta menos de 5% de humedad a una temperatura por debajo de 120°C.

(3) Tratamiento de sulfito de cobre y amonio

3.9.74



12 SET. 1974

secado obtenido en la etapa anterior en recipientes cerrados bajo calor y bajo presión para efectuar una descomposición eficaz de este compuesto en cobre metálico, sulfato de amonio, ácido sulfúrico, y dióxido de azufre.

5 (4) Separación y lavado del cobre metálico y preparación del mismo para la venta.

(5) Recuperación del sulfato de amonio, del ácido sulfúrico y del dióxido de azufre producidos en la descomposición del sulfito de cobre y amonio.

10 La etapa (1) antedicha es una operación que es muy bien conocida en la técnica y su realización práctica depende en gran manera de la materia prima que está disponible. Por estas razones, y ya que no constituye parte del presente invento, se considera innecesario describirla con detalle.

15 La etapa (2), que implica la precipitación de sulfito de cobre y amonio, es esencialmente una reacción química conocida que ya ha sido estudiada con anterioridad y que se encuentra descrita en libros de texto avanzados acerca de la ciencia química. Esta reacción también ha sido descrita con detalle, si bien excluyendo sus condiciones estequiométricas, por Chupungco y otros.

20 Se ha encontrado que, con el fin de obtener elevados rendimientos en la descomposición del sulfito de cobre y amonio, es deseable que el sulfito de cobre y amonio

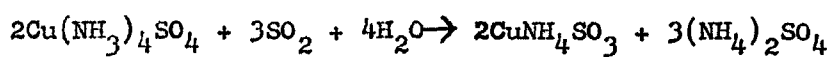
3.9.74



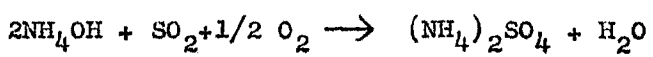
5 nio esté en la forma de cristales hexagonales transparentes, bien definidos, con un tamaño medio de aproximadamente 200 micras. El contenido de cobre de esta sal deberá estar preferiblemente entre 39% y 43% en peso. La composición teórica del CuNH_4SO_3 es de 39,4% de Cu, pero los cristales precipitados pueden contener sustancialmente más cantidad de cobre, ya que pueden estar compuestos en parte de un sulfito de cobre (probablemente $\text{Cu}_3(\text{SO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, teóricamente 49,3% de cobre).

10 También es deseable, para obtener un elevado rendimiento de recuperación de cobre, que los cristales estén bien secos (por debajo de 5% de humedad y preferiblemente por debajo de 3% de humedad), y efectuar dicho secado a una temperatura no superior a 120°C.

15 La precipitación de sulfito de cobre y amonio puede ser expresada de acuerdo con la siguiente ecuación:



20 El amoníaco en exceso presente en la solución reacciona en la presencia de oxígeno con dióxido de azufre adicional para producir sulfato de amonio de acuerdo con la siguiente reacción:



25 La etapa (3), que comprende la descomposición térmica de cristales de sulfito de cobre y amonio para producir cobre metálico, sulfato de amonio, ácido sulfúrico,

12 SET 1974

dióxido de azufre, sustancialmente sin formación de sulfato de cobre ni de sulfuro de cobre, es la etapa de la que se ocupa principalmente el invento.

De la experiencia de la solicitante, el éxito en la obtención de un elevado rendimiento en la descomposición de sulfito de cobre y amonio para producir cobre con elevado grado de pureza depende de varios factores. Los más importantes de éstos son:

(a) Dilución de la suspensión en la que tiene lugar descomposición;

(b) Composición de la suspensión en la que tiene lugar descomposición; y

(c) Temperatura y presión de descomposición.

En lo que concierne a la dilución de la suspensión, puede puntualizarse que la descomposición tendrá lugar en cierta extensión con todas las diluciones dentro del margen de desde menos de 10% en peso de cristales de sulfito hasta más de 90% en peso de cristales de sulfito. Sin embargo, se obtienen los mejores resultados con suspensiones comprendidas entre 40% y 70% en peso de sulfito de cobre y amonio. Fuera de este margen, la proporción de sulfito descompuesto a cobre metálico ha disminuido significativamente. En la mayoría de los casos, se prefiere un 50% en peso de cristales en la suspensión.

La composición química de la solución en la

3.9.74



12 SET 1974

que tiene lugar la descomposición térmica de sulfito de cobre y amonio es también importante desde el punto de vista del rendimiento. En particular, el contenido de ácido sulfúrico de la fase líquida de la suspensión en que
5 tiene lugar la descomposición deberá ser inicialmente de 20 a 75 gramos por litro. Los mayores rendimientos se obtienen generalmente utilizando una solución que contiene ácido sulfúrico y sulfato de amonio, tal como las soluciones producidas en reacciones anteriores de descomposición,
10 que han quedado saturadas sustancialmente con sulfato de amonio. La cantidad óptima de ácido sulfúrico libre resulta estar dentro del margen de 25 a 70 gramos por litro, y preferiblemente la solución está saturada sustancialmente con sulfato de amonio.

15 La temperatura y la presión a las que se efectúa la descomposición de los cristales de sulfito de cobre y amonio son también factores importantes para obtener cobre metálico con elevado rendimiento. La temperatura a la que tiene lugar la reacción de descomposición varía de
20 acuerdo con factores tales como el tipo y las características del sulfito, la cantidad y la concentración de ácido sulfúrico y de otros solutos en la solución, etc. Generalmente, puede decirse que el margen preferido de temperaturas para la reacción de descomposición es de 140°C a
25 170°C.

3.9.74

12 SET 1974



En condiciones apropiadas, la reacción de des
composición genera una gran cantidad de dióxido de azufre,
que da como resultado un aumento de presión dentro del
autoclave. Se ha observado que el control de la presión
5 es importante para la calidad del producto de cobre, así
como en cuanto al rendimiento de su producción. Si la pre
sión no llega a un valor mínimo de aproximadamente 10,5 kg/
cm² manométricos, la reacción es incompleta. Por otro lado,
si la presión excede de un valor mínimo de aproximadamente
10 15,4 kg/cm², parte del sulfito de cobre y amonio reaccio
na para formar sulfuro de cobre. Estas presiones son con
siderablemente mayores que las presiones de equilibrio a
las temperaturas preferidas y resultan de la generación
de dióxido de azufre así como de vapor de agua como resul
15 tado de un calentamiento de la carga en el autoclave. La
presión puede ser controlada fácilmente evacuando dióxido
de azufre y vapor de agua, cuando se requiera, del auto
clave.

Las reacciones que tienen lugar durante el tra
20 tamiento en autoclave se desarrollan con rapidez una vez
que se han establecido las condiciones deseadas de tempe
ratura, presión y otras. Se ha observado mediante experi
mentos que el tratamiento en autoclave puede ser termina
do generalmente en el espacio de diez minutos después de
25 que se hayan alcanzado la presión y la temperatura apro

3.9.74

12 SET



piadas.

En resumen, la descomposición térmica de sulfito de cobre y amonio, que constituye la parte esencial del presente invento, puede hacerse que se desarrolle en recipientes cerrados a temperaturas y presiones controladas para producir cobre de elevado grado de pureza con elevado rendimiento, con tal de que se satisfagan los siguientes requisitos:

(a) Elevada calidad y adecuadas características físicas y químicas, y secado apropiado, de los cristales de sulfito de amonio y cobre.

(b) Dilución correcta y composición apropiada de la suspensión en la que tiene lugar la reacción de descomposición.

(c) Control apropiado de la temperatura y de la presión.

Tomando en consideración estos factores, es posible alcanzar rendimientos dentro del margen de 98,0 a 99,5 % en la descomposición de cristales de sulfito de cobre y amonio para producir cobre metálico de elevada calidad y una solución que contenga sulfato de amonio y ácido sulfúrico en las proporciones apropiadas para someter a tratamiento una subsiguiente carga de sulfito.

Evidentemente, las precedentes exigencias para la descomposición eficaz de sulfito de cobre y amonio

3.9.74

12 S



5 pueden lograrse en un procedimiento continuo inyectando de modo continuo una suspensión de sulfitos y de solución en un recipiente cerrado y calentado. Cobre metálico, ácido sulfúrico y solución de sulfato de amonio, así como dióxido de azufre pueden ser retirados bien sea de modo continuo bien sea de modo intermitente.

El procedimiento se puede llevar a cabo también de modo discontinuo, como una operación de tipo por cargas.

10 Las operaciones finales del procedimiento, tales como separación del cobre desde la solución, lavado del cobre y preparación del mismo para la venta, así como la recuperación del sulfato de amonio, del ácido sulfúrico y del dióxido de azufre, son operaciones que no forman parte de este invento y se pueden llevar a cabo por métodos conocidos.

EJEMPLOS DEL PROCEDIMIENTO

20 Para el fin de llevar a cabo los ensayos abajo descritos, se hizo pasar dióxido de azufre por una solución de sulfato de tetramin-cobre a un pH de 10, dando como resultado la precipitación de sulfito de cobre y amonio cristalino. El precipitado de sulfito fue separado de la solución residual por filtración, y fue secado sin lavado hasta 3% de humedad mediante calentamiento en aire a una temperatura de 120°C. El análisis por difrac-

3.9.74

12 SET.



5 ción de rayos X mostró que el producto era CuNH_4SO_3 homogéneo y bien cristalizado, más algo de $\text{Cu}_3(\text{SO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. El examen con microscopio reveló que los cristales eran placas hexagonales transparentes e incoloras, con dimensiones medias de 200 micras de diámetro por 24 micras de espesor. El contenido de cobre de los cristales de sulfito se encontró que era de 43,0%. Este producto fue utilizado en los diversos ensayos abajo descritos.

10 Al final de cada ensayo que se describe abajo, se efectuó una determinación de la porción de cobre recuperado en la fase sólida, pero el método analítico utilizado no establece diferencias entre cobre metálico y cobre no metálico. En los casos en que esencialmente toda la fase sólida era cobre metálico, la cantidad de cobre así determinada se indica abajo como "% de cobre precipitado en forma de metal". En todos los otros casos se da una explicación cualitativa de la composición de la fase sólida.

SERIE DE ENSAYOS I

20 Tres porciones de los cristales secados fueron suspendidas en agua (acidificada para contener aproximadamente 20 g/l de H_2SO_4) con tres diluciones, y cada suspensión fue calentada en un autoclave a 160°C y 13,3 kg/cm² hasta que se desarrolló en todo lo posible la descomposición de los cristales de sulfito a cobre metálico.

25

3.9.74

12 SET 1974

Los resultados están resumidos en la siguiente Tabla I:

Tabla I

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
Cu(NH ₄)SO ₃ (gramos)	500	500	250
5 Agua (centímetros cúbicos)	75	500	1250
Relación de dilución	0,15:1	1:1	5:1
% de Cu precipitado en for ma de metal	-	99,46	98,88

10 En el ensayo A el sulfito no se había descom-
puesto totalmente y la fase sólida al final de la opera-
ción de tratamiento en autoclave contenía todavía una pro-
porción sustancial de los cristales de sulfito no descom-
puesto. La serie de ensayos demuestra que si la solución
15 está en una dilución tan baja como de 0,15 : 1 (aproxima-
damente 87% en peso de sólidos) queda sin descomponer du-
rante el tratamiento en autoclave considerable cantidad
de cobre. Se produce una descomposición óptima cuando el
contenido de sólidos de la suspensión está dentro del
20 margen de 40% a 70% en peso, tal como se indica por el
ensayo B, en que la suspensión contenía 50% en peso de só-
lidos. En el ensayo C, con aproximadamente 17% en peso de
sólidos, el porcentaje de cobre recuperado en la fase só-
lida ha disminuido con relación al rendimiento máximo del
25 ensayo B.

3.9.74

12 SET. 1974

SERIE DE ENSAYOS II

Cuatro porciones de los cristales de sulfito de cobre y amonio secados fueron suspendidas en una solución de ácido sulfúrico que contenía proporciones variables de ácido. Cada suspensión fue calentada en un autoclave a 13,3 kg/cm² y a aproximadamente 160°C hasta que la descomposición de los cristales de sulfito se hubo desarrollado en todo lo posible. Los ensayos están resumidos en la Tabla II.

10

TABLA II

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
CuNH ₄ SO ₃ (gramos)	500	500	500	500
Agua (centímetros cúbicos)	500	500	500	500
H ₂ SO ₄ , inicial (g/l)	0	50	75	100
15 % de Cu precipitado en forma de metal	-	97,06	98,84	93,74

20

En el ensayo A el sulfito no estaba totalmente descompuesto y la fase sólida al final del ensayo contenía todavía una proporción sustancial de cristales de sulfito no descompuestos. Esta serie de ensayos demuestra que si el contenido de ácido de la solución inicial está por debajo del límite inferior de aproximadamente 20 g/l o excede del límite superior de aproximadamente 75 g/l, la cantidad de cobre descompuesto disminuye sustancialmente. Ha

25

3.9.74

12 SET.



de hacerse observar que la cantidad de ácido añadida inicialmente es aumentada durante el tratamiento en autoclave por el ácido formado durante la reacción de descomposición.

5

SERIE DE ENSAYOS III

Cuatro porciones de los cristales de sulfito de cobre y amonio secados fueron suspendidas en una solución en agua que inicialmente contenía 60 g/l de H_2SO_4 y las suspensiones resultantes fueron tratadas en autoclave a presiones y temperaturas crecientes hasta que se hubo desarrollado en todo lo posible la descomposición de los cristales de sulfito. Estos ensayos están resumidos en la Tabla III:

10

Tabla III

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
15				
	500	500	500	500
	500	500	500	500
20	10,5	12,6	14,7	21
	154	162	166	174
	96,17	97,30	97,50	-

25

3.9.74

12 SET.



A la elevada presión de 21 kg/cm^2 (ensayo D) la mayor parte del sulfito de cobre y amonio se descompuso, pero en cierta extensión formó sulfuro de cobre en lugar de cobre metálico en la fase sólida. Estos ensayos demuestran que se obtiene una excelente recuperación de metal cuando la presión y la temperatura de la operación de tratamiento en autoclave se encuentran dentro de los límites preferidos de $10,5$ a $15,4 \text{ kg/cm}^2$ y de 140 a 170°C , pero a presiones y temperaturas más altas hay pérdida de cobre metálico por conversión del complejo de sulfito en sulfuro de cobre.

SERIE DE ENSAYOS IV.

En estos ensayos porciones sucesivas de 500 gramos cada una, de los cristales de sulfito de cobre y amonio secados, fueron suspendidas con el producto de una precedente operación de tratamiento en autoclave para formar suspensiones que contenían una parte en peso de cristales de sulfito por cada parte en peso de líquido, y la suspensión resultante fue sometida a descomposición en autoclave. En el primer grupo de ensayos una primera porción de los cristales fue suspendida en agua y tratada en autoclave, y luego una segunda porción de los cristales fue suspendida en la solución procedente de la primera operación de tratamiento en autoclave sin separar el residuo sólido y esta suspensión fue tratada en autoclave,

3.9.74

12 SET. 1974



5 y luego una tercera porción de cristales fue suspendida en la pasta procedente de la segunda operación de tratamiento en autoclave y fue sometida luego a una tercera operación de tratamiento en autoclave. Al final de la primera operación de tratamiento en autoclave el residuo sólido contenía una cantidad sustancial de sulfito no disuelto debido al contenido de ácido, inicialmente nulo, de la fase líquida, pero según aumentaba en la solución el ácido formado por la reacción de descomposición, todo este sulfito se descomponía en los posteriores tratamientos en autoclave. Al final de la tercera operación, la fase sólida era sustancialmente en su totalidad de cobre metálico. En total se recuperó en forma metálica un porcentaje de 99,60% del cobre.

15 Un segundo grupo de ensayos se llevó a cabo similarmente, pero fue extendido durante cinco operaciones sucesivas de tratamiento en autoclave en lugar de durante tres operaciones sucesivas. La solución procedente del quinto tratamiento en autoclave tenía cristales de sulfato de amonio que se separaban de ella, mostrando que la solución había quedado saturada con sulfato de amonio. El rendimiento global de cobre en forma metálica al final del quinto tratamiento en autoclave fue de 99,64%.

25 Se observó en este segundo grupo de ensayos que el contenido de ácido sulfúrico de la solución aumen-

3.9.74

12 SET.



5 taba progresivamente a lo largo de los primeros tratamien-
tos en autoclave hasta un máximo de aproximadamente 70 gra-
mos por litro (igual que lo hace también el primer grupo
de ensayos), y luego disminuía sustancialmente, hasta
aproximadamente 50 gramos por litro, en la solución proce-
dente del quinto tratamiento en autoclave. Los solicitantes
son incapaces de explicar porqué tiene lugar dicho
aumento seguido por una disminución en el contenido de
ácido.

10 En esta serie de ensayos la presión de trata-
miento en autoclave fue en cada caso de 13,3 kg/cm² y la
temperatura de tratamiento en autoclave fue en cada caso
de 140°C a 160°C. Se dejó escapar del autoclave dicho di-
óxido de azufre formado durante la reacción de descompo-
sición con el fin de evitar una acumulación de presión más
15 allá del valor escogido de 13,3 kg/cm².

20 Estos ensayos demuestran que la solución que
contiene ácido sulfúrico y sulfato de amonio producida por
la reacción de descomposición (la última en concentracio-
nes hasta la de saturación) constituye un excelente vehí-
culo en el que suspender los cristales de sulfito de cobre
y amonio como preparación para descomponerlos por trata-
miento en autoclave, y que no es necesaria la retirada de
cobre metálico precipitado con anterioridad.

25 El cobre metálico producido por descomposición

3.9.74

12 SET. 1974



de cristales de sulfito de cobre y amonio de acuerdo con el invento tiene un grado de pureza muy elevado. Ninguna de las impurezas que acostumbradamente se encuentran con el cobre en la forma de sus minerales o de chatarra, le
5 seguirán en las operaciones sucesivas de lixiviación amoniacal, precipitación con dióxido de amonio, y luego descomposición a temperatura y presión elevadas para formar cobre metálico.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Méjico el 25 de Septiembre de 1.973, bajo el
10 número 146.375, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

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

11-9-74

- 20 -

12 SET 1974



1^o.- Un método de producir cobre metálico que comprende tratar una solución amoniacal de sulfato de cobre con dióxido de azufre para formar un precipitado de cristales de sulfito de cobre y amonio, suspender dichos
5 cristales en una solución ácida que contiene inicialmente de 20 a 75 gramos por litro de ácido sulfúrico, conteniendo dicha suspensión de 40% a 70% en peso de dichos cristales, y calentar la suspensión resultante a una temperatura dentro del margen de 140° a 170°C a una presión
10 dentro del margen de 10,5 a 15,4 kg/cm² hasta que sustancialmente todo el sulfito de cobre y amonio ha sido convertido en cobre metálico, y separar el cobre metálico de la solución residual.

2^o.- Un método de acuerdo con la reivindicación
15 1^o, en que solución residual procedente de una descomposición anterior de sulfito de cobre y amonio en cobre metálico es utilizada como la solución en que se suspende y se calienta una cantidad adicional de cristales de sulfito de cobre y amonio para convertir a dichos cristales en
20 una cantidad adicional de cobre metálico.

3^o.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones en que la proporción en peso de cristales de sulfito de cobre y amonio secados a líquido en la suspensión sometida a calentamiento bajo
25 presión para formar cobre metálico, es sustancialmente de

11-9-74

-21-

12 SET. 1974

1:1.

4^a.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en que los cristales de sulfito de cobre y amonio son secados hasta menos de 5% de humedad a una temperatura que no excede de 120°C antes de suspenderlos en la solución ácida.

5 5^a.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en que la solución ácida contiene de 25 a 70 gramos por litro de ácido sulfúrico.

10 6^a.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en que la solución en que son suspendidos los cristales de sulfito de cobre y amonio está saturada sustancialmente con sulfato de amonio.

7^a.- Un método de producir cobre metálico.

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

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

12 SET. 1974

Madrid,

P.A.

Fernando de Elzoburu
Per. P. A.

11-9-74

- 22 -

mcg.