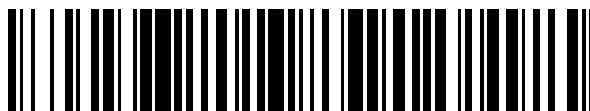


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 590 031**

51 Int. Cl.:

**C01B 17/10** (2006.01)

**C01B 17/02** (2006.01)

**C05D 9/00** (2006.01)

**C05G 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.03.2010 PCT/CA2010/000331**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.09.2010 WO10102389**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2010 E 10750275 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2016 EP 2406176**

54 Título: **Polvo de azufre micronizado y método de producción del mismo**

30 Prioridad:

**09.03.2009 CA 2657531**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**17.11.2016**

73 Titular/es:

**SULVARIS INC. (100.0%)  
6443- 2nd Street S.E.  
Calgary, AB T2H 1J5, CA**

72 Inventor/es:

**IYER, SATISH R.**

74 Agente/Representante:

**TEMIÑO CENICEROS, Ignacio**

ES 2 590 031 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Polvo de azufre micronizado y método de producción del mismo.

- 5 Esta invención se encuentra en el campo del procesamiento de minerales, y más particularmente trata de un proceso para convertir azufre aglomerado en un polvo micronizado.

## ANTECEDENTES

- 10 El azufre elemental es un ingrediente esencial en varias de las aplicaciones industriales, incluyendo en aplicaciones de fertilizantes para cultivos, fabricación de munición, y vulcanización de caucho, por nombrar algunos.

Uno de los problemas de la técnica anterior con el uso de azufre particulado en aplicaciones para fertilizante es que, al aplicarse en forma de grandes partículas de más de 100 micrómetros de tamaño, el azufre elemental es muy lento en alcanzar las raíces necesitadas de las plantas para transmitir los nutrientes requeridos. Esto se debe que el azufre, en su forma elemental original, es insoluble en agua y, por lo tanto, no puede absorberse por las raíces de las plantas. Sin embargo, las bacterias en el suelo se alimentan del azufre elemental y lo convierten en sulfato soluble en agua que se absorbe fácilmente posteriormente por las raíces de plantas.

- 20 El problema con la aplicación directa de fertilizantes de sulfato soluble en agua es que el método presenta disolución en exceso, liberación no controlada y lixiviación durante la precipitación incesante que conduce a un rendimiento insuficiente en una inversión agrícola. Sin embargo, con azufre particulado de menor tamaño, a un tamaño de partícula menor de aproximadamente 30 (<30) micrómetros, la absorción y la conversión de azufre particulado es óptima y mucho más eficaz. Al aplicarse a las plantas, el azufre micronizado finamente dividido puede proporcionar a las plantas nutrientes en la misma estación de aplicación - como tal, el azufre micronizado (<30 micrómetros) tiene un gran valor y aplicación en la industria de los fertilizantes. En base a esto, si hubiera un medio práctico y eficaz para producir grandes cantidades de partículas de azufre micronizadas esto sería de gran utilidad en la industria de los fertilizantes.
- 30 Hay también aplicación para el uso de azufre micronizado en la fabricación de munición, ya que las partículas de azufre finamente divididas entrarán en combustión con mayor eficiencia y efectividad. Se cree que el uso de una partícula de azufre micronizado finamente dimensionada consistente en la fabricación de munición, dará como resultado la fabricación de una munición de mayor calidad y más consistente.

- 35 La industria de la fabricación de neumáticos para automóviles y aviación también usa grandes cantidades de polvo de azufre fino para la vulcanización del caucho. La reacción entre el azufre y el caucho da como resultado un caucho muy duro y resistente que se puede mantener sobre un intervalo comparativamente amplio de temperatura. Por lo tanto, cuando más fino sea el polvo de azufre mejor será la reacción con el caucho y más alta será la calidad de los neumáticos producidos. En otras aplicaciones, la industria de la pintura también usa polvo de azufre muy fino como una mezcla de color. El azufre micronizado se usa ampliamente como fungicida, insecticida y pesticida, y también tiene usos medicinales para el tratamiento de dolencias de la piel en los seres humanos.

- Los procesos actuales para la producción de polvo de azufre micronizado son peligrosos e ineficientes energéticamente. El polvo de azufre micronizado se produce muy a menudo en la actualidad por la pulverización de terrones de azufre en los equipos de fresado mecánico. Particularmente, en circunstancias en las que se adquieren partículas muy finamente dimensionadas, los resultados de la molienda convencionales dependen de un consumo de energía considerable. Como tal, sería deseable desde una perspectiva económica si fuera posible determinar un método de producción de polvo de azufre micronizado que usara medios distintos de fresado mecánico o un proceso de fresado mecánico que redujera significativamente las necesidades de energía.

- 50 Otro problema con las tecnologías de fresado de hoy en día usadas para producir polvo de azufre micronizado es el riesgo de incendio y explosión y el peligro presentado por el proceso de fresado. El azufre es una sustancia inflamable y explosiva, y por su naturaleza, el fresado mecánico puede dar como resultado una exposición al riesgo de explosión. Como tal, las personas que fresan el azufre en un producto micronizado en el pasado han necesitado instalar sistemas de prevención de incendios caros para proteger al personal y prevenir accidentes. Si fuese posible encontrar un método de micronizado en azufre que enseñase el riesgo de incendio o explosión, también sería deseable sobre los métodos en la técnica anterior.

Otros inconvenientes del proceso de molienda incluyen el hecho de que el ambiente de trabajo es muy ruidoso para

el personal operativo. En cuanto a los medios de molienda y el equipo en su conjunto, la tecnología de molienda y fresado convencional requiere un mantenimiento continuo y un reemplazo de los medios regular, lo que conduce a un aumento de los costes de producción. Sería deseable una reducción de los costes de mantenimiento y los medios, así como el hecho de que si hubiese un medio de micronizado en azufre sin necesidad de molienda, la contaminación y el producto final podrían reducirse teóricamente en la medida en que los propios medios de molienda [aunque en cantidades menores] no contaminarían el producto final.

La publicación de patente GB 1119363 de Elliott, desvela un proceso para el tratamiento de azufre en el que una corriente de azufre fundido se inyecta en un recipiente de granulación por medios que desintegran el azufre en glóbulos discretos según entra. El recipiente contiene un líquido con el que el azufre es inmiscible, de tal forma que los glóbulos de azufre se reciben en primer lugar por dicho líquido en una región en la que la temperatura del mismo es sustancialmente la misma que la del azufre fundido. Los glóbulos descienden continuamente a través de las regiones del líquido de temperatura progresivamente decreciente hasta que se solidifican en perlas o gránulos, después de lo cual llegan a un punto de descarga del recipiente.

La publicación de patente US 5788896 de Bertram y col., desvela un método de producción de gránulos de azufre en el que el azufre se calienta hasta que se funde y se inyecta a presión en agua templada en movimiento. Esto causa una dispersión explosiva del azufre fundido en gránulos de azufre finos, mejorada por el movimiento del agua. Los gránulos de azufre resultantes pueden tener tamaños dentro de un amplio intervalo de 70 micrómetros a un tamaño en submicrómetros, y pueden ser gránulos esféricos de menos de 10 micrómetros.

La publicación de patente JPS5849607 de Matsumoto, desvela un método de producción de azufre atomizado en el que el polvo de azufre se añade a parafina líquida o vaselina y se calienta a 120-160 °C para hacer una solución, que después se enfría rápidamente a menos de 30 °C para dispersar las partículas de azufre atomizadas de menos de 5 micrómetros de tamaño. La parafina líquida o la vaselina se elimina por medio de un disolvente tal como hexano, y el hexano resultante entre las partículas se evapora para dar partículas de azufre atomizadas.

### **RESUMEN DE LA INVENCION**

Es un objeto de la presente invención proporcionar un método para la producción de polvo de azufre micronizado a partir de azufre aglomerado que supere los problemas de la técnica anterior.

En una primera realización, la presente invención proporciona un método para la producción de partículas de azufre micronizadas. El método comprende calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de un punto de fusión del azufre de tal forma que el material de azufre se funde y forma azufre líquido; preparar una solución dispersante mezclando un agente dispersante con disolvente en las proporciones seleccionadas; contener la solución dispersante a presión y elevar una temperatura de la solución dispersante a una temperatura aproximadamente igual a la temperatura del azufre líquido; mezclar juntos el azufre líquido y la solución dispersante para producir una suspensión de azufre emulsionada; enfriar la suspensión de azufre emulsionada a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre; eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar partículas de azufre; y secar las partículas de azufre.

En una segunda realización, la presente invención proporciona un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado. El método comprende en un recipiente abierto, calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de un punto de fusión del azufre de tal forma que el material de azufre se funde y forma azufre líquido; preparar una solución dispersante en un recipiente abierto mezclando un agente dispersante con disolvente en las proporciones seleccionadas; bombear la solución dispersante a través de un intercambiador de calor a presión para elevar la temperatura de la solución dispersante conteniendo al mismo tiempo la misma presión para mantener la solución dispersante en un estado líquido, y bombear la solución dispersante del intercambiador de calor a una cámara de mezcla presurizada; bombear el azufre líquido a la cámara de mezcla y mezclar el azufre líquido con la solución dispersante para formar una suspensión de azufre emulsionada; bombear la suspensión de azufre emulsionada fuera del homogeneizador y enfriar la suspensión de azufre emulsionada a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre; filtrar la suspensión de azufre emulsionada enfriada para eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar una torta de partículas de azufre; y secar la torta para formar el producto de polvo de azufre micronizado.

La presente invención proporciona un método potenciado o mejorado para la producción de azufre micronizado a partir de azufre aglomerado que disminuirá el consumo energético y el coste de producción del mismo sobre los métodos usados actualmente en la técnica anterior.

La presente invención proporciona un polvo de azufre micronizado creado como resultado de la emulsión de azufre fundido con una solución de agente dispersante, y la posterior recuperación de la solución de agente de dispersión del mismo, cuyo azufre micronizado proporcionará beneficios sobre el polvo de azufre producido de acuerdo con partículas de fresado convencionales.

La invención incluye un método de producción de un producto de polvo de azufre micronizado. El método de producción de polvo de azufre micronizado desvelado en el presente documento dará como resultado la producción de un producto de polvo de azufre micronizado que, hasta ahora, es difícil o imposible de producir de acuerdo con técnicas de fresado convencionales.

La primera etapa en la producción del polvo de azufre micronizado de la presente invención será la preparación de azufre fundido, en un depósito o recipiente de calentamiento del mismo tipo. El punto de fusión publicado del azufre puro es de aproximadamente 115 °C. Generalmente, la fusión de azufre industrialmente obtenida se obtiene en el intervalo de aproximadamente 115 °C a aproximadamente 150 °C. La fusión se realiza normalmente en un recipiente o contenedor similar de tal forma que puede realizarse el procesamiento adicional del azufre.

Además de la fusión del azufre, la otra etapa introductoria al método de la presente invención es la preparación de una solución dispersante para la mezcla u homogeneización con el azufre fundido. Esta etapa comprende la mezcla de uno o más agentes dispersantes con agua en una solución dispersante, que después se sobrecalienta en el mismo intervalo de temperatura del azufre fundido, es la siguiente fase en el proceso.

Dicho sobrecalentamiento de la solución dispersante se realiza en un intercambiador de calor o caldera a presiones elevadas para mantener el dispersante en forma líquida según la temperatura se eleva por encima del punto de ebullición. Pueden usarse diversos tipos de agentes dispersantes, y la concentración sólida o la densidad de la emulsión de azufre final puede verse afectada por el ajuste de la concentración de la solución dispersante.

En algunas realizaciones, se usa carboximetilcelulosa como agente dispersante. En algunas realizaciones, se usan compuestos de sulfonato de naftaleno, tal como el producto de la gama Morwet™, como un agente dispersante. En algunas realizaciones, un tensioactivo es eficaz para su uso como un agente dispersante. Los expertos en la técnica serán capaces fácilmente de determinar los agentes dispersantes que serán compatibles con el azufre y los parámetros de temperatura y presión inherentes en el proceso de la presente invención.

Tras la preparación de la solución dispersante sobrecalentada, y el azufre fundido, una etapa clave en la preparación del polvo de azufre micronizado de acuerdo con el proceso de la presente invención es la mezcla u homogeneización del azufre fundido y la solución dispersante calentada para producir una suspensión de azufre emulsionada. Pueden usarse diversos tipos de equipos de emulsificación, homogeneización o mezclado, como se entenderá por los expertos en la técnica.

Tras la preparación de la suspensión de azufre emulsionada, esa suspensión se enfriará, usando un intercambiador de calor u otro equipo similar, por debajo del punto de fusión del azufre, y por debajo del punto de ebullición de la solución dispersante. En el enfriamiento de la suspensión de azufre emulsionada de esta manera, las gotas de azufre finamente dispersado y fundido en esa emulsificación solidificarán, formando partículas de azufre sólidas de tamaño micrónico. Dicho enfriamiento también puede conseguirse sin un intercambiador de calor simplemente mediante la vaporización instantánea y el enfriamiento de la emulsión de azufre caliente a una presión inferior.

En algunas realizaciones, se producen partículas de azufre con un tamaño medio de menos de aproximadamente 100 micrómetros. En algunas realizaciones, se producen partículas de azufre con un tamaño medio de menos de aproximadamente 30 micrómetros. También pueden producirse partículas de azufre menores de 1 micrómetro de tamaño en cantidades sustanciales.

Un procesamiento adicional de la suspensión de azufre emulsionada enfriada, que en este punto contiene las partículas de azufre sólidas de tamaño micrónico, será recuperar o eliminar la solución dispersante de esa suspensión, usando una centrífuga u otro dispositivo de filtración. Esta fase del proceso producirá una torta de azufre micronizado que después, como una última etapa, puede secarse o triturarse en un polvo de azufre micronizado.

El polvo de azufre micronizado de la presente invención puede mezclarse con ingredientes adicionales en ciertas aplicaciones, y estas etapas de mezcla posteriores pueden añadirse al proceso básico de la presente invención.

El método de la presente invención dará como resultado la producción de un polvo de azufre micronizado consistente y de alta calidad que se produce con bastante menos requisitos energéticos que las técnicas de fresado de la técnica anterior. Además de un menor consumo energético, el desgaste del equipo es bastante menor, y el método de la presente invención usa un equipo comercial ampliamente disponible y no sofisticado en la producción del polvo de azufre micronizado en cuestión. El método de producción de la presente invención también es bastante más seguro que las técnicas de fresado de la técnica anterior en cuanto a probabilidad de explosión u otros daños.

Además del método novedoso de producción de polvo de azufre desvelado en el presente documento, el polvo de azufre micronizado, que es el producto del proceso de la presente invención, representa un avance en la producción de este producto sobre el estado de la técnica. El producto que se produce usando el método de la presente invención, polvo de azufre micronizado, estará compuesto por partículas de tamaño relativamente consistente y una medida en micrómetros muy pequeña. Las partículas de azufre de tamaño micrónico tienen utilidades y beneficios comerciales significativos. Además, el polvo de azufre micronizado de la presente invención será de una calidad o pureza aumentada en la medida en que las impurezas generadas del equipo de fresado no estarán presentes.

Además del polvo de azufre micronizado de la presente invención, la torta de polvo de azufre micronizado intermedia también es un producto que puede tener utilidad comercial y que se produce con significativamente menos energía y con una excelente calidad en comparación con los productos disponibles en la técnica anterior.

#### **DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

Aunque la invención se reivindica en las partes finales de la misma, se proporcionan realizaciones preferidas en la descripción detallada adjunta que pueden entenderse mejor junto con los diagramas adjuntos, donde las partes similares en cada uno de los varios diagramas se etiquetan con número iguales, y donde:

La figura 1 es un diagrama de flujo que demuestra una realización del proceso de fabricación de azufre micronizado de la presente invención;  
la figura 2 es una ilustración esquemática de una realización de un proceso de la invención.

#### **DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES ILUSTRADAS**

Como se describe en más detalle a continuación, la presente invención comprende un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado, cuyo método ofrece ventajas sobre los métodos de producción del mismo de la técnica anterior y produce un producto de polvo de azufre micronizado de una mayor calidad que los métodos de la técnica anterior.

##### **Método de producción de polvo de azufre micronizado:**

Los métodos de producción de polvo de azufre de la técnica anterior se han concentrado típicamente en procesos de fresado mecánico. El fresado mecánico de azufre aglomerado, particularmente donde el efecto deseado es fresar ese producto hasta un polvo de un tamaño de partícula pequeño, tiene muchas limitaciones, incluyendo la seguridad del proceso, así como que el fresado mecánico de esta naturaleza consume grandes cantidades de energía y es pesado para el propio equipo de fresado.

La figura 1 es un diagrama de flujo que demuestra una realización del método de producción de un producto de polvo de azufre micronizado de acuerdo con la presente invención.

En general, la primera agrupación de etapas en este proceso se dirige hacia la producción de una emulsión de azufre fundido, que tras el secado o un procesamiento adicional, dará como resultado la creación del producto de azufre en polvo deseado del tamaño de partícula deseado.

Las primeras dos etapas en el método de la figura 1 son la producción de azufre fundido y una solución dispersante en agua sobrecalentada, para el posterior mezclado. El azufre fundido se produce en un recipiente de calentamiento calentando azufre aglomerado en otro material inicial de azufre hasta por encima del punto de fusión de azufre. Esto generalmente requiere el calentamiento a una temperatura entre aproximadamente 115 y 150 °C. Pueden incluirse medios para mezclar el azufre de fusión para mejorar la velocidad de fusión cuando se desee.

La producción del azufre fundido se muestra en la Etapa 1-1 en el diagrama de flujo de la figura 1. Los tipos

específicos de equipo que pueden usarse para producir azufre fundido se entenderán por los expertos en la técnica y se contemplan todos dentro del alcance de la presente, y el equipo, usando los parámetros de proceso ajustados, que realizará el objetivo de permitir la fusión y el bombeo de azufre a presión, se contempla dentro del alcance de la presente invención.

5

La etapa 1-2 de la figura 1 muestra la segunda etapa de inicio que se realiza en el método de la presente invención, que es la preparación de una solución dispersante para mezclar con el azufre fundido. Pueden usarse diversos agentes dispersantes en la solución dispersante en cuestión, incluyendo, pero sin limitación, agentes dispersantes tales como compuestos de sulfonato de naftaleno, encontrados en Morwet™, o CMC (carboximetilcelulosa), o un tensioactivo. Otros agentes dispersantes serán compatibles con el método de la invención, y los expertos en la técnica serán capaces de determinar fácilmente los dispersantes que son útiles.

La relación o proporción del agente dispersante que se va añadir en volumen con respecto a agua para formar la solución dispersante que se prepara en la práctica del presente método variará, dependiendo del resultado deseado del método. Dependiendo del contenido de sólidos deseado en la solución homogeneizada producida tras la mezcla de la solución dispersante con el azufre fundido, y las características del agente dispersante específico usado en la solución dispersante, la relación o volumen de agente dispersante añadirse en la producción de la solución se ajustará de forma correspondiente. La relación también puede depender de la potencia del agente dispersante.

En el caso específico, por ejemplo, del uso de carboximetilcelulosa o compuesto de sulfonato de naftaleno como el agente dispersante, se contempla que la relación deseable para el uso de ese agente dispersante en la producción de solución dispersante para su uso en el proceso de la presente invención estará entre aproximadamente el 0,001 % a aproximadamente el 10 %, o entre aproximadamente 1 a aproximadamente 100 partes por mil en volumen (v/v). Se entenderá que la relación de agente dispersante usado dependerá del resultado deseado del proceso (por ejemplo, el tamaño de partícula deseado), así como las características del agente particular en cuestión, y que todos estos ajustes o modificaciones al proceso se contemplan dentro del alcance de la presente invención.

Tras mezclar el agua con el agente o agentes dispersantes que se seleccionan, la solución dispersante se sobrecalienta a presión, usando intercambios de calor, calderas, un generador de agua caliente u otro equipo de calentamiento que se entenderá y se conocerá por los expertos en la técnica, que realizarán el objetivo de permitir el calentamiento de la solución dispersante a presión a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 115 °C - 150 °C.

En la práctica, un recipiente de reacción capaz de operar en el intervalo de aproximadamente 25 (172,37 kPa) a aproximadamente 80 psi (551,58 kPa), es eficaz para permitir el calentamiento de una solución dispersante sustancialmente acuosa a una temperatura de entre aproximadamente 115 °C a aproximadamente 150 °C, manteniendo al mismo tiempo sustancialmente la solución dispersante en forma líquida. Dependiendo de la naturaleza química de la solución dispersante, se requerirá más o menos presión para mantener el dispersante como un líquido cuando se pone en contacto con el azufre fundido en el recipiente a presión de homogeneización (o recipiente de reacción). Los expertos en la técnica serán capaces de determinar fácilmente la presión apropiada requerida para mantener los componentes del proceso en una fase sustancialmente líquida, dentro del intervalo de temperatura deseado.

Con fines de demostración, el sobrecalentamiento a presión de la solución dispersante se muestra en la figura 1 en la Etapa 1-3. En cuando a la temperatura específica de la solución dispersante calentada, la solución dispersante se calienta óptimamente a la misma temperatura que el azufre fundido.

La siguiente etapa en el proceso, mostrado en la Etapa 1-4, es la mezcla del azufre fundido y la solución dispersante calentada para producir una suspensión de azufre emulsionada. La mezcla del azufre fundido y la solución dispersante calentada en una suspensión de azufre emulsionada puede hacerse usando diversos equipos de la técnica anterior. Diversos tipos de equipos de homogeneización usando medios mecánicos o por aplicación de presión se entenderán por los expertos en la técnica -- por ejemplo, esta etapa puede realizarse usando un homogeneizador de tipo disco mecánico de rotación rápida, o equipos de emulsificación de tipo de atomización por boquilla a alta presión. El resultado de esta etapa será la homogeneización o emulsificación de gotas de azufre fundido diminutas en la solución dispersante, produciendo una suspensión de azufre emulsionada. Variando la velocidad del aparato de mezcla, o el tamaño/presión del atomizador, el proceso puede optimizarse para producir partículas de un cierto tamaño medio, o de un cierto tamaño máximo o mínimo.

Tras la descarga del equipo de emulsificación u homogeneización, la suspensión de azufre emulsionada se enfría, en un intercambiador de calor u otro equipo similar, por debajo del punto de fusión o ebullición del azufre. Específicamente, se contempla el enfriamiento de la suspensión de azufre emulsionada por debajo de 100 °C para un procesamiento adicional. La emulsión de azufre caliente también puede enfriarse simplemente evaporizándola instantáneamente a una presión inferior dentro de un recipiente.

Al enfriar la suspensión de azufre emulsionada de esta manera, las gotas de azufre fundido finamente dispersadas en esa emulsificación solidificarán, formando partículas de azufre sólidas de tamaño en micrómetros. La emulsión de azufre enfriada en este punto también será muy estable y puede almacenarse de esta forma antes de un procesamiento adicional con sólo una mezcla o agitación suave.

Un procesamiento adicional de la suspensión de azufre emulsionada, una vez enfriada, para producir una torta o polvo de azufre micronizado, puede realizarse de nuevo usando un equipo fácilmente disponible. Se contempla específicamente que la siguiente etapa en este proceso será recuperar o eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada usando un dispositivo de filtración, tal como un filtro mecánico, decantador o centrífuga. Esto se muestra en la Etapa 1-6 en la Figura 1. Esto dará como resultado la separación de las partículas de azufre micrónicas finamente dispersada, creadas durante el proceso de emulsificación, de la solución dispersante que se creó inicialmente en la Etapa 1-2 y se mezcló con el azufre fundido.

La recuperación de la solución dispersante del azufre particulado creado para permitir el reciclaje de la solución dispersante o la realimentación de la solución dispersante en un proceso operado continuamente, o la solución dispersante recuperada también puede almacenarse en un depósito para un uso posterior o reutilización en un proceso operado por lotes.

También se entenderá que la solución dispersante, una vez eliminada de la suspensión de azufre emulsionada, puede desecharse, pero tanto desde la perspectiva ambiental así como en cuanto a la economía del procesamiento lotes posterior se contempla que la solución dispersante puede reutilizarse una vez recuperada, quizá con el ajuste o reconstitución de esa solución dispersante con la adición de agua o agentes dispersantes adicionales para reconstituirla a los parámetros apropiados.

Tras la separación de la suspensión de azufre emulsionada, mediante la eliminación de la solución dispersante de las partículas de azufre micronizadas creadas en la misma, el producto remanente será una torta de azufre micronizado constituida por partículas de azufre homogéneas cuyo tamaño puede ajustarse o determinarse durante la etapa de emulsificación del proceso, mostrado en 1-4, ajustando los parámetros operativos del equipo de emulsificación que se está usando.

En algunas realizaciones, el tamaño de partícula producido se determinará por los parámetros del proceso, por ejemplo, pero sin ser limitante, la velocidad de la mezcla, el tiempo de mezcla, las características físicas de las palas usadas en un aparato de mezcla, la presión de la mezcla, la temperatura de la mezcla, etc. En algunas realizaciones, el proceso puede realizarse para seleccionar partículas de un cierto tamaño medio, por ejemplo, partículas de aproximadamente 100 micrómetros, o en algunas realizaciones partículas de aproximadamente 30 micrómetros o menos.

En algunas realizaciones, la manipulación postprocesamiento, por ejemplo, la usada de mallas definidas, puede usarse para enriquecer adicionalmente las partículas de un cierto tamaño máximo o mínimo. Las partículas no retenidas se devolverán al proceso para su refundición y reprocesamiento de acuerdo con el método de la invención. Por lo tanto, en algunas realizaciones, puede obtenerse un producto de azufre micronizado que tenga el 95 % de las partículas menores de 100 micrómetros de tamaño. En algunas realizaciones, puede obtenerse de forma similar un producto de azufre micronizado que tenga el 95 % de las partículas menores de 30 micrómetros de tamaño.

La propia torta de azufre micronizado puede ser un producto recuperado para un uso industrial particular, pero en la medida en que se contempla principalmente que la torta de azufre micronizado forma un intermedio adicional que debe procesarse finamente en polvo, la etapa final en la realización del proceso de la figura 1, para producir un polvo de azufre micronizado, es secar la torta de azufre, usando un equipo de secado convencional, para obtener polvo de azufre micronizado seco. Esta etapa de secado se muestra en la figura 1 en 1-7.

El polvo de azufre micronizado recuperado del proceso de la presente invención puede envasarse o almacenarse para su uso de esta forma, o puede mezclarse con ingredientes adicionales. La mezcla del polvo de azufre micronizado en cuestión con otros ingredientes dependiente de su uso final será de nuevo una técnica convencional

o usará un equipo convencional, como se entenderá por un experto en la técnica y, sobre esa base, los detalles de una etapa de mezcla se contemplan dentro del alcance de la presente.

5 Como se describe, el tamaño de partícula en la torta de azufre recuperada en la separación de la suspensión de azufre emulsionada puede controlarse y ajustarse ajustando el funcionamiento del equipo homogeneizador usado en la Etapa 1-4. De forma similar, el contenido de sólidos deseable de la suspensión de azufre emulsionada, entre el 0,001 % al 85 %, puede controlarse variando la cantidad de dispersante en la solución. La invención reivindicada usa equipos disponibles en el mercado, reduciendo de esta manera los costes operativos y de mantenimiento de la maquinaria. Los expertos en la técnica entenderán que pueden usarse muchos tipos de equipos o modificaciones de  
10 equipos en diferentes fases de producción o entornos para implementar o realizar el método de la presente invención.

### Un proceso de ejemplo

15 La figura 2 ilustra esquemáticamente una realización de un método de la presente invención para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado. El método comprende calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de un punto de fusión del azufre de tal forma que el material de azufre se funde y forma azufre líquido. El punto de fusión del azufre es de aproximadamente 115 °C y el azufre puede calentarse a más temperatura, tal como a 150 °C o incluso 200 °C. Esto puede realizarse colocando el material de azufre sólido en un  
20 recipiente de azufre abierto 1 y calentando el material con un medio de calentamiento 3, tal como circulación de vapor o aceite, o similar, como se conoce en la técnica.

La solución dispersante se prepara mezclando un agente dispersante con disolvente en las proporciones seleccionadas en un recipiente de dispersante abierto 5. Los expertos en la técnica reconocerán que pueden usarse  
25 muchos productos como un agente dispersante, por ejemplo, un compuesto de sulfonato de naftaleno, tal como se encuentra en la gama de productos Morwet™, hecho por Akzo Nobel, o carboximetilcelulosa, o un tensioactivo, a una proporción adecuada, tal como 1 y 100 partes por mil en volumen de la solución dispersante. Típicamente, se contempla que el disolvente será agua, pero también pueden usarse otros disolventes.

30 Por ejemplo, se ha descubierto que el uso de Morwet™ D-425 en aproximadamente el 0,5 al 1,5 % en peso con un disolvente de agua produce una solución dispersante satisfactoria, y da como resultado un tamaño de partícula de azufre de aproximadamente 30 micrómetros.

La solución dispersante está contenida a presión y se calienta a una temperatura aproximadamente igual a la  
35 temperatura del azufre líquido. En la realización ilustrada de la figura 2, la solución dispersante se bombea del recipiente de dispersante 5 a través de un intercambiador de calor a presión 7 para elevar la temperatura de la solución dispersante conteniendo al mismo tiempo la misma presión para mantener la solución dispersante en un estado líquido. La presión requerida para mantener la solución dispersante en forma líquida dependerá de la temperatura a la que el dispersante se calienta y la presión puede variar en cualquier parte entre 20 psi (137,90 kPa)  
40 a 200 psi (1,38 MPa).

La solución dispersante a la temperatura deseada sale del intercambiador de calor 7 a una cámara de mezcla presurizada 9 a través de un conducto de dispersante 11. El azufre líquido se bombea del recipiente de azufre 1 a la  
45 cámara de mezcla 9 a través de un conducto de azufre 13 y se mezcla con la solución dispersante para producir una suspensión de azufre emulsionada.

Para una mezcla minuciosa, la cámara de mezcla 9 puede proporcionarse por un homogeneizador, por ejemplo, un homogeneizador de tipo disco mecánico de agitación rápida, o un homogeneizador de tipo atomización por boquilla a alta presión. En la realización ilustrada, la cámara de mezcla del homogeneizador 9 tiene un puerto de entrada 15,  
50 y el azufre líquido y la solución dispersante se bombean juntos al puerto de entrada 15. El conducto de dispersante 11 y el conducto de azufre 13 se conectan en una conexión en T y después entran juntos en la cámara de mezcla 9 en las proporciones seleccionadas conseguidas coordinando el volumen bombeado de cada uno de los recipientes 1 y 5.

55 En el ejemplo ilustrado, el azufre estaba presente en la suspensión de azufre emulsionada en aproximadamente el 65-70 % en peso. El contenido de azufre ha sido tal alto como del 85 % en peso, sin embargo, la fluidez de la solución ha sido problemática. Un mayor contenido de azufre da como resultado una solución dispersante reducida y, por lo tanto, reduce los costes operativos.



La proporción de agente dispersante en la solución dispersante estará relacionada con la proporción de azufre que puede estar presente en la suspensión de azufre emulsionada para unos resultados satisfactorios.

5 La suspensión de azufre emulsionada, aún bajo presión, sale de la cámara de mezcla del homogeneizador 9 y se enfría a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre, es decir, por debajo de aproximadamente 115 °C. En la realización ilustrada, la solución de azufre emulsionada se enfría bombeando la solución de azufre emulsionada a un recipiente abierto 19 a presión atmosférica de tal forma que la vaporización del disolvente en la solución dispersante causa el enfriamiento. También puede proporcionarse un enfriamiento adicional con intercambiadores de calor o similares.

10 Después, la solución dispersante se elimina de la suspensión de azufre emulsionada para dejar partículas de azufre. En la realización ilustrada de la figura 2, la suspensión de azufre emulsionada enfriada se filtra para eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar una torta de partículas de azufre. Se usa un filtro continuo, tal como un filtro de cinta 21, de tal forma que el proceso es continuo.

15 Las partículas de azufre en torta 23 se secan con un secador 25 para formar el producto de polvo de azufre micronizado 27.

20 La solución dispersante eliminada de la suspensión de azufre emulsionada puede procesarse de nuevo a la proporción seleccionada de agente dispersante y disolvente en una etapa de proceso 29 y después devolverse al recipiente de dispersante 5 para reutilizarse.

También se contempla que puede ser posible que el material de azufre sólido y la solución dispersante puedan mezclarse entre sí y después calentarse a la temperatura por encima de un punto de fusión del azufre, y mezclarse  
25 juntos para producir una suspensión de azufre emulsionada después de que se haya fundido el material de azufre sólido.

**Producto de polvo de azufre micronizado:**

30 El propio producto de polvo de azufre, como un producto de polvo de azufre micronizado en el que el 95 % de la partículas en la torta seca son menores de aproximadamente 100 micrómetros o menores de aproximadamente 30 micrómetros de tamaño, como se hace con el presente proceso, no forma parte de la técnica anterior.

35 Sin embargo, el producto de polvo de azufre de un tamaño en micrómetros sistemáticamente bajo producido de acuerdo con el método de la presente invención posee varios beneficios funcionales y económicos sobre los productos de polvo de azufre producidos usando los métodos de fresado de la técnica anterior.

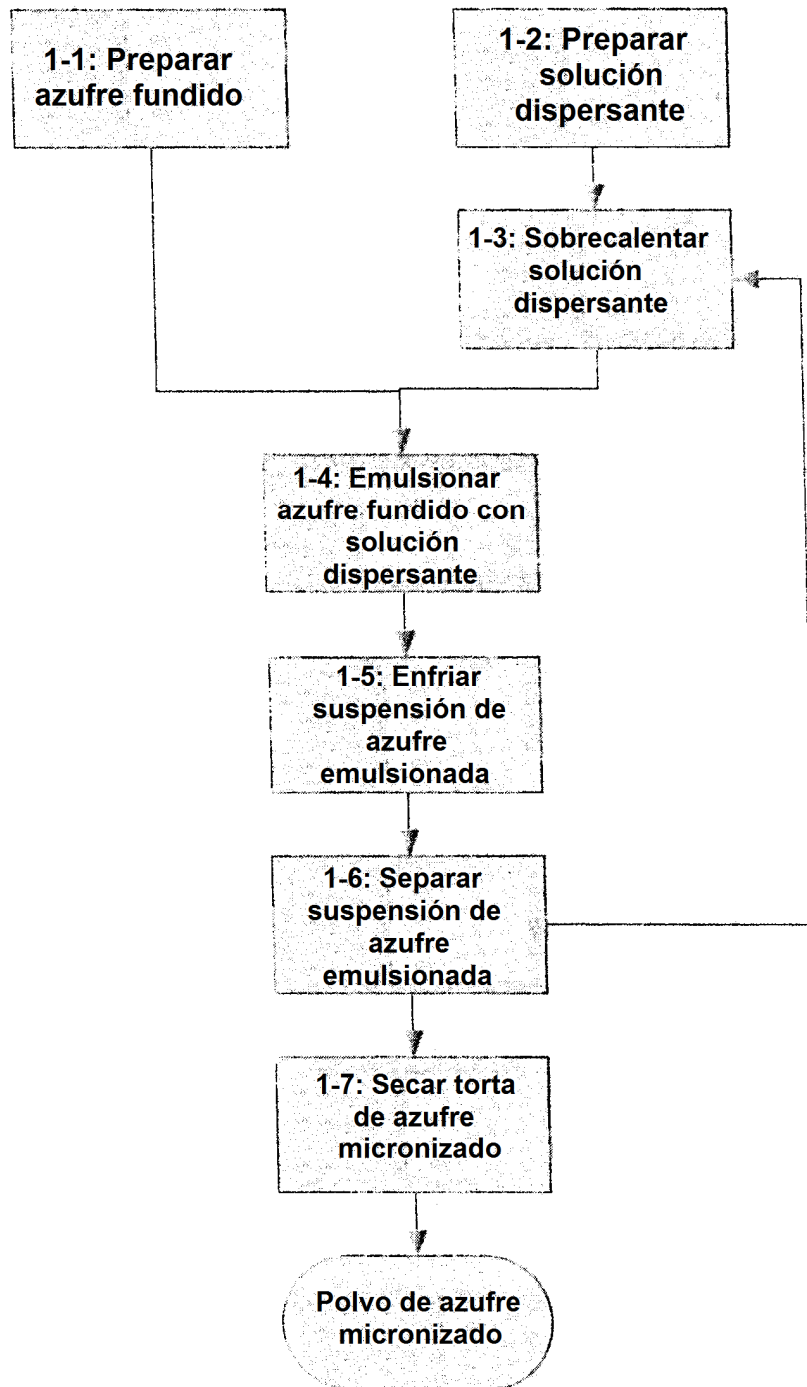
40 Lo anterior se considera únicamente como ilustrativo de los principios de la invención. Además, dado que se producirán fácilmente numerosos cambios y modificaciones por los expertos en la técnica, no se desea limitar la invención a la construcción y operación exactas que se muestran y se describen y, por lo tanto, todos estos cambios o modificaciones adecuados en la estructura o funcionamiento a los que puede recurrirse pretenden estar dentro del alcance de la invención reivindicada.

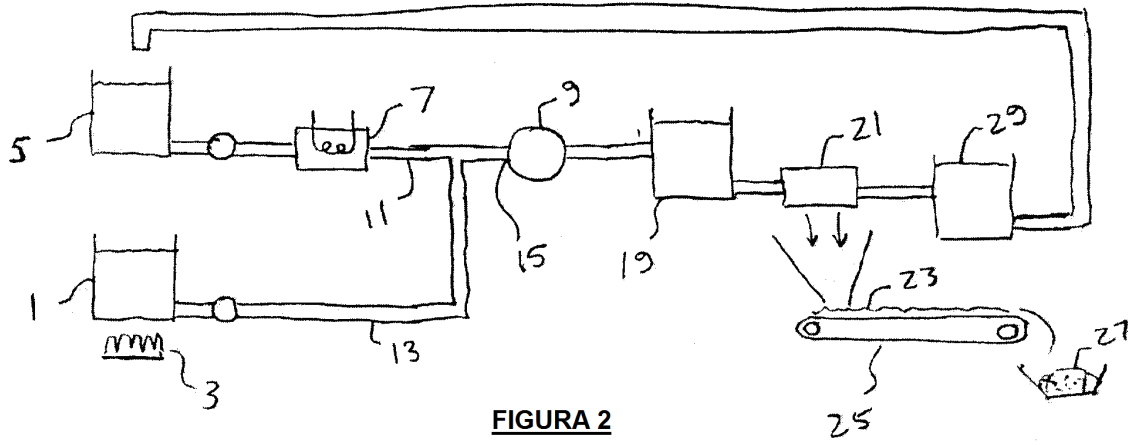
**REIVINDICACIONES**

1. Un método para la producción de partículas de azufre micronizadas, comprendiendo el método:
  - 5 calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de un punto de fusión del azufre de tal forma que el material de azufre se funde y forma azufre líquido; preparar una solución dispersante mezclando un agente dispersante con disolvente en las proporciones seleccionadas;
  - 10 contener la solución dispersante a presión y elevar una temperatura de la solución dispersante a una temperatura aproximadamente igual a la temperatura del azufre líquido; mezclar juntos el azufre líquido y la solución dispersante para producir una suspensión de azufre emulsionada;
  - 15 enfriar la suspensión de azufre emulsionada a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre; eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar partículas de azufre; y secar las partículas de azufre.
2. El método de la reivindicación 1, que comprende calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de aproximadamente 115 °C.
- 20 3. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que el agente dispersante es uno de un compuesto de sulfonato de naftaleno, carboximetilcelulosa, y un tensioactivo.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el agente dispersante está presente en entre 1 y 100 partes por mil en volumen de la solución dispersante.
- 25 5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la solución dispersante se prepara en un recipiente abierto y se bombea a través de un intercambiador de calor a presión para elevar la temperatura de la solución dispersante conteniendo al mismo tiempo la misma presión para mantener la solución dispersante en un estado líquido, y del intercambiador de calor a una cámara de mezcla a presión.
- 30 6. El método de la reivindicación 5, en el que el azufre líquido se bomba a la cámara de mezcla y se mezcla con la solución dispersante para formar la suspensión de azufre emulsionada.
7. El método de la reivindicación 6, en el que la cámara de mezcla comprende un homogeneizador.
- 35 8. El método de la reivindicación 7, en el que el homogeneizador tiene un puerto de entrada, y en el que el azufre líquido y la solución dispersante se bombean al puerto de entrada juntos en las proporciones seleccionadas.
- 40 9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en el que la suspensión de azufre emulsionada sale del homogeneizador y se enfría a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre.
10. El método de la reivindicación 9, en el que la solución de azufre emulsionada se enfría bombeando la solución de azufre emulsionada a un recipiente abierto a presión atmosférica de tal forma que la vaporización del disolvente en la solución dispersante causa el enfriamiento.
- 45 11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10, en el que la suspensión de azufre emulsionada enfriada se filtra o se centrifuga para eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar una torta de partículas de azufre.
- 50 12. El método de la reivindicación 11, en el que la suspensión de azufre emulsionada enfriada se filtra con un filtro continuo, de tal forma que el proceso es continuo.
13. El método de la reivindicación 12, en el que el filtro continuo comprende un filtro de cinta.
- 55 14. El método de la reivindicación 1, en el que el material de azufre sólido y la solución dispersante se mezclan entre sí y después se calientan a la temperatura por encima de un punto de fusión del azufre, y se mezclan juntas para producir una suspensión de azufre emulsionada después de que se haya fundido el material de azufre sólido.

15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-14, en el que la solución dispersante eliminada de la suspensión de azufre emulsionada se procesa de nuevo a la proporción seleccionada de agente dispersante y el disolvente y se usa otra vez.
- 5 16. Un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado, comprendiendo el método:
- 10 en un recipiente abierto, calentar el material de azufre sólido a una temperatura por encima de un punto de fusión del azufre de tal forma que el material de azufre se funde y forma azufre líquido;
- preparar una solución dispersante en un recipiente abierto mezclando un agente dispersante con disolvente en las proporciones seleccionadas;
- 15 bombear la solución dispersante a través de un intercambiador de calor a presión para elevar la temperatura de la solución dispersante conteniendo al mismo tiempo la misma presión para mantener la solución dispersante del intercambiador de calor a una cámara de mezcla presurizada;
- bombear el azufre líquido a la cámara de mezcla y mezclar el azufre líquido con la solución dispersante para formar una suspensión de azufre emulsionada;
- 20 bombear la suspensión de azufre emulsionada fuera del homogeneizador y enfriar la suspensión de azufre emulsionada a una temperatura por debajo del punto de fusión del azufre;
- filtrar la suspensión de azufre emulsionada enfriada para eliminar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionada para dejar una torta de partículas de azufre; y
- secar la torta para formar el producto de polvo de azufre micronizado.
17. El método de la reivindicación 16, en el que la cámara de mezcla comprende un homogeneizador.
- 25 18. El método de la reivindicación 17, en el que el homogeneizador tiene un puerto de entrada, y en el que el azufre líquido y la solución dispersante se bombean juntos al puerto de entrada en las proporciones seleccionadas.
- 30 19. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 16-18, en el que la solución de azufre emulsionada se enfría bombeando la solución de azufre emulsionada a un recipiente abierto a presión atmosférica de tal forma que la vaporización de la solución dispersante causa el enfriamiento.
20. El método de la reivindicación 16, en el que la suspensión de azufre emulsionada enfriada se filtra con
- 35 un filtro de cinta continuo, de tal forma que el proceso es continuo.
21. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-20, en el que el tamaño de partícula de azufre promedio es menor de aproximadamente 100 micrómetros.
- 40 22. El método de la reivindicación 21, en el que el tamaño de partícula de azufre promedio es menor de aproximadamente 30 micrómetros.

Figura 1:





**FIGURA 2**