

TRATAMIENTO INTEGRAL DE MINERALES COMPLEJOS VIA PIRROTITA	
Título: PREPARACION DE PIRROTITA	
Paquete núm.: 1	
Actividad: 1.2	
Fecha: Febrero 1984	Documento núm.: 2

Autor	V. Martín Municio
Supervisor	
Jefe Proyecto	F.F. Tornero

Distribuido a: 3 ENADIMSA (PNAMPM), Sr. Riaño
1 Dirección AUXINI-IA
1 Jefe Proyecto

50087

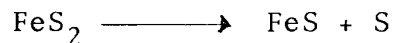
I N D I C E

	<u>Pág.</u>
1. OBJETIVOS	1
2. PARTE EXPERIMENTAL	4
2.1. Método operativos	4
2.2. Materias primas	6
2.2.1. Azufre lábil teórico	7
2.3. Ensayos previos	7
2.4. Destilación de azufre lábil: Preparación de pirrotita	9
2.5. Calentamiento de pirrotita a 1000°C: Elimi nación de elementos volátiles	14
2.6. Balances de producción de azufre y elimina ción de elementos volátiles en la obten ción de pirrotitas a partir de minerales complejos	17
3. ELIMINACION DEL ARSENICO DEL MINERAL COMPLEJO: DESTILACION FRACCIONADA	22
4. AZUFRE DESTILADO	25
ANEXO	

TRATAMIENTO INTEGRAL DE MINERALES COMPLEJOS: VIA PIRROTITAPREPARACION DE PIRROTITA1. OBJETIVOS

La preparación de pirrotita, dentro del contexto general del aprovechamiento integral de los minerales complejos, constituye el primer paso para independizar el beneficio de tales minerales de la producción de ácido sulfúrico. Es decir, se pueden considerar los minerales complejos como menas de hierro al que acompañan, en menor proporción, otros elementos valiosos como cobre, plomo y cinc y otros minoritarios, cuya concentración es interesante, como el mercurio, estaño, selenio, antimonio, oro, plata, etc.

La transformación de la red pirítica en pirrotita se produce por una descomposición endotérmica en la que se libera un átomo de azufre según la reacción:



y en la que se obtiene un sulfuro de hierro soluble en ácidos clorhídrico o sulfúrico en soluciones adecuadas.

La experiencia habida en el campo del tratamiento de estos minerales permite establecer que la temperatura de descomposición de la pirita, en sulfuro de hierro y azufre, está situada entre 650°C-700°C, para que la reacción se produzca con velocidades interesantes. Con el fin de que el azufre desprendido no se oxide a SO₂ la descomposición se lleva a cabo en atmósfera reductora o, al menos, no oxidante.

Con esta reacción, que constituye el primer eslabón de un proceso de aprovechamiento integral de los minerales complejos, se cumplen dos objetivos de extraordinaria importancia: concentrar en los residuos sólidos aquellos elementos que por su naturaleza no son volátiles, como el cobre, el cinc, en parte el plomo, la plata, el oro y algunos otros como cobalto y manganeso; y concentrar en el azufre condensado los elementos volátiles como pueden ser el arsénico, el antimonio, el selenio, parte del estaño y el mercurio.

De esta forma, las pirrotitas obtenidas a partir de los minerales complejos, permiten abordar procedimientos selectivos de recuperación de cada uno de los elementos que la integran por no haber perdido su identidad en la transformación experimentada: los sulfuros siguen siendo sulfuros y su máxima transformación puede ser un cambio de red cristalina.

El azufre que puede eliminarse en forma elemental es la mitad del que se encuentra en la fase pirrita y por balance puede calcularse por la siguiente fórmula:

$$\% S_L = \% S_T - 32 \left(\frac{\% Fe}{55,84} + \frac{\% Zn}{65,37} + \frac{\% Cu}{63,54} + \frac{\% Pb}{207} + \frac{3 \cdot As}{149,9} \right)$$

En resumen, los objetivos propuestos en la fase de preparación de pirrotita, son los siguientes:

- Eliminación del azufre lábil con concentración en el mismo de los elementos volátiles como el arsénico, mercurio, antimonio, selenio, estaño, etc.
- Concentración en la fase pirrotita de los elementos no volátiles como el cinc, el cobre, parte del plomo, oro y plata.

En la pirrotita puede solubilizarse fácilmente el hierro, permaneciendo el resto de los elementos en el residuo de la lixiviación, y produciéndose, por tanto, una concentración de los mismos por procedimientos de disolución química.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Método operativo

La preparación de pirrotita a partir de los minerales complejos se realiza calentando el mineral complejo en un horno vertical y en corriente de nitrógeno que impide la oxidación del azufre desprendido y la de los mismos sulfuros resultantes de la descomposición, favoreciendo, al mismo tiempo, la reacción por desplazamiento del azufre destilado.

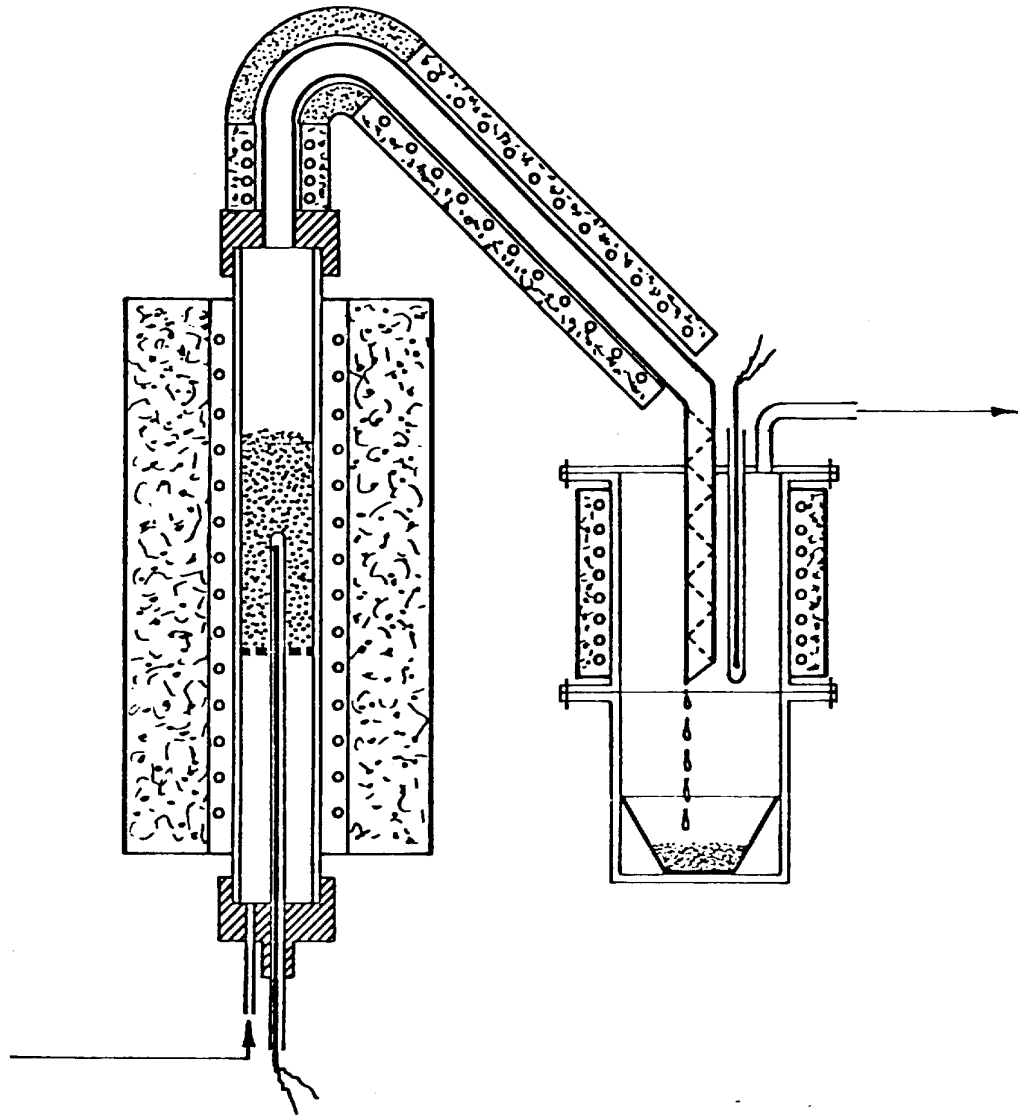
Los gases desprendidos se hacen pasar por una cámara en la que condensa parte del azufre destilado del mineral, que se tomará como muestra para el análisis de los elementos volátiles que le acompañan, aunque su cuantificación es difícil por no recogerse la totalidad del azufre liberado, debido a la formación de aerosoles.

En el esquema de la Figura 1 se representa el horno utilizado en la experimentación.

Las condiciones operativas en la preparación de pirrotita en laboratorio, son las siguientes:

- peso de mineral tratado 500 g
- temperatura 700°C
- tiempo o duración del ensayo 4 hr
- caudal de nitrógeno 60 l/hr

Tanto la temperatura como el tiempo de duración de los ensayos se ha fijado por la experiencia habida en el campo de la investigación de los minerales complejos y sus tratamientos térmicos.



ESQUEMA DEL HORNO DE DESTILACION DE AZUFRE

2.2. Materias primas

La experimentación se ha realizado con dos muestras de minerales piríticos de diferente procedencia: Minas de So tiel y de Aználcollar.

Los análisis elementales y las granulometrías de los materiales a tratar se recogen en las Tablas I y II.

TABLA I. Composición elemental de los minerales de Sotiel y Aználcollar utilizados en la preparación de pirrotita

Elemento	Sotiel	Aználcollar
S	45,09 %	48,22 %
Fe	42,83 "	41,62 "
Zn	3,92 "	3,72 "
Pb	1,31 "	2,00 "
Cu	0,47 "	0,48 "
As	0,29 "	0,28 "
Se	< 0,005"	< 0,005"
Sn	0,028"	0,028"
Hg	171 ppm	50 ppm
Humedad	0,12 %	0,07 %

En los ensayos de laboratorio se utilizaron, en un principio, granulometrías del todouno menor de 4 mm, recogiéndose en la Tabla II las distribuciones de tamaño.

TABLA II. Granulometrías de los minerales ensayados

Luz de malla mm	SOTIEL % Rechazo		AZNALCOLLAR % Rechazo	
	dif.	acum.	dif.	acum.
4,00	0	0	0	0
3,36	7,2	7,2	0,1	0,1
2,38	30,8	38,0	22,7	22,8
1,68	19,0	57,0	29,3	52,1
1,19	11,8	68,8	15,7	67,8
fondo	31,2	100,0	32,2	100,0

2.2.1. Azufre lábil teórico

Según las composiciones de las muestras de minerales complejos que se recogen en la Tabla I, el porcentaje de azufre lábil que, teóricamente, puede obtenerse destilado en cada una de ellas, es el siguiente:

$$\% S_L = \% S_T - 32 \cdot \left(\frac{\% Fe}{55,84} + \frac{\% Zn}{65,37} + \frac{\% Cu}{63,54} + \frac{\% Pb}{207} + \frac{3 \cdot \% As}{149,9} \right)$$

- Mineral de Sotiel 18,01 %
- Mineral de Aznalcollar 21,82 %

2.3. Ensayos previos

Los primeros ensayos se realizaron con muestras de mineral de Sotiel con la granulometría original de la Tabla II. La temperatura se varió entre 700°C y 750°C y el tiempo entre 4 y 5 horas. Se controló la pérdida de peso experimentada por

el material en las distintas condiciones experimentales.

En la Tabla III se reúnen los datos de pérdida de peso obtenidos en los diferentes ensayos.

TABLA III. Pérdidas de peso experimentadas por el complejo de Sotiel en los ensayos previos de laboratorio

Condiciones operativas			Pirrotita gr	Pérdida de peso %
Carga de mineral gr	T ^o C	Tiempo hr		
500	700	4	420	16
500	750	4	430	14
500	700	5	425	15

Hay que hacer notar que en ninguno de los ensayos de la Tabla III se ha alcanzado una pérdida de peso que pueda su poner la eliminación del 18,01 % de azufre.

Por otra parte, no se observa ni influencia de la temperatura ni del tiempo. Esto hace pensar que, efectivamente, se está en las condiciones óptimas de destilación en cuanto a estas dos variables, pero existe algún impedimento para la eliminación total del azufre.

Se ha comprobado que la causa es, sin duda, el porcentaje de finos del mineral, lo que hace posible formar aglomera- dos por sinterizaciones superficiales y esto impide la elimina- ción del azufre. Este efecto aparece al formarse lechos imper- meables al paso de la corriente de gases inertes.

2.4. Destilación de azufre lábil: Preparación de pirrotita

De acuerdo con los resultados obtenidos en los ensayos previos se prepararon muestras de mineral, eliminando los finos recogidos por fondo de la granulometría inicial y cortando en el tamiz de 1,41 mm de luz.

En la Tabla IV se dan las granulometrías resultantes para cada una de las muestras de mineral que se utilizan en la preparación de pirrotitas.

TABLA IV. Granulometrías de las muestras utilizadas en la preparación de pirrotita: Destilación de azufre

Luz de malla mm	SOTIEL		AZNALCOLLAR	
	% Rechazo dif.	% Rechazo acum.	% Rechazo dif.	% Rechazo acum.
4,00	0	0	0	0
3,36	10,7	10,7	0,2	0,2
2,38	50,0	60,7	36,0	36,2
1,68	28,3	89,0	46,5	82,7
1,41	11,0	100,0	17,3	100,0

Las condiciones experimentales para la preparación de pirrotita, por destilación del azufre lábil de los minerales complejos, fueron las siguientes:

- Temperatura 700°C
- Tiempo 4 horas
- Carga del horno 500 gr
- Caudal de nitrógeno 70-100 l/hr
- Lecho estático

En la Figura 2 se da la curva de calefacción de los diferentes ensayos.

En la Tabla V se dan los resultados experimentales de pérdida de peso obtenidos en las condiciones operativas mencionadas.

TABLA V. Pérdida de peso experimentada por los minerales complejos calentados a 700°C durante 4 horas y en corriente de nitrógeno

Procedencia del mineral	Carga inicial	Carga final	% eliminación
SOTIEL	500	387	22,6
	"	400	20,0
	"	385	23,0
	"	393	21,4
	"	387	22,6
	"	389	22,2
AZNALCOLLAR	500	382	23,6
	"	400	20,0
	"	391	21,8
	"	385	23,0
	"	380	24,0

Las pérdidas medias de peso de cada una de las mues tras destiladas, son las siguientes:

- Mineral de Sotiel 21,97 %
- Mineral de Aznalcollar 22,48 %

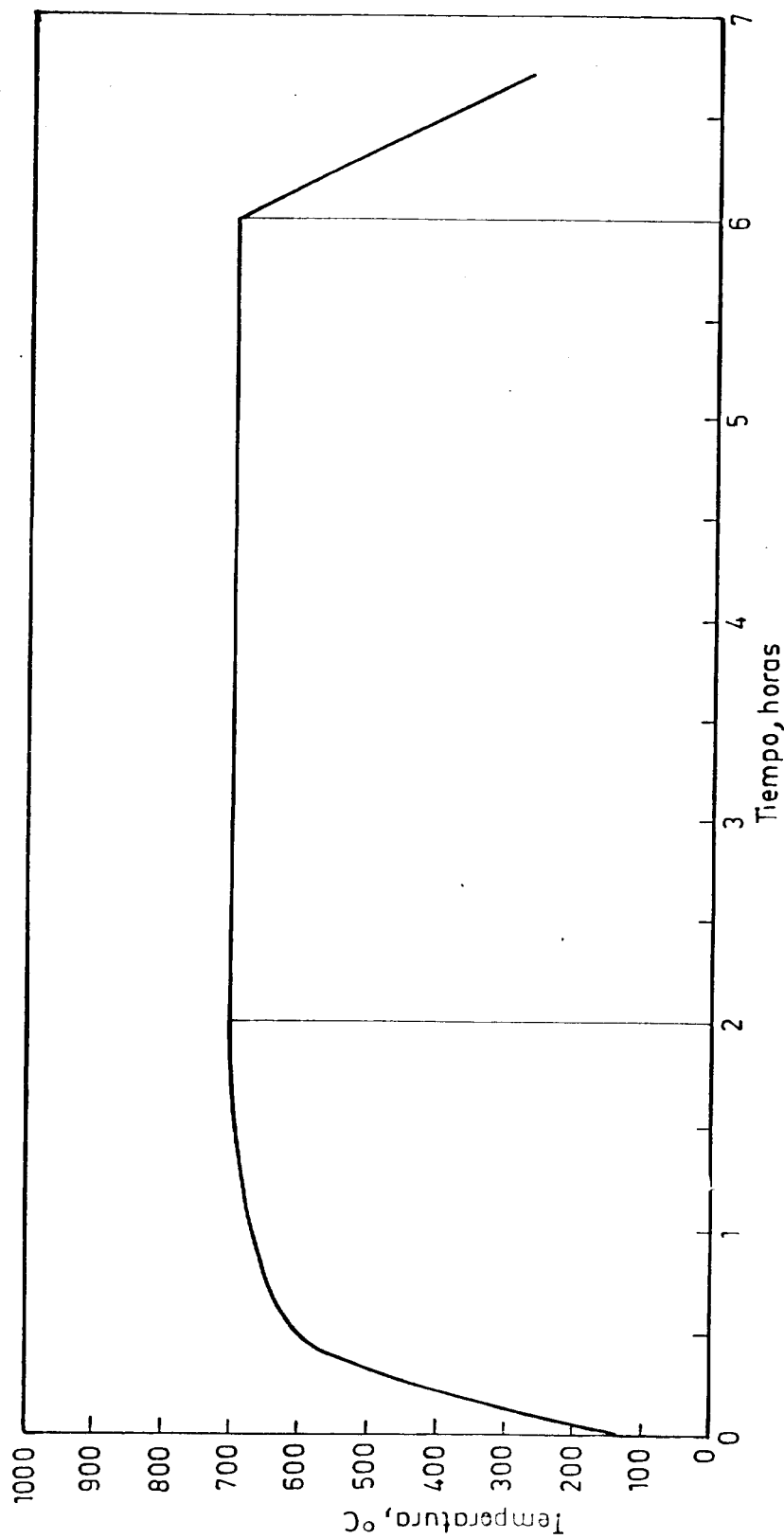


FIG. 2.-DESTILACION DE AZUFRE LABIL. CURVA DE CALEFACCION.

Valores ligeramente superiores, pero concordantes, con los obtenidos por la expresión teórica de balance del apartado 2.2.1., que resultan ser de 18,01 % y 21,82 % para los minerales de Sotiel y Aznalcollar, respectivamente. Todo ello prueba que las condiciones operativas establecidas son correctas para el proceso de destilación del azufre y obtención de pirrotitas a partir de minerales complejos piríticos.

Las diferentes cargas de pirrotita obtenida, previa mezcla y cuarteo de las mismas, proporcionaron el análisis elemental que se recoge en la Tabla VI.

TABLA VI. Análisis elemental de las pirrotitas según su procedencia

Elemento	Sotiel	Aznalcollar
S	36,8 %	35,1 %
Fe	55,20 %	53,27 %
Zn	4,98 %	4,76 %
Pb	1,06 %	1,95 %
Cu	0,60 %	0,61 %
As	0,005%	0,016%
Se	no encontrado	no encontrado
Sn	0,020%	0,025%
Hg	87 ppm	15 ppm

Una muestra del azufre destilado y condensado arrojó los resultados analíticos de la Tabla VII.

TABLA VII. Análisis del azufre condensado

Elemento	Sotiel	Aznácollar
S	93,43 %	95,44 %
As	1,75 %	1,19 %
Pb	0,44 %	0,32 %
Hg	369 ppm	75 ppm
Sn	0,017 %	0,015 %

Con los resultados analíticos recogidos en la Tabla VI no se puede efectuar un balance de elementos volátiles, habida cuenta que el azufre condensado realmente no supera el 50 % del destilado. Una gran parte se elimina en forma de aerosol difícilmente recuperable en el horno de laboratorio utilizado.

Mediante la técnica de difracción por rayos X (método de polvo) se ha identificado el elemento cobre como integrante de un sulfuro doble de cobre-hierro de fórmula CuFe_2S_3 (Cubanita), y teniendo en cuenta esta fórmula se han determinado las siguientes composiciones ponderales para cada una de las pirrotitas obtenidas a 700°C y cuatro horas en corriente de nitrógeno.

<u>Pirrotita procedente de mineral de Sotiel</u>	<u>Pirrotita procedente de mineral de Aznácollar</u>
FeS ₂ 8,74 %	FeS ₂ 6,13 %
FeS 78,76 "	FeS 77,61 %
ZnS 7,42 "	ZnS 7,09 %
PbS 1,22 "	PbS 2,25 %
CuFe ₂ S ₃ 2,56 "	CuFe ₂ S ₃ 2,60 "
no identificados. 1,3 "	no identificados. 4,33 "

Según las composiciones ponderales calculadas anteriormente, en las pirrotitas han quedado unos restos de pirrita del 9,9 % y del 7,3 % sin destilar su azufre lábil.

2.5. Calentamiento de pirrotita a 1000°C: Eliminación de elementos volátiles

Con la calefacción de la pirrotita a 1000°C se pretende conocer cuál será la máxima eliminación de los elementos volátiles y el grado de agotamiento del azufre lábil.

La calefacción se verifica manteniendo una corriente de nitrógeno para evitar las transformaciones de sulfuros a óxidos.

El tiempo de calefacción de la pirrotita es de 1 hora. En la Tabla VIII se presentan los porcentajes de eliminaciones de elementos, experimentadas en la calefacción a 1000°C, de la pirrotita obtenida a partir del mineral de Sotiel.

Se observa la pérdida de un posible resto de azufre lábil, de plomo, de arsénico, de estaño y el agotamiento total del mercurio.

Estas pérdidas incrementan los porcentajes de eliminación ya habidos en la preparación de la pirrotita a 700°C.

Los resultados ponen de manifiesto que industrialmente será conveniente trabajar con temperaturas superiores a los 700°C para obtener las máximas volatilizaciones de aquellos elementos que se pueden concentrar en el azufre y que pueden separarse del mismo en los procesos de purificación.

TABLA VIII. Eliminación de elementos volátiles por calentamiento a 1000°C-1 hora de pirrotita, procedente de mineral de Sotiel calentado a 700°C-4 horas

Elemento	Pirrotita 700°C-4 h		Pirrotita 1000°C-1 h		
	%	gr	%	gr	% eliminación
S	36,87	36,87	36,0	35,29	4,28
Fe	55,20	55,20	56,31	55,20	0,0
Zn	4,98	4,98	5,06	4,96	--
Pb	1,06	1,06	0,41	0,402	62,07
Cu	0,605	0,605	0,615	0,603	--
As	0,005	0,005	0,003	0,0029	42,0
Sn	0,020	0,020	0,008	0,0078	61,0
Hg	87 ppm		0,0 ppm		100,0
peso		100		98,03	

Del análisis elemental de la pirrotita calentada a 1000°C, que se encuentra en la Tabla VIII, se deduce la siguiente composición ponderal, haciendo uso de los supuestos de que los metales hierro, cinc y plomo se encuentren como sulfuros, y el metal cobre como Cubanita de fórmula CuS_3Fe_2 :

Composición ponderal de la pirrotita calentada a 1000°C-1 h, procedente del mineral de Sotiel

FeS_2	3,32	%
FeS	84,61	%
ZnS	7,53	%
PbS	0,473	%
CuS_3Fe_2	2,58	%

Si se compara la relación FeS_2/FeS de la pirrotita obtenida a 700°C con la relación resultante después del calentamiento a 1000°C , se observa que su valor pasa de 0,11 a 0,039, lo que significa que se ha producido un cierto agotamiento de pirita residual, pero sin llegar a desaparecer totalmente.

Los resultados obtenidos en el mismo tratamiento térmico de calefacción a 1000°C durante una hora con pirrotita obtenida a 700°C y cuatro horas a partir del mineral de Aznalcollar se recogen en la Tabla IX.

TABLA IX. Eliminación de elementos volátiles por calentamiento a 1000°C -1 h, de la pirrotita procedente de mineral de Aznalcollar calentado a 700°C -4 h

Elemento	Pirrotita 700°C -4 h		Pirrotita 1000°C -1 h		
	%	gr	%	gr	% eliminación
S	35,10	35,10	35,80	35,07	0
Fe	53,27	53,27	54,37	53,27	--
Zn	4,76	4,76	4,79	4,69	--
Pb	1,95	1,95	1,03	1,01	48,2
Cu	0,61	0,61	0,62	0,607	--
As	0,016	0,016	0,009	0,0088	45
Sn	0,025	0,025	0,012	0,011	56
Hg	15 ppm		0,0 ppm		100
Peso		100		97,97	2,03

En la calefacción de la pirrotita en atmósfera inerte y a 1000°C se produce eliminación de plomo y estaño, se agota prácticamente el arsénico y, por completo, el mercurio.

La composición ponderal calculada con los mismos supuestos que los establecidos para la pirrotita anteriormente descrita, es la siguiente:

Composición de la pirrotita calentada a 1000°C-1 h procedente del mineral de Aznalcollar

FeS ₂	7,01 %
FeS	78,54 %
ZnS	7,13 %
PbS	1,19 %
CuS ₃ Fe ₂	2,65 %

En este caso, las relaciones FeS₂/FeS de las pirrotitas de 700°C y de 1000°C son, respectivamente, 0,08 y 0,09. Se trata de pirrotitas agotadas en azufre destilable o lábil, aunque, por balance de elementos, queda sin descomponer un cierto porcentaje de pirita.

Este porcentaje de pirita sin descomponer supone la existencia de un cierto porcentaje de hierro no soluble en los ácidos clorhídrico o sulfúrico: Insolubilidad que puede estar comprendida entre el 4 y 8 % del hierro total, según los resultados experimentales conseguidos.

2.6. Balances de producción de azufre y eliminación de elementos volátiles en la obtención de pirrotitas a partir de minerales complejos

En la obtención de pirrotitas por destilación del azufre lábil de los minerales complejos en atmósfera inerte, y a temperatura elevada, se producen eliminaciones de elementos

tos volátiles, entre los cuales se pueden señalar como más importantes: arsénico, plomo, estaño y mercurio.

En las Tablas X y XI se dan los balances de los tratamientos térmicos de las dos muestras de minerales complejos estudiadas y consideradas como representativas.

El azufre destilado y los elementos volatilizados en la preparación de pirrotita de Sotiel, pueden alcanzar los siguientes valores:

- azufre producido: 39 % del azufre total del mineral complejo.
- plomo eliminado: 76 % del total del mineral
- arsénico eliminado: 99 % del total del complejo
- estaño eliminado: 78 % del total del complejo
- mercurio eliminado: 100 %

Los metales no volatilizables se concentran en la pirrotita del orden de un 24 %.

En el mineral de Aznalcollar el azufre producido y los elementos volatilizados alcanzan valores comparables a los obtenidos en la muestra de mineral complejo de Sotiel.

Puede decirse, en este caso, que la producción de azufre y la eliminación de elementos volátiles alcanzan los siguientes valores:

- azufre producido: 43,2 % del azufre total del mineral
- plomo eliminado: 60,6 % del plomo total del mineral
- arsénico: 97,6 % del total del mineral
- estaño: 67 % del total del mineral
- mercurio: el 100 % del existente en el mineral

TABLA X. Balances de producción de azufre y eliminación de elementos volátiles (Mineral complejo de Sotiel)

Mineral complejo			Pirrotita 7000 ^o -4 h			Pirrotita 10000 ^o -1 h		
Elemento	%	g	%	g	% eliminado	%	g	% eliminado
S	45,09	225,18	36,87	142,83	36,6	36,00	136,73	39,3
Fe	42,83	213,89	55,20	213,85	-	56,31	213,86	-
Zn	3,92	19,57	4,98	19,29	-	5,06	19,22	-
Pb	1,31	6,54	1,06	4,11	37,2	0,41	1,55	76,3
Cu	0,47	2,35	0,60	2,34	-	0,61	2,32	-
As	0,29	1,448	0,005	0,019	98,7	0,003	0,011	99,2
Sn	0,028	0,140	0,020	0,077	45,0	0,008	0,0304	78,3
Hg	171 ppm		87 ppm		60,5	0,00 ppm		100
Peso seco		499,4			22,4		379,8	23,9

TABLA XI. Balance de producción de azufre y eliminación de elementos volátiles (mineral complejo de aznalcollar)

Mineral complejo			Pirrotita 700°-4 h			Pirrotita 1000°- 1 h		
Elemento	%	g	%	g	% eliminado	%	g	% eliminado
S	48,22	240,91	35,10	137,0	43,1	35,8	136,90	43,2
Fe	41,62	207,93	53,27	207,91	-	54,37	207,91	-
Zn	3,72	18,59	4,76	18,58	-	4,79	18,32	-
Pb	2,00	9,99	1,95	7,61	23,8	1,03	3,94	60,6
Cu	0,48	2,39	0,61	2,38	-	0,62	2,37	-
As	0,28	1,399	0,016	0,062	95,6	0,009	0,034	97,6
Sn	0,028	0,140	0,025	0,098	30,0	0,012	0,046	67,1
Hg	50 ppm		15 ppm		76,6	0,00 ppm		100
Peso seco		499,6		390,3			382,4	

Aunque en cierta medida los porcentajes volatilizados difieren en las dos muestras de minerales tratadas, lo que es coincidente es el orden de volatilización de cada uno de los elementos. Los de más fácil eliminación son el mercurio y el arsénico, quizás por la menor proporción en que intervienen en la composición del mineral.

Tomando como referencia los dos minerales utilizados en la experimentación y los resultados obtenidos con ellos, se pueden establecer los siguientes límites, mínimo y máximo, de producción de azufre y volatilización de elementos:

- Producción de azufre, entre el 39-43 %
- Eliminación de plomo, entre el 60-76 %
- Eliminación de arsénico, entre el 97-99 %
- Eliminación de estaño, entre 67-78 %
- Eliminación de mercurio, el 100 %

3. ELIMINACION DEL ARSENICO DEL MINERAL COMPLEJO: DESTILACION FRACCIONADA

Según la bibliografía el arsénico comienza a eliminarse de los minerales piríticos a temperaturas inferiores a la de destilación del azufre lábil, concretamente, entre los 420°C y 440°C. Sin embargo, a esta temperatura su destilación es muy lenta.

Para comprobar la posible separación del arsénico antes de que pudiera destilarse el azufre, al menos en proporciones apreciables, se utiliza como mineral arsenical un mineral complejo, no representativo, con suficiente arsénico para llevar a cabo una experimentación previa en este sentido.

La composición elemental de mineral utilizado, es la siguiente:

Mineral complejo a desarsenicar

<u>Elemento</u>	<u>%</u>
S	38,55
Fe	33,92
Pb	3,84
Zn	2,15
Cu	0,34
As	0,623
Insoluble	12,99
Resto a 100 no identificado	

Por la experiencia habida en este tipo de reacción o destilación se ha fijado un tiempo de 4 h, para todos los ensayos a distinta temperatura.

Las temperaturas ensayadas son de 450, 500, 550 y 600°C. En la Tabla XII se dan los resultados obtenidos en la eliminación del arsénico a las temperaturas anteriormente dichas.

TABLA XII. Eliminación del arsénico en los minerales complejos.

Tiempo: 4 h

Temperatura °C	As eliminado %
450	29,2
500	67,7
550	72,7
600	84,6

La eliminación del arsénico se realiza en el mismo horno de preparación de pirrotita y también en corriente de gas nitrógeno.

En la Figura 3 se representan los datos de la Tabla XII, y se observa que entre los 500°C y 550°C se paraliza la destilación o eliminación del arsénico, para aumentar después a partir de esta última temperatura.

El fenómeno de la eliminación del arsénico se presenta como si se tratase de la descomposición de dos compuestos arsenicales diferentes: uno, cuya descomposición comienza a unos 420°C y termina a 500°C y el segundo comienza a los 550°C y se completaría a unos 700°C, temperatura a la cual la eliminación de azufre es ya rápida.

Según los resultados obtenidos se podrá separar una buena parte del arsénico con poco azufre, o quizás, eliminar la totalidad del arsénico con el azufre para recuperarle en la purificación del mismo.

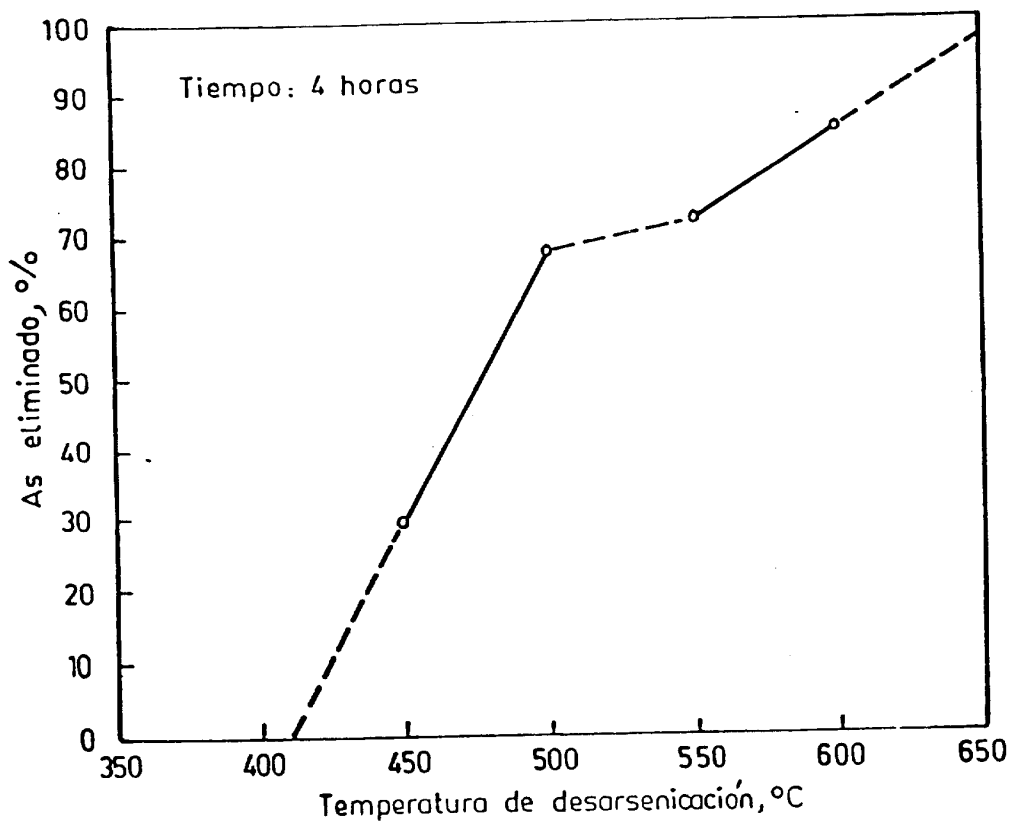


FIG. 3

4. AZUFRE DESTILADO

El azufre es producto final dentro del proceso de beneficio integral de los minerales complejos vía pirrotita, y por este motivo es importante conocer la composición del azufre condensado que ha de llevar buena parte de los elementos volátiles del complejo.

El análisis de una muestra de azufre condensado dió los siguientes resultados:

<u>Azufre condensado</u>	
<u>Elemento</u>	<u>%</u>
S	88,77
Pb	1,45
As	2,50
Cd	10 ppm
Sb	0,25
Bi	76 ppm
Hg	500 ppm
Se	90 ppm
Sn	308 ppm
Ag	0,8 ppm

En un ensayo previo de purificación por disolución y cristalización con percloroetileno se obtuvo un azufre y un residuo de las siguientes composiciones:

<u>Composición del azufre</u>		<u>Composición del residuo</u>	
<u>Elemento</u>	<u>%</u>	<u>Elemento</u>	<u>%</u>
S	99,90	S	66,07
Pb	0,013	Pb	7,7
As	0,037	As	15,5
Cd	< 0,2 ppm	Cd	40 ppm
Ag	< 0,2 ppm	Ag	3,4 ppm
Sb	20 ppm	Sb	1,20 %
Bi	1 ppm	Bi	424 ppm
Hg	5 ppm	Hg	0,40 %
Se	100 ppm	Se	110 ppm
Sn	< 8 ppm	Sn	0,11 %

Las composiciones de los residuos son ya elocuentes, pues sin considerar óptimas las solubilizaciones de los condensados en el percloroetileno, las concentraciones en elementos recogidos son interesantes para su ulterior recuperación.

Por otra parte, hay que considerar que en cualquier procedimiento convencional de tratamiento térmico de los minerales complejos, los elementos recogidos en el residuo de purificación se encontrarían bien contaminando las cenizas y dificultando su aprovechamiento, o bien contaminando la atmósfera.

El evitar estas contaminaciones justificaría el procedimiento de aprovechamiento integral, vía pirrotita, de los complejos, o incluso, de sus concentrados.

AUXINI

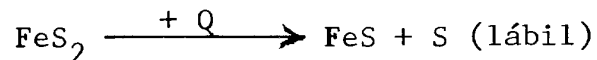
DEPARTAMENTO DE INVESTIGACION APLICADA

A N E X O

ANEXOHORNO DE DESTILACION DE AZUFRE LABIL:GEOMETRIA DEL HORNO FLUIDIZADO

En el diseño de los reactores de fluidización hay que tener en consideración dos aspectos funcionales bien diferenciados: Un aspecto flúido-dinámico, que garantice el movimiento de los materiales sólidos, y un aspecto físico-químico en el que se logre la retención de los sólidos hasta que la reacción sea prácticamente completa, es decir, conseguir un tiempo de residencia adecuado.

En el reactor, cuya geometría se trata de determinar, se produce la reacción siguiente:



El caudal necesario para fluidizar ha de ser el mismo que se precise para producir el aporte calorífico necesario para la reacción. Según un cálculo aproximado, el volumen de gases de combustión que aportaría el calor necesario para la reacción anterior resulta ser de

$$9,88 \text{ m}^3/\text{kg de FeS}_2 \text{ a } 1.423 \text{ }^\circ\text{K}$$

Sobre esta base, se determinan las dimensiones de los reactores para tres capacidades de tratamiento: 10, 15 y 20 kg/hora de FeS₂.

El diámetro de los reactores se da en función de la

velocidad lineal que se precise conseguir para producir la fluidización del lecho.

Los caudales de gases necesarios, para cada una de las capacidades de tratamiento establecidas, son los siguientes:

<u>Alimentación, F kg/h</u>	<u>Caudal de gases, m³/h</u>
10	10 x 9,88 = 98,8
15	15 x 9,88 = 148,2
20	20 x 9,88 = 197,6

La relación entre los diámetros del horno, D, y los caudales de gases viene dada por la fórmula siguiente y en función de la velocidad lineal de paso, V:

$$D, \text{ cm} = \frac{4}{\pi} \frac{Q \text{ m}^3/\text{h}}{3600 \times V \text{ m/s}} \times 100$$

Los diámetros, D, del reactor para cada una de las capacidades de tratamientos, F kg/h, y distintas velocidades lineales, V m/s, se dan en la Tabla I.

TABLA I. Diámetros de reactor para diferentes capacidades de tratamiento y velocidades lineales

V m/s	F kg/h	D cm
0,50	10	26,4
0,75	10	21,6
1,00	10	18,7
1,25	10	16,7
0,50	15	32,4
0,75	15	26,4
1,00	15	22,9
1,25	15	20,5
0,50	20	37,4
0,75	20	30,5
1,00	20	26,4
1,25	20	23,6

Para una misma velocidad lineal de gases, V , el diámetro, D , depende de la capacidad de tratamiento o velocidad de alimentación, F .

La altura de lecho estático que se precisa fluidizar, H_0 cm, está relacionada con el tiempo de residencia, t_r h, con la alimentación, F kg/h y con el cuadrado del diámetro, D cm, según la expresión

$$H_0 \text{ cm} = \frac{4}{\pi} \frac{t_r \times F}{D^2 \times 2,5}$$

siendo 2,5 la densidad aparente de un lecho de piritita y $t_r = 2$ h. En la Tabla II se dan las alturas de los lechos y las relaciones H_0/D en cada uno de los supuestos considerados.

La relación H_0/D práctica, en plantas piloto de pequeña capacidad puede considerarse apropiada alrededor de 1; no obstante, por tener que utilizar forzosamente velocidades lineales bajas, del orden de 1 m/s, es necesario reducir la parte inferior del lecho para conseguir velocidades de fluidización más elevadas en zona de placa de distribución de gas.

Para una placa de distribución de gas de 15 cm de diámetro, D_p , las velocidades lineales, V_p m/s, serán las que se dan en la Tabla III.

Supuesto que la placa de distribución de gas sea en cualquier caso de 15 cm, se tiene que la velocidad en placa es función de la capacidad de alimentación, F kg/h, alcan-

TABLA II. Altura de los lechos fijos en cada uno de los casos

V m/s	F kg/h	H _o cm	H _o /D	D cm
0,50	10	14,6	0,55	26,4
0,75	10	21,8	<u>1,00</u>	21,8
1,00	10	29,1	1,55	18,8
1,25	10	36,5	2,18	16,7
0,50	15	14,6	0,45	32,4
0,75	15	21,8	0,82	26,4
1,00	15	29,1	<u>1,27</u>	22,9
1,25	15	36,5	1,78	20,5
0,50	20	14,6	0,39	37,4
0,75	20	21,8	0,71	30,5
1,00	20	29,1	<u>1,10</u>	26,4
1,25	20	36,5	1,54	23,6

TABLA III. Velocidades en placa, V_p m/s en cada uno de los supuestos

V m/s	F kg/h	H_o/D	D cm	V_p m/s
0,5	10	0,55	26,4	1,55
0,75	10	1,00	21,8	1,58
1,00	10	1,55	18,8	1,57
1,25	10	2,18	16,7	1,55
0,50	15	0,45	32,4	2,33
0,75	15	0,82	26,4	2,32
1,00	15	1,27	22,9	2,33
1,25	15	1,78	20,5	2,33
0,50	20	0,39	37,4	3,10
<u>0,75</u>	<u>20</u>	<u>0,71</u>	<u>30,5</u>	<u>3,10</u>
1,00	20	1,10	26,4	3,10
1,25	20	1,54	23,6	3,10

zándose los 3 m/s cuando la capacidad fijada es de 20 kg de FeS_2 /hora. Velocidad esta capaz de fluidizar tamaños de 5-6 mm.

El paso de gas se efectuará a través de toberas cuyo diámetro, d_t , se relaciona con el diámetro de la placa de distribución, D_p , la velocidad lineal en placa, V_p , la velocidad lineal en tobera, V_t , y el número de toberas, N , por la fórmula

$$d_t^2 \text{ cm} = V_p \frac{15^2}{V_t \times N}$$

siendo 15 el diámetro en cm de la placa de distribución.

Despejando V_t se tiene

$$V_t \text{ m/s} = V_p \frac{225}{d_t^2 \times N}$$

En la Tabla IV se dan las velocidades en toberas para las diferentes capacidades o alimentaciones, F kg/h, y en función del número de ellas, N , para $d_t = 2,5$ cm.

En un horno de destilación de azufre lábil de la piritita, interesa el mínimo arrastre de finos posible, habida cuenta que se ha de alimentar con una granulometría todo-uno. Por tanto, la velocidad lineal media de paso de gases interesa que sea la más pequeña posible, pero compatible con el logro de velocidades elevadas en placa y toberas.

TABLA IV. Velocidades en toberas

F kg/h	V_p m/s	N	V_t m/s
10	1,55	1	55,8
		2	27,9
		3	18,6
		4	13,9
15	2,33	1	83,9
		2	41,9
		3	27,9
		4	20,9
20	3,1	1	111,6
		2	55,8
		3	37,2
		4	27,9

Por todo ello se propone un reactor alimentado por 20 kg/h de pirita y con las siguientes dimensiones fundamentales:

Diámetro de placa D_p 15 cm
 Diámetro superior de zona de lecho 37 cm
 Diámetro de boquillas, d_t 2,5 cm
 Número de toberas o boquillas 4

Con estas dimensiones, las velocidades de paso de gas serán las siguientes:

Velocidad en parte superior al lecho $V \dots 0,50 \text{ m/s}$
Velocidad justamente en placa, $V_p \dots\dots\dots 3,10 \text{ m/s}$
Velocidad en tobera, $V_t \dots\dots\dots 28 \text{ m/s}$

El horno irá provisto de cámara superior que reduzca la velocidad lineal hasta $0,20 \text{ m/s}$ aproximadamente.

En el dibujo adjunto se esquematiza el horno así como un detalle de la placa de distribución.

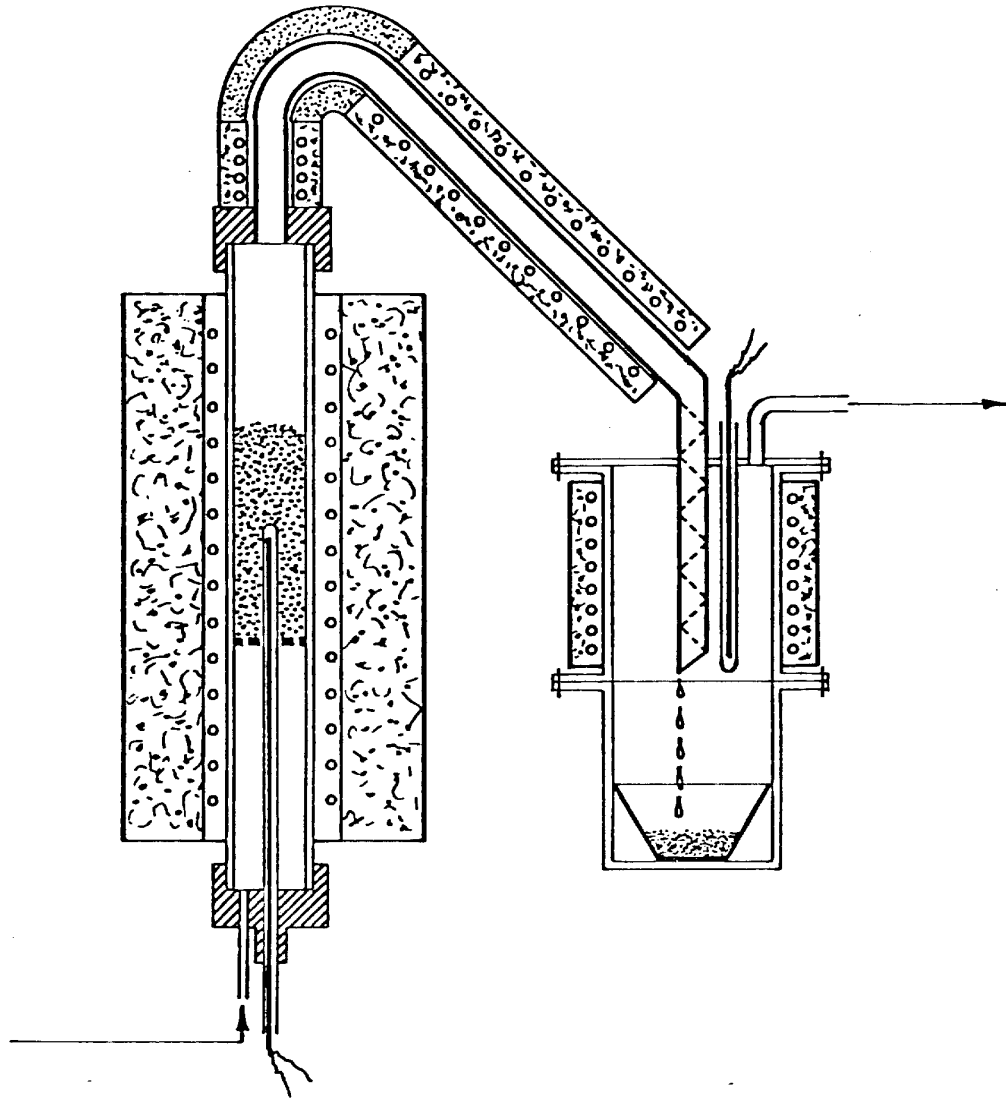


Fig.1. ESQUEMA DEL HORNO DE DESTILACION DE AZUFRE

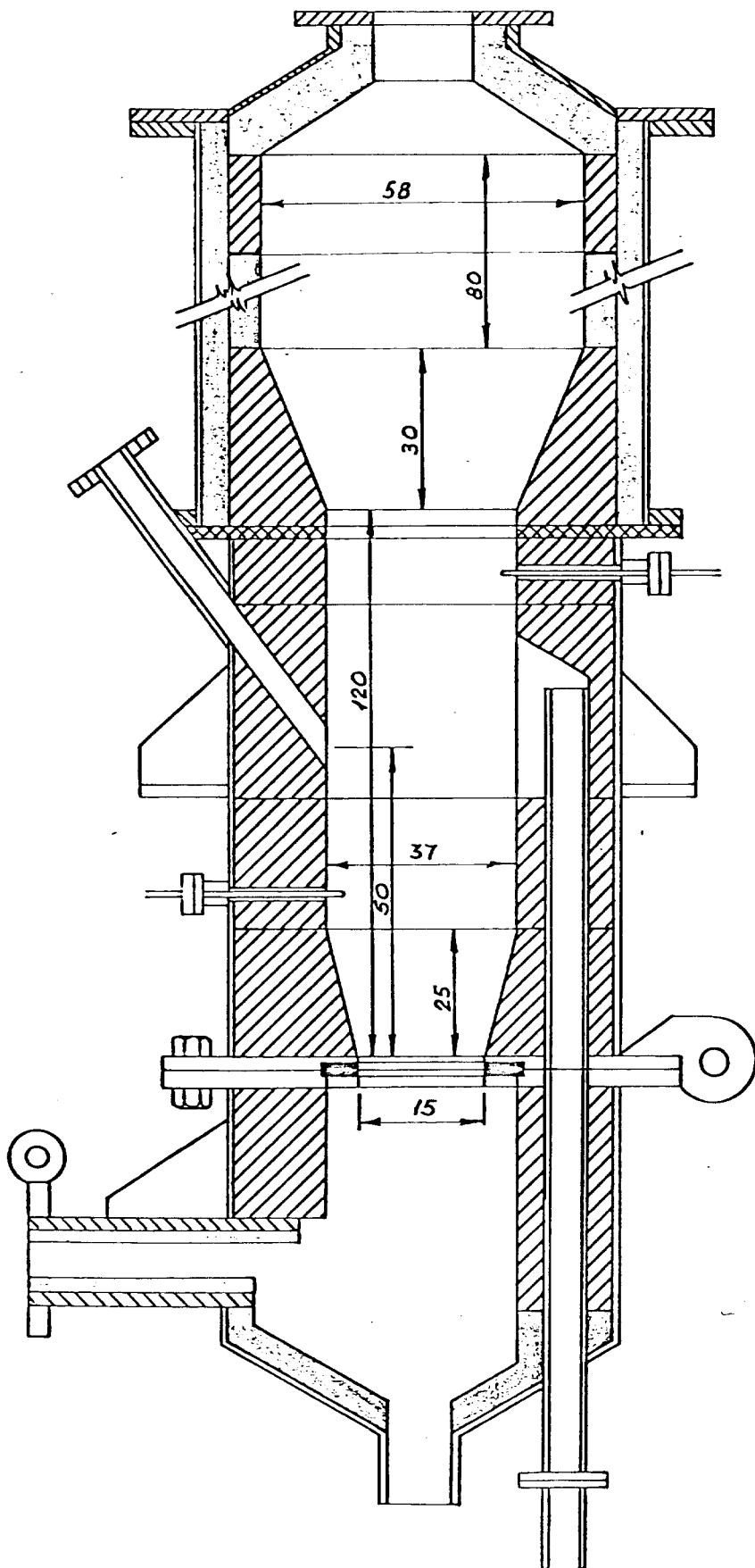


Fig. 2. ESQUEMA DEL HORNO DE LECHO FLUIDO