

AÑO 1959

Expediente núm. _____



20.1953

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por **VEINTE** años, en España

a favor de

THE BLAW-KNOX COMPANY, de nacionalidad
norteamericana domiciliado en 300 Sixth Avenue, Pittsburgh,
Pensilvania, Estados Unidos de América.
calle de

por:

UN PROCEDIMIENTO PARA CALENTAR CEMENTOS AZUFRE LIQUIDO

Nº 12992

Agente Sr. ELZABURU

28 7 2 1 9 1 7

247238



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE BLAW-KNOX COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 300 Sixth Avenue, Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA CALENTAR O ENFRIAR AZUFRE LIQUIDO".-

Esta invención se refiere a procedimientos y a un aparato según los cuales el azufre se calienta o enfría en estado líquido dentro de los límites de temperatura en los que se forma normalmente azufre viscoso.

5 El azufre en estado líquido es completamente fluido a una temperatura algo por encima de su temperatura de fusión en estado sólido, teniendo una viscosidad baja entre los límites de temperatura de 1202 C. a 1622 C. También es completamente fluido y
10 con baja viscosidad a temperaturas de 260°C. y mayores, hasta su temperatura de vaporización a la presión atmosférica e incluyendo



247238

dicha temperatura. Sin embargo, entre 162^o C y 260^o C., la viscosidad del azufre aumenta y el azufre tiende a cambiar al estado de azufre viscoso, conocido generalmente con el nombre de azufre "plástico", que, cuando se forma puede persistir también a temperaturas inferiores, aun cuando es inestable y, a temperaturas normales, revierte de modo gradual a la forma sólida cristalina normal. La viscosidad alcanza un máximo de unos 96.000 centipoises a 190^oC., y entre 162^o C. y 260^o C., es mayor de 10.000 centipoises. A una viscosidad de 10.000 centipoises, el azufre líquido fluye lo mismo que el jarabe espeso de arce o el aceite pesado de motores.

Estos cambios de viscosidad por la acción de la temperatura dan lugar a dificultades en los procesos en los cuales el azufre líquido se calienta o se enfría dentro de los límites de temperatura viscosos de 162 a 260^o C.; por ejemplo, en la destilación de azufre y en la condensación de vapor de azufre y la recuperación de azufre sólido a partir del mismo. En tales procesos, el azufre líquido adquiere a veces un estado rígido o gomoso de forma que prácticamente no fluye de modo apreciable. Cuando sucede esto, hay que desmontar el aparato para la eliminación del azufre por procedimientos mecánicos, o hay que interrumpir la operación mientras se calienta el azufre plástico para que vuelva a fluir.

Se ha encontrado ahora que, si el azufre líquido se calienta o se enfría rápidamente dentro de los límites de temperatura viscosos, no se forma azufre viscoso y, de acuerdo con la invención, el azufre líquido a una temperatura que se aparta por uno de los extremos de los límites de temperatura de 162 a 260^o C., se calienta o se enfría rápidamente en estos límites de temperatura hasta una temperatura que se sale por el otro extremo del límite al cual está todavía líquido. Preferiblemente, el calenta-

247238



miento o enfriamiento rápido se extiende por la totalidad de los límites de temperatura más amplios de 160 a 370^o C.

5 Al aludir al calentamiento o enfriamiento rápidos se entiende que el cambio de temperatura es completo dentro de un período de unos pocos segundos, y preferiblemente es prácticamente instantáneo. Dicho calentamiento o enfriamiento se conoce generalmente con el nombre de calentamiento o enfriamiento relámpago o "flash" y se realiza convenientemente mezclando el azufre que se quiere calentar o enfriar con una masa relativamente grande de azufre líquido a una temperatura fuera del límite de temperatura viscoso. El tamaño y la temperatura de la masa de azufre líquido ha de ser tal que no se caliente ni se enfríe en el límite de temperatura viscoso por el calor ganado o perdido al enfriar o calentar un incremento determinado de azufre líquido y puede
10 calcularse fácilmente para cualquier incremento dado. El azufre plástico es fácilmente soluble en azufre líquido tanto a temperatura por encima como por debajo de los límites de temperatura viscosos, de manera que cualquier azufre plástico que pueda formarse se disuelve enseguida en la masa de azufre líquido.

20 El calentamiento o el enfriamiento se realiza preferiblemente de modo continuo. Esto puede hacerse de varias maneras. Una de ellas consiste en introducir el azufre que se quiere calentar o enfriar, continuamente, en una masa grande, simple, de azufre líquido, a una temperatura fuera del otro extremo del límite de temperatura viscoso, y calentar o enfriar esta masa a una velocidad tal que su temperatura se mantenga por fuera del límite de
25 temperatura viscoso, y preferiblemente permanezca sustancialmente constante. De preferencia, el azufre se retira también de la masa grande a una velocidad prácticamente igual a aquella con que
30 se introduce.

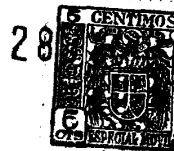
247238



Alternativamente, el azufre que se ha de calentar o enfriar puede mezclarse de modo continuo con una corriente sustancialmente mayor de azufre líquido a una temperatura que exceda de la del otro extremo del límite de temperatura viscoso. En este caso, la
5 velocidad volumétrica de flujo de la corriente mayor es, preferiblemente, por lo menos 10 veces mayor que la de la corriente menor, para asegurar que el calentamiento o el enfriamiento de la corriente menor se produzca rápidamente.

Asimismo, puede utilizarse una combinación de estos dos
10 métodos. Por ejemplo, la masa grande de azufre líquido puede formarse deteniendo parte de una corriente de azufre líquido en un depósito en el cual se introduce continuamente la corriente de azufre que se quiere calentar o enfriar, y desde donde se sacan continuamente las corrientes combinadas, suministrando al mismo
15 tiempo calor, o retirándole, al azufre contenido en el depósito, para mantener su temperatura fuera del límite viscoso. El azufre que se quiere calentar o enfriar fluye continuamente hasta el depósito y a través del mismo, aumentando o disminuyendo bruscamen-
te de temperatura al operar de este modo.

20 El aparato para realizar el procedimiento mencionado en último lugar puede comprender cualquier sistema de aparato en el que se calienta o enfría azufre líquido a través de los límites de temperatura viscosos. Consiste en un depósito que tiene medios de calefacción o de enfriamiento, medios para mantener en el mismo un
25 nivel prácticamente constante, una entrada y otra salida para introducir en el depósito y sacar del mismo una corriente de azufre líquido, y una segunda entrada dispuesta de tal manera que una corriente de azufre líquido que se introduzca a través de la misma se mezcla rápidamente y de modo íntimo con el contenido del depó-
30 sito, estando conectada la primera entrada con un cambiador de ca-



247238

lor, por medio del cual puede controlarse la temperatura del azufre que se suministra al depósito por la primera entrada.

Las operaciones de calentamiento y enfriamiento rápido de azufre líquido en los límites de temperatura viscosos son particularmente útiles en la refinación de azufre por destilación, y la presente invención incluye un procedimiento para destilar azufre que abarca una de estas operaciones o las dos. Más particularmente, comprende un procedimiento de purificación de azufre por destilación que está contaminado con selenio. Este procedimiento se describirá a modo de ejemplo con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales:

La figura 1 es un esquema del sistema que muestra de una manera simplificada la disposición y construcción generales;

La figura 2 es una sección transversal, vertical fragmentaria a través de una parte de la columna de destilación que muestra detalles de las bandejas de alimentación de azufre, tomada en el plano II-II de las figuras 1 y 3.

La figura 3 es una sección horizontal de una bandeja de alimentación vista sobre la línea III-III según se indica en la figura 2;

La figura 4 es una sección esquemática en alzada por el eje longitudinal del tanque de enfriamiento y agitación de azufre líquido; y

La figura 5 es una sección transversal fragmentaria tomada según el plano vertical V-V en la figura 4.

Considerando en primer lugar la figura 1, el procedimiento comprende en líneas generales la destilación de azufre impuro que contiene, por ejemplo, 0,2% de selenio, en una columna de destilación 10, del tipo corriente de plato de barboteo que se suministra por la tubería 13 y una o más ramas 14, 15 y 16. Se produce



28 FEB

247238

vapor de azufre en un "re-hervidor" 34, se suministra a la columna por debajo de la primera bandeja de barboteo por medio de un conducto 35 y asciende por la columna poniéndose en contacto con azufre líquido caliente que fluye en sentido descendente. La composición de líquido y vapor varía de una bandeja a otra, desde un contenido de selenio relativamente grande en el fondo hasta azufre prácticamente puro en la parte superior. El azufre purificado sale de la columna como producto de cabecera por el conducto 11 y a través de la tubería 12, se saca periódicamente un producto residual de colas que contiene por ejemplo, de 10 a 20% de selenio. El vapor procedente del conducto 11 se condensa en un condensador 17 y el azufre líquido caliente se retira de este condensador por una tubería 67 y se recoge en un tanque 18, desde donde se retorna una parte del azufre líquido caliente a la parte superior de la columna de destilación, como reflujo, a través de una tubería 19, mientras que el resto, o recuperación neta de azufre purificado, se saca por una tubería 20 a un tanque de agitación y enfriamiento de azufre 21. Desde el tanque de agitación, la recuperación neta de azufre purificado se descarga por tuberías 22 y 23 a un solidificador 24.

La operación de calentamiento relámpago de la carga de azufre en los límites de temperatura viscosos tiene lugar en las bandejas 25 de la columna de destilación 10, y la del enfriamiento relámpago del azufre líquido caliente condensado a partir del destilado a una temperatura por debajo del límite de temperatura viscoso, se realiza en el tanque 21.

Considerando el procedimiento con más detalle, la alimentación de azufre líquido impuro a la columna de destilación 10, se hace a una velocidad controlada por la tubería 13. Esta tubería y las tuberías asociadas ramificadas 14, 15 y 16 están provistas



247238

de camisa de vapor para mantener el azufre dentro de los límites de temperatura de líquido fluido inferior es entre 120^o C y 162^o C, y ventajosamente entre 120^o C. y 154^o C., a cuya temperatura entra en la columna de destilación 10 hasta una por lo menos, de

5 las bandejas de alimentación seleccionadas 25, de las que se representan tres a modo de ejemplo en la figura 1, a intervalos espaciados en la sección intermedia de la columna de destilación 10. El número total de bandejas en la columna dependerá del grado de purificación deseado. Por ejemplo, si hay 50 bandejas de barbo-

10 teo en total, las tres bandejas de alimentación 25 pueden ser la 10, la 15 y la 20, a contar desde el fondo de la columna de destilación.

Las tuberías ramificadas 14, 15 y 16 están provistas cada una con una válvula 14_a, 15_a y 16_a, respectivamente. Durante el

15 funcionamiento generalmente se abre sólo una de estas válvulas, estando cerradas las otras dos. El que se emplee una u otra de las bandejas de alimentación dependerá de la pureza del azufre que se está destilando, introduciéndose las cargas relativamente más puras en la bandeja más alta; las calidades intermedias en

20 la bandeja media, y las cargas que contienen la máxima cantidad de impureza de selenio, en la bandeja de alimentación más baja.

La construcción de una bandeja de alimentación 25 y de las dos bandejas de barboteo adyacentes 26 y 27 se representa en las figuras 2 y 3. Todas las bandejas están provistas con campanas de burbujas corrientes, 28, montadas sobre elevadores de va-

25 por y con descendedores o tubos de descenso para rebose de azufre líquido a la bandeja inferior, según es conocido en esta técnica. En todas las bandejas, excepto las de alimentación, las campanas de barboteo están espaciadas muy próximas al suelo de bandeja, sobre elevadores cortos, 32, extendiéndose los tubos de des-

30

247238

28 FEB



censo 31 únicamente la corta distancia normal por encima de la
bandeja para limitar la profundidad líquida a una profundidad pe-
queña para contacto vapor-líquido únicamente. A diferencia de es-
to, en las bandejas de alimentación 25, la parte superior del tu-
5 bo de descenso 29 está a un nivel tal que la bandeja contiene un
depósito sustancial de azufre líquido caliente que rebosa desde
la placa 26. El azufre en este depósito se calienta a una tempe-
ratura francamente superior al límite alto de viscosidad, por los
vapores calientes que ascienden a través de los elevadores 30 y
10 las caperuzas-burbuja 28, que están espaciadas por encima del fon-
do de la bandeja de manera que hay una zona de mezclado en el de-
pósito por debajo de sus salidas. En esta zona, una tobera diri-
gida tangencialmente, 33, inyecta un chorro de azufre de alimen-
tación a temperatura de 120-162^o C. y origina una circulación en
15 torbellino del azufre líquido caliente. La velocidad con que se
suministra el azufre relativamente frío a la bandeja 25 debe ser
mucho menor que aquella con que entra azufre caliente en los de-
pósitos desde la bandeja 26; por ejemplo de 5 a 20 veces menor,
de manera que el efecto refrigerante de la carga sobre el líqui-
20 do detenido en la masa de líquido es despreciable, y el azufre
de carga se calienta así rápidamente por el límite de temperatura
de viscosidad alto. Al mismo tiempo, se está suministrando calor
al líquido contenido en el depósito por el azufre líquido calien-
te que fluye en sentido descendente desde la bandeja que está en-
25 cima, y como calor sensible y calor latente de condensación, por
el vapor caliente que asciende a través de las campanas de barbo-
teo 28 y se condensa en el depósito.

Como ya se ha explicado, el azufre purificado pasa en for-
ma de vapor desde la parte superior de la columna a lo largo de la
30 tubería 11 al condensador 17, desde donde el azufre líquido calien-



247238

te, a una temperatura de unos 370^o C., pasa por la tubería 67 al
tanque de reflujo 18. El condensador y el tanque de reflujo pue-
den estar ambos situados por encima de la parte superior de la
columna de manera que la transferencia del azufre se efectúe por
5 gravedad. El azufre líquido caliente a 370^o C., es, sin embargo,
muy fluído y se puede bombear fácilmente por medio de bombas cen-
trífugas o de cualquier otro tipo corriente, y en el aparato in-
dicado en la figura 1, una bomba centrífuga de tipo de inmersión
36 está provista dentro del tanque de reflujo 18, accionada des-
10 de encima por un motor 37, que descarga el azufre caliente bajo
presión a través de la tubería 38 y las ramas 19 y 20 que salen
de la misma. El flujo a través de estas ramas puede prorratearse
por las válvulas 39 y 40 para regular la cantidad de reflujo de
azufre puro a la columna de destilación 10. El resto del azufre
15 a unos 370^o C. fluye por la tubería 20 al tanque 21. El tanque
18 y las tuberías 19 y 20 se calientan eléctricamente o de otro
modo y se aíslan para mantener el azufre en ellos a unos 370^o C.

El azufre líquido caliente procedente de la tubería 20 se
enfria de modo brusco a través del límite de temperatura viscoso
mezclándose en el tanque 21 con un gran volumen de azufre líqui-
do a una temperatura inferior a 162^o C. El tanque 21 se indica
de modo esquemático con mayor detalle en las figuras 4 y 5. La
tubería 20 está conectada con una tobera 41 que penetra en el
tanque por la parte superior y descarga en una artesa de alimen-
25 tación distribuidora 42 que se extiende longitudinalmente dentro
del tanque. Esta artesa está cerrada por ambos extremos y tiene
un lado más bajo que el otro, estando provisto el lado más bajo
con dientes 42a que definen vertederos de forma de ranura a lo
largo de la artesa. El azufre rebosa por estos vertederos y flu-
30 ye en corrientes distribuídas al fondo del tanque. El azufre del



247238

fondo del tanque se mantiene convenientemente a una temperatura de unos 120^o C., retirando y enfriando continuamente una parte del mismo en una caldera de calor residual 49. Para este fin, se retira azufre del tanque y se descarga a través de las tuberías 22 y 45, por medio de una bomba centrífuga 43 adyacente al fondo del tanque, accionada desde arriba por un motor 44. El azufre caliente suministrado por la tubería lateral 45 circula a través de la porción de cambio térmico 48 de la caldera de calor residual y de este modo se enfría. Se vuelve al tanque por una tubería 50 que está conectada con una tobera 51 que, lo mismo que la tobera 41, descarga en la artesa de alimentación y se mezcla allí con el azufre líquido caliente procedente del tanque de reflujo 18 y rebosa con él sobre la masa de azufre líquido enfriado contenido en el tanque 21.

Para conseguir el enfriamiento brusco del azufre caliente procedente de la tubería 20, la velocidad de recirculación de azufre a través del cambio térmico 48 se mantiene varias veces mayor, por ejemplo 10 ó 20, que la velocidad de suministro desde el tanque de reflujo 18. El flujo pequeño de azufre caliente desde la tubería 20 se mezcla de este modo con una corriente grande de azufre líquido enfriado en la artesa de alimentación 42. Casi todo el enfriamiento tiene lugar en la artesa de alimentación 42, de manera que la relación volumétrica necesaria para el enfriamiento brusco se proporciona por la velocidad de recirculación desde el depósito, y hacia el mismo en el tanque 21 en vez de por la capacidad volumétrica del depósito. Sin embargo, este último se utiliza incidentalmente como tanque de agitación para iniciar y parar el solidificador 24.

Un serpentín de vapor sumergido 55a está previsto en el fondo del tanque 21 para utilizarle en la fusión de cualquier



247238

azufre sólido que pudiera haber en el tanque al iniciarse las operaciones.

La tubería 22 está dotada de una segunda rama 23 a través de la cual descarga en el solidificador 24 una porción del azufre procedente del tanque 21. El paso del azufre a través de la tubería 23 se controla por una válvula 46, que, a su vez, se controla por un instrumento de control de nivel 47, sobre el que actúa un dispositivo de control de nivel líquido 54 en el tanque 21 de manera que cierra la válvula 46 si el azufre contenido en el tanque 21 desciende por debajo de un nivel predeterminado. La cantidad de azufre purificado retirada al solidificador 24 se mantiene así prácticamente igual a la cantidad de azufre caliente que entra en el tanque 21 por la tubería 20.

El solidificador es preferiblemente del tipo en el que el azufre se solidifica sobre bandejas enfriadas con agua en forma de una torta que puede tener un espesor, por ejemplo, de 2 cm., aproximadamente, y esta torta se rompe en trozos y se descarga. Pero, si se desea, pueden emplearse también otros tipos de solidificador.

La caldera de calor residual 49 es de construcción corriente y está dispuesta para eliminar calor del azufre para enfriarla lo suficiente con el fin de que pueda utilizarse como alimentación al solidificador 24, y para recuperar una parte del calor suministrado a la columna de destilación en forma de vapor de baja presión. Como es natural, la caldera de calor residual puede ser sustituida por cualquier otro cambiador térmico adecuado, pero teniendo en cuenta la proximidad relativa del punto de ebullición del agua con la temperatura óptima del azufre líquido para alimentación al solidificador, es decir, de unos 120º C., es particularmente adecuada una caldera de calor residual. Típicamente, como



247238

se ve en la figura 1, la caldera de calor residual puede abarcar un cambiador térmico de cuerpo y tubos 48, calentándose el agua en los tubos y haciendo circular el azufre que se quiere enfriar, a través del cuerpo. El vapor desprendido y el agua que pueda ser
5 abrastrada pasan al separador 52 desde donde el vapor separado de baja presión sale por la parte superior. Se suministra agua de alimentación de caldera por una válvula 53, bajo control del regulador de nivel 54a, en tal cantidad que se suministre agua a la velocidad don la cual tenga lugar la evaporación por el calor re-
10 cuperado del azufre caliente en circulación.

Las colas líquidas enriquecidas con selenio se descargan de la columna de destilación 10 a través de una tubería 12 y se concentran por ebullición en el re-hervidor 34 que enriquece nuevamente el contenido de selenio. Las colas concentradas se reti-
15 ran periódicamente por la tubería 12 abriendo la válvula 12a. Las válvulas 12b y 12c sirven para cerrar el re-hervidor y la columna respectivamente, de la tubería de descarga 12, cuando se desea. La acumulación de colas procedentes de la columna de destilación es muy pequeña y las colas pueden retirarse de modo discontinuo
20 a tanques de enfriamiento de colas calentadas con vapor, 62, donde las colas que contienen de 10 % a 20 % de selenio pueden enfriarse por debajo de la temperatura de ignición y hasta un punto en el que la viscosidad está suficientemente rebajada para poder llenar los bidones.

25 El sistema representado en la figura 1 puede hacerse funcionar convenientemente a la presión atmosférica. Para este fin, puede proporcionarse un condensador corriente de ventilación 60 y una torre de enfriamiento o lavado con ventilación, 61. Los vapores de azufre residual procedentes del condensador 17 fluyen a
30 través del condensador de ventilación 60 para rebajar la tempera-



247238

tura por debajo de unos 150º C. antes de ser agotados, a la torre de enfriamiento 61, donde se lavan con agua antes de escapar eventualmente a la atmósfera. El tanque de agitación y enfriamiento 21 tiene también ventilación a través de la torre de enfriamiento por una tubería 63, según se indica en la figura 1.

El medio de enfriamiento utilizado en el condensador 17 y el medio de calefacción utilizado en los tubos de calefacción 34a del "re-hervidor" 34 es, preferiblemente una sustancia líquida y estable a las temperaturas elevadas de unos 425º C-540º C. que se necesitan en este trabajo. Se ha encontrado que da resultados plenamente satisfactorios una sal fundida, tal como por ejemplo una mezcla de nitrato sódico y nitrito sódico.

Se sobrentenderá también que se proporcionan medios adecuados, lo mismo que en cualquier sistema para tratamiento de azufre a las temperaturas en cuestión, para prevenir el contacto del azufre con oxígeno u otros gases capaces de reaccionar con él. El modo conveniente y usual de hacer esto consiste en purgar inicialmente el sistema de aire por medio de un gas inerte, por ejemplo nitrógeno, y mantener después una atmósfera inerte en el sistema.

En lugar de suministrar la alimentación de azufre impuro únicamente a una bandeja de alimentación en la columna de destilación, puede suministrarse a dos o más bandejas de alimentación de una vez y aumentar así la velocidad de destilación, especialmente cuando el azufre tiene un contenido bajo de impurezas o cuando se dispone de alimentaciones de composiciones diferentes. La distribución de la alimentación entre dos o más bandejas separadas por un cierto número de platos de campana ordinarios tiene también la ventaja de que la alimentación puede calentarse a través del límite de temperatura viscoso más rápidamente. El número total de campanas de barboteo disponible para calentamiento de la alimentación



247238

se multiplica por el número de platos de alimentación utilizados y lo mismo sucede con el volumen de azufre caliente con que se mezcla la alimentación. El azufre líquido que rebosa desde una bandeja de alimentación se calienta en varias etapas antes de llegar a la bandeja de alimentación inmediatamente inferior y vuelve a entrar en contacto con alimentación fría.

El proceso de purificación de azufre para privarle de selenio, descrito arriba, es particularmente adecuado para el tratamiento de azufre separado de los barros anódicos en la refinación electrolítica de sulfuro de níquel procedente de minerales sulfurados. El lodo filtrado contiene comúnmente de 0,15 a 0,2 % de selenio derivado del mineral, y puede utilizarse directamente como alimentación del aparato descrito. En un ensayo realizado, el azufre obtenido contenía menos de 5 partes por millón de selenio y su contenido de cenizas, betún y ácido era extraordinariamente pequeño: por tanto, se consideraba como muy satisfactorio para usos comerciales e industriales.

Aunque en el proceso para purificar azufre por destilación, según se ha descrito arriba, el calentamiento relámpago del azufre a través del límite de temperatura viscoso se ha realizado en el interior de la columna de destilación, puede hacerse exactamente igual fuera de la columna. Así, por ejemplo la alimentación puede calentarse bruscamente introduciéndola en un charco profundo de azufre mantenido a una temperatura por encima de 260° C, fuera de la columna de destilación y el azufre caliente resultante cargarse en una bandeja de alimentación de proporciones normales.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 18 de Febrero de 1958, bajo el número 715.964, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



247238

N O T A

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

12. - Un procedimiento para calentar o enfriar azufre líquido sin formación de azufre viscoso que comprende calentar o enfriar rápidamente el azufre líquido desde una temperatura que se sale por un extremo del límite de temperatura viscoso de 162 a 260^o C. a una temperatura que se sale del otro extremo de los límites y a la que sigue siendo líquido.

22. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el calentamiento o enfriamiento rápidos se extiende entre los límites de 160 y 370^o C.

32. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o la 2, en el que el calentamiento o el enfriamiento son prácticamente instantáneos.

42. - Un procedimiento continuo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende mantener una masa de azufre líquido a una temperatura que se sale por un extremo del límite de temperatura viscoso, mientras se mezcla continuamente con él una proporción relativamente pequeña de azufre líquido a una temperatura que se sale por el otro extremo del límite.

52. - Un procedimiento continuo de acuerdo con la reivindicación 4, en el cual la masa de azufre líquido se forma deteniendo parte de una corriente de azufre líquido en un depósito en el cual se introduce también continuamente el azufre que se quiere calentar o enfriar.

62. - Un procedimiento continuo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 que comprende mezclar continuamente

247238



con una corriente relativamente grande de azufre líquido, a una temperatura que se sale por un extremo del límite de temperatura viscoso, una corriente relativamente pequeña de azufre líquido a una temperatura exterior al otro extremo del límite.

5 72. - Un procedimiento continuo de acuerdo con la reivindicación 6 en el que la relación de las velocidades volumétricas de flujo de las dos corrientes es mayor de 10:1.

 82. - un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4 o la 5 aplicado a la destilación de azufre líquido suministrado a una temperatura por debajo de 1622 C., en el que el azufre líquido del depósito se mantiene en su punto de ebullición, o próximo al mismo, mientras que la alimentación de azufre se inyecta en el depósito y de este modo se calienta bruscamente, y se burbujea vapor de azufre a través del depósito.

15 92. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8 en el que el depósito constituye una bandeja de una columna de destilación de campanas de barboteo.

 102. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 7 aplicado a la recuperación de azufre sólido partiendo de vapor de azufre, condensando sucesivamente el vapor a líquido y solidificando después el líquido a sólido, en el que el azufre condensado se mantiene en estado líquido a una temperatura de, por lo menos, 2602 C. y se mezcla continuamente con una proporción relativamente grande de azufre líquido mantenido a temperatura de 1622 C. o menor, con lo cual se enfría rápidamente a través del límite de temperatura viscoso, y una porción de la mezcla se retira continuamente a velocidad prácticamente igual a aquella con que se añade azufre condensado, solidificando la porción retirada.

30 112. - Un procedimiento continuo en el cual el azufre se



247238

calienta y se enfría de acuerdo con la reivindicación 1, aplicado a la purificación de azufre por destilación fraccionada de azufre impuro que contiene selenio, se condensa el vapor de azufre y se solidifica el condensado, que comprende mantener una primera masa de azufre líquido a una temperatura por encima del límite de temperatura viscoso, mantener una segunda masa de azufre líquido a una temperatura por debajo del límite de temperatura viscoso, calentar rápidamente el azufre impuro mezclándoles directamente en estado líquido a una temperatura inferior al límite de temperatura viscoso, con la primera masa, destilar fraccionadamente la primera masa en una porción de cabecera de vapor de azufre purificado y una porción de colas líquida enriquecida en selenio, condensar la porción de cabecera a una temperatura por encima del límite de temperatura viscoso, enfriar rápidamente la porción condensada mezclándola directamente con la segunda masa y separar y solidificar parte del azufre líquido procedente de la segunda masa.

122. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la primera masa de azufre líquido se mantiene a una temperatura superior a 370^o C., la segunda se mantiene a una temperatura no mayor de 160^o C., y la porción de cabecera de vapor de azufre se condensa a una temperatura no inferior a 370^o C.

132. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 o la 12 en el que la porción de colas enriquecida en selenio se hierve para concentrar el contenido de selenio recuperándose éste del concentrado.

142.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, sustancialmente como aquí se ha descrito a modo de ejemplo con referencia a los dibujos adjuntos.

30 152. - Aparato para la realización del procedimiento de

247238^{28 F}



5 acuerdo con la reivindicación 5, que comprende un depósito dota-
do de medios de calefacción o de refrigeración, medios para man-
tener en el mismo un nivel prácticamente constante, una entrada
y una salida para introducir en el depósito y retirar del mismo
5 una corriente de azufre líquido, y una segunda entrada dispuesta
de tal manera que se introduce una corriente de azufre líquido
rápidamente y se mezcla íntimamente con el contenido del depósi-
to, estando conectada la primera entrada con un cambiador térmi-
co por medio del cual puede controlarse la temperatura del azu-
10 fre suministrado al depósito por la primera entrada.

15 152. - Aparato de acuerdo con la reivindicación 15 para
la destilación de azufre líquido que comprende una columna de
destilación que tiene una pluralidad de platos incluyendo por lo
menos un plato de alimentación que constituye un depósito para
azufre líquido y en el que las campanas de burbujeo sobre los
elevadores de vapor están separadas por encima del piso de mane-
ra que definen una zona de mezclado líquido adyacente al piso,
y una zona de cambio térmico vapor-líquido por encima de la zona
de mezclado y en la que se dirige tangencialmente a la zona de
20 mezclado una tobera de alimentación.

172. - Aparato de acuerdo con la reivindicación 16, sus-
tancialmente como aquí se ha descrito a modo de ejemplo con re-
ferencia a los dibujos adjuntos.

25 182. - Un procedimiento para calentar o enfriar azufre lí-
quido.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, re-
presentado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se
han especificado.

28 FEB

247238



Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

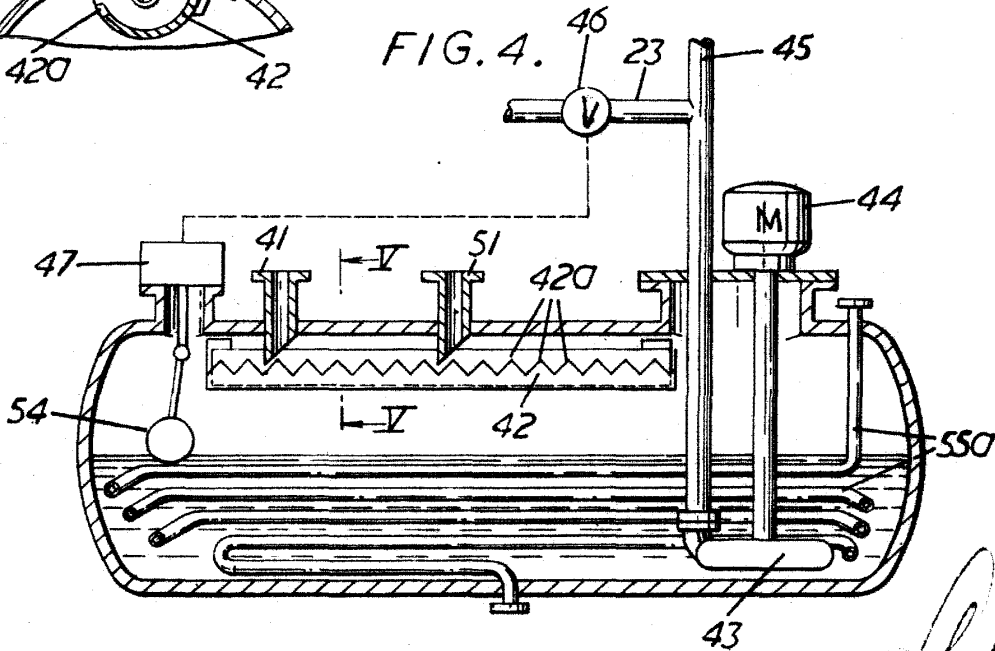
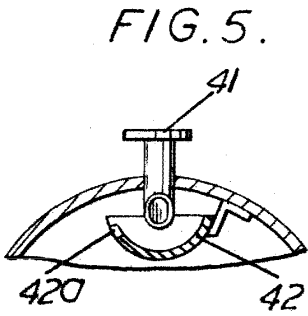
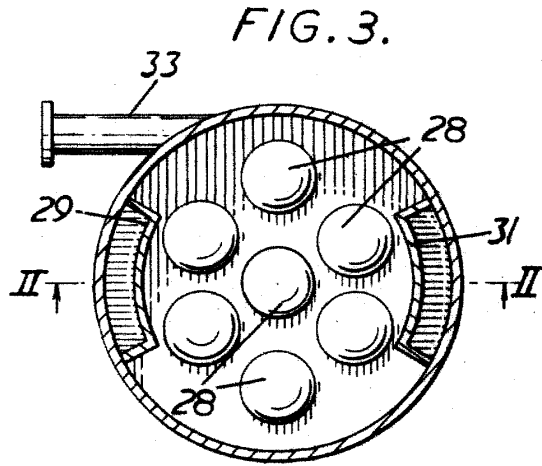
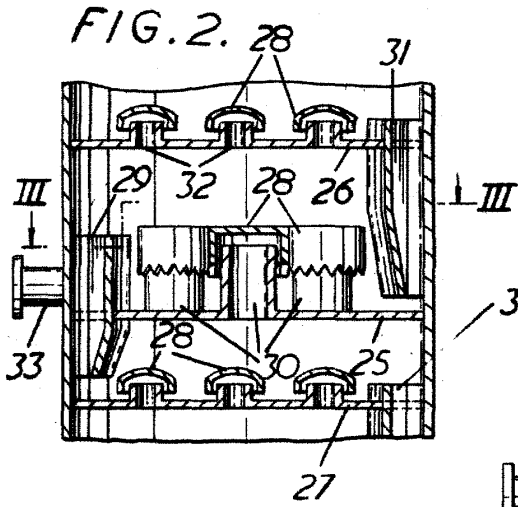
Madrid, 28 FEB 1930

P.A.



28 F

247238



Handwritten signature or initials.