

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 793**

51 Int. Cl.:

C21C 7/00 (2006.01)

C22B 9/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.04.2010 PCT/FR2010/050712**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.10.2010 WO10119223**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2010 E 10723666 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017 EP 2419543**

54 Título: **Polvo para hilo tubular con azufre, hilo tubular y procedimiento de fabricación un hilo tubular que lo utiliza**

30 Prioridad:

16.04.2009 FR 0952481

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

18.12.2017

73 Titular/es:

**AFFIVAL (100.0%)
70 rue de l'Abbaye
59730 Solesmes, FR**

72 Inventor/es:

**POULALION, ANDRÉ;
GERARDIN, SÉBASTIEN y
MORESCHI, VINCENT**

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 646 793 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 para hilo tubular con azufre, hilo tubular y procedimiento de fabricación un hilo tubular que lo utiliza

- 5 **[0001]** La invención se refiere al ámbito de la metalurgia, y más precisamente a los hilos tubulares mediante los cuales se realizan adiciones de azufre en los baños de metal líquido, en concreto de acero y de aleaciones metálicas.
- 10 **[0002]** El hilo tubular de polvo de azufre se inyecta en el acero líquido para mejorar el mecanizado del acero final favoreciendo la formación de virutas quebradizas que se evacúan más rápidamente durante el mecanizado de las piezas. El azufre reduce, además, el desgaste de las herramientas de corte por efecto de lubricación procurado por las inclusiones no metálicas que lo contienen y mejora el estado de superficie de estas herramientas. El documento JP52101621 describe dicho procedimiento. La adición por hilo tubular permite obtener una precisión satisfactoria sobre la cantidad de azufre añadido, en concreto si esta debe ser relativamente débil respecto de la
15 masa total del metal líquido en cuestión.
- 20 **[0003]** Dicho hilo tubular está compuesto de una envoltura metálica que contiene un polvo a base de azufre compactado. La fabricación de este hilo, como la de los hilos tubulares que contienen otros tipos de aditivos como el sílico calcio, puede comenzar clásicamente por un flujo gravitacional de azufre pulverulento sobre una banda metálica en desplazamiento. La banda debe tener una composición compatible con la del metal que hay que adicionar. Es de acero cuando el azufre debe añadirse a un baño de acero líquido. A continuación la banda se suelda o dobla sobre ella misma mediante un dispositivo con rodillos, para obtener un hilo tubular que a continuación se calibra al diámetro deseado. Se conocen otros procedimientos de preparación de hilo tubular, algunos de los cuales utilizan técnicas de extrusión y de laminado en frío.
25
- [0004]** La invención se aplica prioritariamente a los hilos fabricados mediante perfilado mecánico, pero a priori no se excluye utilizar el polvo según la invención que se va a describir para fabricar hilos tubulares por otros métodos.
- 30 **[0005]** La fabricación del hilo tubular hace intervenir varios de tipos de esfuerzos mecánicos, en concreto esfuerzos de cizalladura. El polvo de azufre sufre deformaciones diversas durante la fabricación del hilo, en función de sus características mecánicas intrínsecas. Mediante la aplicación de estos esfuerzos, el polvo se densifica en frío en diversos gradientes.
- 35 **[0006]** El origen y los procedimientos de extracción del azufre son muy diversos (extracción en el estado nativo, a partir de minerales, de productos petrolíferos, etc.). El azufre existe en diferentes variedades alotrópicas cristalizadas, en concreto el azufre ortorrómbico α y monoclínico β . El azufre que compone el hilo tubular utilizado en metalurgia, en concreto para el acero y las aleaciones ferrosas, tiene clásicamente una pureza superior al 95 %, generalmente superior al 98 %, incluso al 99,5 %. Un hilo tubular de polvo de azufre tiene clásicamente un diámetro
40 externo de 5 a 25 mm y un grosor de envoltura de 0,1 a 2 mm.
- [0007]** El polvo de azufre contenido en el hilo tubular sale de varias operaciones de triturado. Resulta de un reparto granulométrico propio del procedimiento industrial de obtención de polvos.
- 45 **[0008]** Para el usuario es interesante que la masa lineal del azufre contenido en el hilo tubular sea lo más elevada posible. De hecho, el aumento de la masa lineal del hilo tubular aporta al usuario varias ventajas técnico-económicas:
- un ahorro sustancial de los costes de fabricación del hilo tubular, por tanto de su precio de compra;
 - 50 – un ahorro de los gastos de logística durante el transporte del hilo tubular;
 - un ahorro del espacio de almacenamiento de las bobinas de hilo tubular;
 - una mejor difusión del material contenido en el hilo tubular dentro del metal líquido gracias a la presencia de partículas finas;
 - una limitación de la adición de gas inyectado en el interior de los baños de metales líquidos para realizar la
55 agitación del baño favoreciendo la dilución de los aditivos;
 - una ausencia de agente de ligado y/o de lubricación del material de origen.
- [0009]** A día de hoy, según lo que sabe el solicitante, la optimización del llenado del hilo tubular no ha sido objeto de trabajos específicos. Cada hilo tubular comercial presenta por tanto una masa lineal que es resultado del

procedimiento de fabricación y las características físicas iniciales de los polvos.

[0010] El objeto de la invención es proponer un procedimiento de fabricación de hilo tubular con azufre que permite una optimización de la masa lineal del hilo tubular.

5

[0011] A estos efectos, la invención tiene por objeto un polvo para hilo tubular según la reivindicación 1.

[0012] Según unos modos particulares, el polvo presenta una o varias de las características que corresponden a las reivindicaciones 2 a 4.

10

[0013] La invención también tiene por objeto un hilo tubular según la reivindicación 5.

[0014] Según un modo particular, el hilo tubular presenta las características que corresponden a la reivindicación 6.

15

[0015] La invención también tiene por objeto un procedimiento según la reivindicación 7.

[0016] Según un modo particular, el procedimiento presenta las características que corresponden a la reivindicación 8.

20

[0017] Como se habrá comprendido, la invención se basa en una constitución particular del polvo, porque este posee un reparto granulométrico preciso, resultante o puede resultar de una mezcla en proporciones determinadas de dos poblaciones granulométricas definidas y diferenciadas, incluso si no queda estrictamente excluido que a veces estas puedan presentar un cierto recubrimiento.

25

[0018] El interés de la invención es introducir un máximo de masa de polvo en el interior de este hilo tubular, con sección constante. Esto permite reducir la porosidad intergranular de la mezcla compacta final.

[0019] Un conjunto granular puede caracterizarse por su capacidad para la reordenación o tras un flujo o una vibración. Este conjunto se reordena más o menos bien, en función de las características físicas de las partículas y del lecho de partículas: el tamaño de partícula, la densidad verdadera del material pulverulento, la morfología de las partículas, la compresibilidad del conjunto granular, el reparto por tamaño de las partículas.

30

[0020] La calidad de apilamiento granular tras un flujo y/o una vibración influye en el nivel de llenado del hilo tubular. La reordenación granular es más o menos aleatoria. Depende principalmente de la morfología, del tamaño y del aspecto de superficie de las partículas. La innovación aportada por la invención consiste en la optimización y la mejora de este apilamiento para obtener el mejor nivel de llenado posible al mismo tiempo que se conservan las características mecánicas finales del hilo. Asimismo hay que tener en cuenta las propiedades intrínsecas del material de llenado, que hacen que este reaccionará de forma particular a los esfuerzos a los que será sometido durante la fabricación del hilo, en concreto durante las etapas de cierre y de soldado o perfilado de la envoltura. Por esta razón en concreto, el problema de la optimización de la masa lineal del hilo tubular final no puede tener una única solución, válida para cualquier tipo de material de llenado. Esta optimización debe ajustarse finamente en función de la naturaleza exacta del material.

35

40

[0021] Mediante una sucesión de experimentos y de diferentes análisis de los resultados obtenidos, los inventores han determinado el que piensan que es el mejor reparto granulométrico para un llenado óptimo del hilo tubular mediante partículas de azufre. Este reparto granulométrico desarrolla un apilamiento denso, al tiempo que procura un flujo cómodo del lecho de polvo durante el depósito del polvo sobre la banda metálica en la fabricación del hilo. La colabilidad de este conjunto granular se caracteriza por el índice de Hausner y el índice de compresibilidad.

45

50

[0022] La compresibilidad de un medio granular está relacionada con las propiedades de flujo, porque es representativa de las fuerzas intergranulares y por tanto, indirectamente de la cohesión del medio. Cuanto más importantes sean las fuerzas interparticulares, más posibilidades tendrá el medio de comprimirse con la condición de que los choques aplicados sean lo suficientemente enérgicos.

55

[0023] El índice de compresibilidad está determinado por la relación de las densidades aireada y compactada:

$$\text{Compresibilidad} = (\rho_{\text{compactada}} - \rho_{\text{aireada}}) / \rho_{\text{compactada}}$$

donde:

- 5 $\rho_{\text{compactada}}$ es la masa volumétrica aparente compactada;
 ρ_{aireada} es la masa volumétrica aparente no compactada.

10 **[0024]** El índice de Hausner I_H , siempre superior a 1, aumenta cuando la velocidad de flujo disminuye, por tanto cuando las fricciones interparticulares se amplifican. Es sensible a la morfología, al aspecto, al tamaño, a la densidad del polvo y a la humedad residual. Está definido por:

$$I_H = \rho_{\text{compactada}} / \rho_{\text{aireada}}$$

15 **[0025]** Durante una reordenación granular aleatoria tras el flujo gravitacional resulta una reducción de la porosidad intergranular.

[0026] Las poblaciones granulométricas que componen la mezcla que resulta de la invención se definen como se indica a continuación:

- 20 – $1 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 340 \mu\text{m}$;
 – $200 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 2000 \mu\text{m}$;
 – $500 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 2900 \mu\text{m}$

[0027] Una variante preferente de esta mezcla está definida por:

- 25 – $20 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 300 \mu\text{m}$;
 – $800 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 1900 \mu\text{m}$;
 – $2000 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 2700 \mu\text{m}$.

30 **[0028]** La masa volumétrica en el estado compacto que resulta de este conjunto granular es del orden de 1,0 a 1,70 g/cm³. La morfología de las partículas de azufre puede ser esférica o redondeada, de tipo aguja, fibra o poliédrica. La tasa de compactación en este hilo tubular habitualmente es del orden del 75 al 80 %, mientras que en la invención se alcanza una tasa de compactación de al menos el 85 %.

35 **[0029]** Preferentemente, este polvo se obtiene mediante una asociación optimizada de varias poblaciones granulométricas distintas de las partículas de azufre con una pureza de al menos el 95 %, preferentemente superior al 98 %, cuyos tamaños están comprendidos en el intervalo [0 - 5000 μm], aplicado al hilo tubular. Esta asociación es una mezcla homogénea de diversas proporciones máxicas precisas, de cada población, obtenida de forma clásica con ayuda de un dispositivo de removido granular en cuba giratoria. Los repartos granulométricos de las poblaciones de la invención están definidos por los índices d_{10} , d_{50} , d_{90} .

- 40 – el índice d_{10} define el diámetro equivalente para el cual el valor de la distribución acumulada es del 10 % en masa;
 – el índice d_{50} define el diámetro equivalente para el cual el valor de la distribución acumulada es del 50 % en masa;
 45 – el índice d_{90} define el diámetro equivalente para el cual el valor de la distribución acumulada es del 90 % en masa.

[0030] A partir de mezclas de estas poblaciones granulométricas se obtiene típicamente un aumento del nivel de llenado que varía del 10 al 70 % de la masa linear respecto de un hilo de mismo diámetro que utilice el mismo envoltorio y fabricado en las mismas condiciones con ayuda de una sola de estas poblaciones. La tasa de compactación de estos hilos tubulares de azufre tras la fabricación del hielo es, según la invención, superior o igual al 85 % para llegar a una masa linear óptima.

50 **[0031]** Las poblaciones granulométricas de las que los inventores han determinado que corresponden a una versión preferida de la invención, en la que se utilizan dos poblaciones 1 y 2, se describen de la siguiente manera:

Población 1:

- 350 $\mu\text{m} \leq d_{10} \leq 1400 \mu\text{m}$
- 650 $\mu\text{m} \leq d_{50} \leq 2200 \mu\text{m}$
- 5 - 1000 $\mu\text{m} \leq d_{90} \leq 3000 \mu\text{m}$

Población 2:

- 1 $\mu\text{m} \leq d_{10} \leq 250 \mu\text{m}$
- 10 - 50 $\mu\text{m} \leq d_{50} \leq 500 \mu\text{m}$
- 100 $\mu\text{m} \leq d_{90} \leq 800 \mu\text{m}$

[0032] El protocolo experimental aplicado en laboratorio es en un primer momento mezclar poblaciones con un reparto granulométrico dado en proporciones másicas precisas. Después, las características físicas de las diferentes mezclas, como el reparto por tamaño de granos y la densidad, se miden. Estos datos permiten así implantar una modelización comportamental y fenomenológica del sistema.

[0033] Los modelos obtenidos indican asociaciones de proporciones másicas y granulométricas ideales. Se realiza entonces una selección granular en una fase anterior para repartir ingeniosamente las clases granulométricas. El reparto granulométrico óptimo está compuesto finalmente por una asociación de varias clases de tamaño.

[0034] Estas mezclas probadas sobre el procedimiento industrial de fabricación de hilo tubular permiten confirmar la fase de modelización del experimento en laboratorio. Por ejemplo, la mezcla óptima está compuesta en un 65 a 75 % en masa de la población 1, mezclada de forma homogénea con un 25 a 35 % en masa de la población 2. Una mezcla se considera como óptima cuando presenta las facultades de flujo y las compactaciones más elevadas.

[0035] Estas mezclas se crean con ayuda de un mezclador de cuba giratoria del tipo clásico comercializado. Las paredes internas del mezclador están compuestas de aspás fijadas juiciosamente para limitar la heterogeneidad granular. Así permiten remover los materiales delicadamente sin modificación sensible del tamaño de las partículas del lecho de polvo. La homogeneidad de la mezcla se asegura gracias a un tiempo de removido de 1 a 10 minutos.

[0036] El índice de compactación de los polvos dentro del hilo tubular está determinado por la caracterización física de varias muestras representativas mediante la técnica de porosimetría por intrusión de mercurio. Este análisis destructivo permite medir el reparto por tamaño de poros de la porosidad abierta intra e intergranular. En paralelo, la densidad teórica de un material pulverulento se mide por picnometría con helio. Esto permite también evaluar el índice de compactación y evaluar el índice de porosidad del conjunto granular en el interior del hilo tubular.

[0037] El hilo tubular se caracteriza técnicamente en concreto por su masa lineal, dependiente de su grado de llenado. Este grado de llenado es resultante de la densidad de la población pulverulenta o granular que lo compone. El hilo tubular con azufre tradicional con envoltorio de acero, con un diámetro externo comprendido entre 13 y 14 mm, posee una masa lineal comprendida en el intervalo [180 g/m - 205 g/m]. El reparto granulométrico habitual del polvo que contiene está comprendido en el intervalo [0 μm - 5000 μm].

[0038] Ahora se van a describir ejemplos de hilos tubulares de azufre de referencia conocidos y de hilos tubulares de azufre según la invención, que pondrán de relieve las ventajas de la invención. Estos hilos se han fabricado mediante el procedimiento preferido en la invención de depósito del polvo sobre una banda metálica, soldado o doblado de dicha banda sobre ella misma para formar el hilo y el perfilado del hilo para llevarlo a su diámetro nominal.

Ejemplo 1 de referencia: fabricación de un hilo tubular de polvo de azufre estándar y conocido con un diámetro externo de 13,1 mm con una chapa de grosor de 0,39 mm

[0039] Para una población A cuyo reparto granulométrico y características se dan a continuación:

Tabla n.º 1: Reparto granulométrico de la población A según la norma ASTM E11-01

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	0,2
0,045 – 0,075	0,2
0,075 – 0,100	0,2
0,100 – 0,150	0,3
0,150 – 0,200	0,2
0,200 – 0,250	0,2
0,250 – 0,300	0,1
0,300 - 0,425	0,5
0,425 - 0,500	0,1
0,500 - 0,630	1,3
0,630 - 0,800	3,4
0,800 - 1,000	4,3
1,000 - 1,250	10,0
1,250 - 1,400	8,6
1,400 - 1,600	0,1
1,600 - 2,000	34,9
2,000 - 2,360	28,6
2,360 - 2,800	6,3
2,800 - 3,350	0,5

- 5 Pureza de la población: S = 99,95 %;
 Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
 Masa volumétrica compactada: 1,18 g/cm³;
 Masa volumétrica aireada: 1,09 g/cm³;
 Índice de compresibilidad: 7,62 %;
 Índice de Hausner: 1,08;
- 10 d10 comprendido entre 0,800 y 1,000 mm;
 d50 comprendido entre 1,600 y 2,000 mm;
 d90 comprendido entre 2,000 y 2,360 mm.

[0040] La masa linear desarrollada en el interior del hilo tubular fabricado a partir de esta única población A, cuyo d10 es demasiado elevado para que sea conforme a la invención, es de 189 g/m con un índice de compactación del 78 %.

- 15 Ejemplo 2 correspondiente a la invención: fabricación de un hilo tubular de polvo de azufre con un diámetro externo de 13,1 mm con una chapa de grosor de 0,39 mm

- 20 **[0041]** Otra población B de polvo se utiliza, cuyo reparto granulométrico y características se dan a continuación:

Tabla n.º 2: Reparto granulométrico de la población B según la norma ASTM E11-01.

25

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	3,8
0,045 - 0,075	7,8
0,075 – 0,100	9,9
0,100 – 0,150	12,9

(continuación)

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
0,150 – 0,200	14,7
0,200 – 0,250	12,9
0,250 – 0,300	10,9
0,300 - 0,425	23,1
0,425 - 0,500	3,6
0,500 - 0,630	0,3
0,630 - 0,800	0,1
0,800 - 1,000	0,1
1,000 - 1,250	0,1
1,250 - 1,400	0,0
1,400 - 1,600	0,0
1,600 - 2,000	0,0
2,000 - 2,360	0,0
2,360 - 2,800	0,0
2,800 - 3,350	0,0

- 5 Pureza de la población: S = 99,95 %;
 Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
 Masa volumétrica compactada: 1,13 g/cm³;
 Masa volumétrica aireada: 0.90 g/cm³;
 Índice de compresibilidad: 20,35 %;
 Índice de Hausner: 1,25;
- 10 d10 comprendido entre 0,045 y 0,075 mm;
 d50 comprendido entre 0,200 y 0,250 mm;
 d90 comprendido entre 0,300 y 0,425 mm;

[0042] Como los índices de flujo de este polvo son mediocres (índice de compresibilidad e índice de Hausner elevados), este polvo solo, cuyo d90 es demasiado bajo para ser conforme a la invención, no permite obtener un hilo tubular de masa lineal regular en condiciones de fabricación normales.

- 15 **[0043]** Para una mezcla que forma una población C constituida por el 70 % en masa del lote A y el 30 % en masa del lote B, cuyo reparto granulométrico y características se dan a continuación:

Tabla n.º 3: Reparto granulométrico de la población C según la norma ASTM E11-01

20

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	0,0
0,045 - 0,075	2,5
0,075 – 0,100	2,9
0,100 – 0,150	4,8
0,150 – 0,200	5,2
0,200 – 0,250	4,2
0,250 – 0,300	3,6
0,300 - 0,425	7,5
0,425 - 0,500	2,2
0,500 - 0,630	2,3

(continuación)

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
0,630 - 0,800	3,3
0,800 - 1,000	3,2
1,000 - 1,25	8,0
1,250 - 1,400	1,2
1,400 - 1,600	2,9
1,600 - 2,000	23,2
2,000 - 2,360	18,4
2,360 - 2,800	4,4
2,800 - 3,350	0,2

- 5 Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
Masa volumétrica compactada: 1,47 g/cm³;
Masa volumétrica aireada: 1,25 g/cm³;
Índice de compresibilidad: 14,96 %;
Índice de Hausner: 1,17;
d10 comprendido entre 0,100 y 0,150 mm;
d50 comprendido entre 1,250 y 1,400 mm;
d90 comprendido entre 2,000 y 2,360 mm.

- 15 **[0044]** Se obtiene un hilo con una masa linear de 237 g/m y un índice de compactación del 88 %. La masa linear es superior en un 25 % a la de un hilo similar de mismo diámetro externo 13,1 mm y un grosor de chapa de 0,39 mm fabricado en las mismas condiciones a partir de la única población A, aunque esta población A se haya mezclado con la población B que, tomada separadamente, no habría conducido a resultados satisfactorios a causa de su mala colabilidad.

- 20 Ejemplo 3, correspondiente a la invención: fabricación de un hilo tubular de polvo con un diámetro externo de 13,1 mm con una chapa de grosor de 0,39 mm

- [0045]** Un polvo de azufre constituye una población D y presenta el reparto granulométrico y las características siguientes:

25 Tabla n.º 4: Reparto granulométrico de la población D según la norma ASTM E11-01

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	0,1
0,045 - 0,075	0,2
0,075 - 0,100	0,2
0,100 - 0,150	0,2
0,150 - 0,200	0,2
0,200 - 0,250	0,2
0,250 - 0,300	0,2
0,300 - 0,425	0,9
0,425 - 0,500	0,9
0,500 - 0,630	2,3
0,630 - 0,800	4,3
0,800 - 1,000	6,6
1,000 - 1,250	12,1

(continuación)

ES 2 646 793 T3

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
1,250 - 1,400	7,2
1,400 - 1,600	0,5
1,600 - 2,000	31,6
2,000 - 2,360	20,1
2,360 - 2,800	11,9
2,800 - 3,350	0,2

- 5 Pureza de la población: S = 99,95 %;
Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
Masa volumétrica compactada: 1,14 g/cm³;
Masa volumétrica aireada: 1,03 g/cm³;
Índice de compresibilidad: 9,64 %;
Índice de Hausner: 1,10
- 10 d10 comprendido entre 0,800 y 1,000 mm;
d50 comprendido entre 1,600 y 2,000 mm;
d90 comprendido entre 2,360 y 2,800 mm.

[0046] El uso de esta población D sola, cuyo d10 es más elevado que lo que exige la invención, permite obtener un hilo tubular de diámetro externo 13,1 mm con una chapa de 0,39 mm cuya masa lineal es de 181 g/m con un índice de compactación del 76 %.

[0047] Se realiza una mezcla que forma una población E constituida por el 60 % en masa de la población D y por el 40 % en masa de la población B, y que presenta el reparto granulométrico y las características siguientes:

20 Tabla n.º 5: Reparto granulométrico de la población E según la norma ASTM E11-01

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	3,8
0,045 - 0,075	5,5
0,075 - 0,100	3,5
0,100 - 0,150	5,3
0,150 - 0,200	4,7
0,200 - 0,250	3,6
0,250 - 0,300	3,4
0,300 - 0,425	5,8
0,425 - 0,500	0,4
0,500 - 0,630	1,3
0,630 - 0,800	0,7
0,800 - 1,000	2,5
1,000 - 1,250	2,8
1,250 - 1,400	2,6
1,400 - 1,600	0,2
1,600 - 2,000	17,7
2,000 - 2,360	24,9
2,360 - 2,800	11,0
2,800 - 3,350	0,1

- 25 Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
Masa volumétrica compactada: 1,43 g/cm³;

5 Masa volumétrica aireada: 1,16 g/cm³;
 Índice de compresibilidad: 18,80 %;
 Índice de Hausner: 1,23
 d10 comprendido entre 0,075 y 0,100 mm;
 d50 comprendido entre 1,600 y 2,000 mm;
 d90 comprendido entre 2,360 y 2,800 mm;

10 **[0048]** El uso de esta población E permite obtener un hilo tubular de masa lineal igual a 225 g/m, superior en un 24 % a la obtenida con la población D sola y un índice de compactación igual al 86 %. Además, la mezcla de la población D con la población B en las proporciones dadas ha permitido obtener un hilo tubular de 13,1 mm con una chapa de 0,39 mm fabricada en las mismas condiciones, con características mucho mejores que las que habría permitido el uso de la población D únicamente.

15 **[0049]** Sin embargo, se observará que la compacidad y la masa lineal de este hilo tubular son un poco inferiores a las del hilo del ejemplo 2. Esto es atribuible al hecho de que el d90 de la población E es más elevado que el de la población C, y no entra necesariamente en la gama preferida de la invención.

20 Ejemplo 4 de referencia: fabricación de un hilo tubular de polvo de azufre con un diámetro externo de 9,2 mm con un grosor de chapa de 0,20 mm

[0050] Un polvo de azufre constituye una población F cuyo reparto granulométrico y características son los siguientes:

Tabla n.º 6: Reparto granulométrico de la población F según la norma ASTM E11-01

Clase de tamaño (mm)	Porcentaje
< 0,045	0,0
0,045 - 0,075	0,0
0,075 - 0,100	0,0
0,100 - 0,150	0,1
0,150 - 0,200	0,1
0,200 - 0,250	0,7
0,250 - 0,300	1,4
0,300 - 0,425	3,8
0,425 - 0,500	3,0
0,500 - 0,630	6,2
0,630 - 0,800	10,1
0,800 - 1,000	13,0
1,000 - 1,250	20,5
1,250 - 1,400	10,0
1,400 - 1,600	9,4
1,600 - 2,000	20,7
> 2,000	1,0

30 Pureza de la población: S = 99,95 %;
 Masa volumétrica picnométrica: 2,02 g/cm³;
 Masa volumétrica compactada: 1,14 g/cm³;
 Masa volumétrica aireada: 1,01 g/cm³;
 Índice de compresibilidad: 11,40 %
 Índice de Hausner: 1,13;
 d10 comprendido entre 0,500 y 0,630 mm;
 d50 comprendido entre 1,000 y 1,250 mm;
 d90 comprendido entre 1,600 y 2,000 mm;

[0051] El uso de esta población F sola, cuyo d10 es más elevado de lo que exige la invención permite obtener un hilo tubular de un diámetro de 9,2 mm con un grosor de chapa de 0,20 mm cuya masa linear es de 82 g/m con un índice de compactación del 75 %.

5 Ejemplo 5 según la invención: fabricación de un hilo tubular de polvo de azufre con un diámetro externo de 9,2 mm con un grosor de chapa de 0,20 mm

[0052] Se realiza una mezcla constituida por el 70 % en masa de la población A y de 30 % en masa de la población B, de conformidad con la población C descrita en el ejemplo 2.

10

El uso de esta población C para fabricar un hilo tubular de diámetro externo de 9,2 mm con un grosor de chapa de 0,20 mm como en el ejemplo de referencia 4 y en las mismas condiciones, permite obtener un hilo que presenta una masa linear igual a 109 g/m, superior en un 29 % a la del ejemplo de referencia 4 realizado a partir de la población F sola, y un índice de compactación del 89 %.

15

REIVINDICACIONES

1. Polvo para hilo tubular destinado a la aleación de un baño metálico líquido, formado por partículas compuestas en al menos el 95 % de azufre, **caracterizado porque** su población granulométrica está definida por:
- 5
- $1 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 340 \mu\text{m}$;
 - $200 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 2000 \mu\text{m}$;
 - $500 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 2900 \mu\text{m}$;
- 10 d_{10} , d_{50} y d_{90} siendo los diámetros equivalentes de las partículas para los cuales los valores de distribuciones acumuladas son respectivamente de 10, 50 y 90 % en masa.
- 15 2. Polvo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** su población granulométrica está definida por:
- $20 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 300 \mu\text{m}$;
 - $800 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 1900 \mu\text{m}$;
 - $2000 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 2700 \mu\text{m}$.
- 20 3. Polvo según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** resulta de la mezcla homogénea de dos poblaciones granulométricas 1 y 2, la población granulométrica 1 representando entre el 50 y el 90 % en masa de la mezcla y la población 2 representando entre el 10 y el 50 % en masa de la mezcla, dichas poblaciones estando definidas por:
- 25 Población 1:
- $350 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 1400 \mu\text{m}$;
 - $650 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 2200 \mu\text{m}$;
- 30 - $1000 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 3000 \mu\text{m}$;
- Población 2:
- $1 \mu\text{m} \leq d_{10} \leq 250 \mu\text{m}$;
 - 35 - $50 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 500 \mu\text{m}$;
 - $100 \mu\text{m} \leq d_{90} \leq 800 \mu\text{m}$.
4. Polvo según la reivindicación 3, **caracterizado porque** la población 1 representa del 65 al 75 % en masa de la mezcla y la población 2 representa del 25 al 35 % en masa de la mezcla.
- 40 5. Hilo tubular con azufre destinado a la aleación de un baño metálico, **caracterizado porque** contiene un polvo según una de las reivindicaciones 1 a 4.
6. Hilo tubular según la reivindicación 5, **caracterizado porque** el índice de compactación de dicho polvo en el interior del hilo es superior o igual al 85 %.
- 45 7. Procedimiento de fabricación de un hilo tubular con azufre para la aleación de baños metálicos líquidos, **caracterizado porque** comporta las siguientes etapas:
- 50 - preparación de un polvo según una de las reivindicaciones 1 a 4;
 - flujo gravitacional de dicho polvo sobre una banda metálica;
 - soldado o doblado mecánico de dicha banda sobre ella misma para formar el hilo y perfilado de este hilo con el diámetro elegido.
- 55 8. Procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado porque** el índice de compactación del polvo del hilo obtenido es superior o igual al 85 %.