

CIS) N.º 1000



255437

255437

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a

la solicitud de

una PATENTE de INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA, a favor
de Charles Henderson Simpson, súbdito norteamericano, con
residente en CANONSBURG - Pennsylvania (U.S.A.),

por

"PROCESO PARA LA EXTRACCION DE AZUFRE DE MATERIAL QUE LO

CONTENGA EN ESTADO ELEMENTAL"

INVENTOR: el Sr. solicitante.

—Mv.—

255437



5 Esta invención se relaciona con un proceso para extraer azufre de material que lo contiene en estado elemental. Como el azufre elemental existe en cantidades considerables en una serie de materiales, es muy de desear un método económico para su extracción de los mismos. Entre los materiales que contienen azufre elemental en cantidades considerables se encuentran varios minerales de bajo grado, slams procedentes de operaciones de fundición, residuos producidos por la precipitación de sólidos procedentes de gases de tuberías de escape y óxidos consumidos de operaciones con gases.

10 Hasta ahora, los intentos para recuperar el azufre elemental de esos materiales han comprendido el tratamiento del material con un disolvente selectivo caliente del azufre, la separación del material sólido residual de un licor resultante o solución de azufre y el enfriamiento a 30°C o menos, o evaporación de la solución de azufre para separar a este elemento de aquélla. Algunos de
15 los disolventes probados han incluido el tolueno, xileno, alquilnftalenos, tetralina, decalina, tetracloruro de carbono, disulfuro de carbono, tetracloruro de acetileno, tetracloroetileno, triclorobenceno y similares. Estos intentos han fracasado por diversas razones. En primer lugar, las condiciones de reacción usadas han sido
20 tales que el disolvente reaccionaba con el azufre formando ácido sulfuroso y otras sustancias acídicas que corroen aparatos y equipo. El disolvente ha reaccionado también con el azufre formando negras sustancias alquitranosas que ensucian los aparatos y que se solidifican sobre partes de los mismos, requiriéndose por ello frecuentes
25 interrupciones en el trabajo de la planta para su retirada. Estas sustancias alquitranosas son extremadamente difíciles de extraer.

En segundo lugar, los procesos no han sido adaptables a una operación continua.

30 En tercer lugar...

255437



micos, ya que los ritmos de extracción han sido lentos y las producciones de azufre escasas.

En cuarto lugar, la calidad del azufre extraído ha sido inferior.

5 En quinto lugar, el disolvente ha resultado contaminado con impurezas después de emplearse una o dos veces, requiriendo así un tratamiento para la eliminación de las impurezas antes de poderse emplear de nuevo.

10 En sexto lugar, los disolventes empleados no han sido suficientemente selectivos para extraer proporciones importantes de azufre del material que lo contiene sin extraer al mismo tiempo con aquél contaminadores indeseables en cantidades tampoco deseables. Esto ha sido particularmente cierto en el caso del tratamiento de óxidos consumidos que contienen los siguientes contaminadores indeseables, extraídos por el disolvente juntamente con el azufre:

15 sulfuro de arsénico, azul de Prusia y ciertos aceites alquitranosos y disolventes.

20 Con mi proceso se extrae económicamente azufre elemental de tales materiales que lo contienen como minerales de bajo grado, slams procedentes de operaciones de fundición, residuos de la precipitación de sólidos procedentes de gases de tuberías de escape y óxidos consumidos procedentes de operaciones con gases. El azufre elemental extraído por mi proceso posee una pureza muy elevada, del orden del 99% o más y la producción del mismo con materiales que lo

25 contengan asciende hasta un 98% del azufre elemental presente en ellos. Específicamente, mi proceso comprende la formación de una mezcla del material que contiene azufre y de un disolvente hidrocarburo alifático que tenga de 7 a 18 átomos de carbono. Antes de la formación de la mezcla, se ha secado el material que contiene el azufre

30 de manera que su contenido en humedad sea inferior al 12% aproximada

255437



mente por peso. La extracción del azufre elemental del material se lleva a cabo poniendo la mezcla a una temperatura de 85 a 132°C y formando una solución del disolvente y del azufre elemental. Luego se separa la solución del material sólido residual y se enfría a una temperatura de cristalización del azufre. Después de esto, se separa el azufre que ha cristalizado del disolvente enfriado.

Parte del material portador de azufre empleado en la práctica de mi proceso es en forma de trozos que se reducen por trituración a piezas pequeñas que pasen a través de una criba de 1/8 a 1/4 de pulgada. La trituración de los trozos en piezas pequeñas permite mayores producciones de azufre del material al ofrecer una mejor mezcla de éste y el disolvente y acentuar así la extracción del azufre de dicho material.

Una vez que el material ha sido triturado a un tamaño aproximado de 1/4 de pulgada, se le seca para eliminar la humedad y evitar así indeseables reacciones laterales entre la humedad del material, el azufre del disolvente y ciertos constitutivos del material, tales como sulfuro mercurico, compuestos de cromo, compuestos de manganeso o sales solubles en agua. El secado se lleva a cabo para reducir el contenido de humedad del material a menos del 12% aproximadamente por peso. Cuando el contenido en humedad es disminuído de esa manera a menos del 12% por peso no es fácil que se produzcan las indeseables reacciones laterales, no quedando sometidos el equipo y aparatos empleados para la retirada del azufre al ataque de compuestos sulfurosos acídicos. Así, el aparato se libra de la corrosión por los compuestos sulfurosos, así como del ensuciamiento de sus componentes, no quedando tampoco expuesto a las sustancias alquitranosas que también ensucian y obturan al mismo.

Simultáneamente al secado del material para disminuir su contenido de humedad al nivel deseado, yo caliento previamente

255437



5 el mismo a una temperatura inferior al punto de fusión del azufre, es decir de 112 a 114°C y preferiblemente a una temperatura comprendida entre 85 y 110°C. Es importante que en el calentamiento previo del material la temperatura no sea elevada al punto de fusión, o superior al punto de fusión del azufre, pues de otra manera el azufre presente en el material se fundirá y fluirá del mismo solidificándose luego y causando por consiguiente dificultades de manipulación y atascamiento y ensuciamiento del aparato. El calentamiento previo del material portador de azufre evita el enfriamiento del disolvente, que se calienta al entrar en contacto con aquél, disminuyéndose así el tiempo invertido en la extracción. Este calentamiento previo del material impide también que el disolvente calentado selle en el material una parte sustancial del azufre elemental hasta que la mezcla de disolvente y material portador de azufre sea elevada a una temperatura que rebase el punto de fusión del azufre y hasta de 132°C.

10 Luego mezclo el material portador de azufre secado y precalentado con un disolvente hidrocarburo de cadena abierta que tenga de 7 a 18 átomos de carbono. Los disolventes hidrocarburos de cadena abierta de menos de 7 átomos de carbono no se usan normalmente para la extracción de azufre porque separan materiales extraños no deseados y reaccionan fácilmente con el azufre, y aquéllos de más de 18 átomos de carbono no son fácilmente separables del azufre extraído.

25 Los disolventes hidrocarburos de cadena abierta con los que se relaciona mi proceso incluyen disolventes olefínicos y parafínicos. Entre los últimos figuran eptanos, octanos, nonanos, decanos, undecanos, dodecanos, tridecanos, tetradecanos, pentadecanos, exadecanos y octadecanos. Entre los olefínicos hay eptenos, octenos, nonenos, decenos, undecenos, dodecenos, tridecenos, tetradecenos,

30

255437



pentadecenos, exadecenos y octadecenos.

Yo empleo estos disolventes hidrocarburos de cadena abierta aisladamente o en mezcla con los otros. Comercialmente son de fácil adquisición en forma de mezclas tales como gasolina, fracciones de nafta con 7 a 18 átomos de carbono, queroseno, aceite diesel y aceite de estufa. Los disolventes hidrocarburos de cadena abierta compuestos predominantemente por disolventes de 7 a 18 átomos de carbono, son útiles para la puesta en práctica de mi proceso porque los disolventes comerciales producidos en el fraccionamiento del petróleo se superponen unos a otros y contienen proporciones relativamente pequeñas de hidrocarburos que tienen menos de 7 átomos de carbono y/o más de 18.

La cantidad de disolvente añadida al material portador del azufre ha de ser suficiente para extraer el azufre del mismo y llevarlo a la solución formada en la fase de extracción. Yo he descubierto que la proporción de disolvente a material de 1 - 5:1 por peso produce resultados satisfactorios y que una proporción de 2 - 4:1 por peso es preferible. Los factores que afectan a la cantidad de disolvente empleada son la temperatura a que se lleva a cabo la extracción y la cantidad de azufre presente en el material.

Antes de añadir el disolvente al material precalentado, lo caliento a una temperatura de 85 a 132°C y formo así una mezcla de disolvente y material portador de azufre calentados. Sin embargo, no es necesario en la práctica de mi proceso que tanto el disolvente como el material portador de azufre sean calentados antes de mezclarse. El calentamiento del disolvente sólo o del material produce satisfactorios resultados. Sin embargo, el tiempo de extracción aumenta necesariamente cuando sólo se ha calentado previamente uno de ambos elementos. Cuando se precalientan los dos, el tiempo de la extracción se completa en 5 a 15 minutos con excelentes produccio-

255437



nes, produciéndose buenas cantidades en un período de 5 minutos. Así, precalentando tanto el disolvente como el material, mi proceso es fácilmente adaptable a operaciones continuas. Cuando se precalienta el disolvente o el material aisladamente antes de la mezcla, el tiempo de extracción aumenta entre 15 minutos y una hora.

Luego mezclo el disolvente y el material portador del azufre conjuntamente y extraigo el azufre del material a una temperatura comprendida entre 85 y 132°C y preferiblemente a una temperatura de 120 a 130°C. El límite superior, es decir 132°C, de esa amplitud de temperaturas es extremadamente importante como se expondrá más adelante con mayor detalle. Si la temperatura es inferior a 85°C para la fase de extracción, el grado de ésta es demasiado bajo para que resulte práctico y económico. Cuando la temperatura de extracción es superior a 132°C, se producen dos circunstancias innecesarias y altamente indeseables. La primera de ella es que el azufre comienza a reaccionar con el disolvente hidrocarburo y separa átomos de hidrógeno de la cadena de carbonos con el resultado de la formación de productos no saturados, residuos carbonosos y sulfuro de hidrógeno. La presencia de estos productos de reacción es evidente por un oscurecimiento del disolvente y por otros detalles. El sulfuro de hidrógeno es particularmente indeseable incluso en pequeñas cantidades, ejerce una acción tóxica acumulativa y es claramente indeseable en una operación de elaboración. Además, el sulfuro de hidrógeno se oxida formando ácido sulfuroso y finalmente se convierte en ácido sulfúrico, cada uno de los cuales es corrosivo de las partes metálicas de los componentes del equipo de elaboración.

Con la formación de sulfuro de hidrógeno, un agente reductor, y con la presencia de otros compuestos de azufre que pueden reducirse y que pueden hallarse presentes cuando se produce una descomposición o reacción del disolvente hidrocarburo, hay una oportu-

255437



5 nidad de formación de una serie de compuestos de azufre y oxígeno tales como hidró-sulfuro, tiosulfato, tetracionato y otros que generan unas dificultades inesperadas en la realización de mi proceso. Además, la producción de los compuestos de azufre y oxígeno reduce materialmente la eficacia del proceso y hace imposible el nuevo ciclo del disolvente a menos que sea purificado o tratado. La purificación o tratamiento del disolvente para ponerle en condiciones de nuevo uso requiere la adición de una fase antieconómica al proceso.

10 La segunda circunstancia innecesaria e indeseable que se produce al llevar a cabo la extracción del azufre a una temperatura superior a 132°C es la producción de un azufre líquido que no es absorbido por el disolvente y/o que es insoluble en el disolvente. Aunque parecería lógico emplear temperaturas superiores a 132°C, particularmente 135°C y superiores, para acelerar la extracción de azufre e incrementar la acción del disolvente, he descubierto que 15 ello no es así porque a temperaturas de 135°C y superiores sale azufre líquido del material y no es absorbido por el disolvente, sino que cae rápidamente a través del disolvente a las partes inferiores del aparato. Luego se agrupa este azufre líquido en charcos en las 20 partes inferiores del aparato. No se disuelve en el disolvente sino que se desplaza a una parte del aparato donde se solidifica, se endurece y se adhiere tenazmente a la superficie sobre la que se ha solidificado. En consecuencia, este azufre líquido atasca y ensucia pronto el aparato y reduce la eficacia de la operación o determina 25 una interrupción del proceso.

30 Aun cuando la cantidad de este azufre líquido sea pequeña, en una operación continua para el que mi proceso se halla particularmente adaptado se produce una acumulación del azufre líquido, que se solidifica y obstaculiza el proceso.

255437



Este azufre líquido tiene un elevado peso específico con relación al disolvente y en consecuencia cae rápidamente a través del disolvente a las partes inferiores del aparato.

5 Basándome en mi trabajo en la extracción de azufre, es mi opinión que este azufre líquido que he descubierto se produce en la fase de extracción a temperaturas de 135°C y superiores, comprende un azufre amorfo designado S_{μ} y algunas impurezas. El S_{μ} es insoluble en disulfuro de carbono y se cambia en azufre rómbico o monoclinico, dependiendo de la temperatura a que se mantenga.

10 Este S_{μ} , según he descubierto, se recoge generalmente en cribas filtrantes que se usan corrientemente en el proceso de extracción de azufre, donde se solidifica y obstaculiza la totalidad del proceso. El S_{μ} se adhiere tenazmente a una superficie sobre la que se solidifica y es muy difícil separarlo de dicha superficie.

15 Cuando en el aparato de extracción de azufre se emplean tubos o conductos, este S_{μ} se amontona sobre las paredes interiores de los mismos y disminuye por consiguiente la cantidad de fluido que circula por ellos, impidiendo al final la circulación de cualquier cantidad de fluido. En consecuencia, al extraer azufre de materiales que lo contengan, es fundamental que la temperatura de extracción sea mantenida

20 por debajo de aquel valor en que se forma este azufre líquido insoluble, juntamente con impurezas procedentes del material portador del mismo, en cantidades que se coagulan y caen a través del disolvente a las partes inferiores del aparato, solidificándose allí y ensuciando y atascando el equipo.

25 La duración de la fase de extracción varía y depende de factores tales como el disolvente determinado que se emplee, la temperatura a que se lleva a cabo la extracción, el tamaño de partícula del material portador del azufre y otros factores más.

30 Después de la extracción del azufre del material que lo

255437



5 contiene, se separan entre sí la mezcla caliente de la solución de azufre y el material sólido residual mediante filtración o decantación. Luego se enfría la solución caliente de azufre lo suficiente para precipitar a éste y preferiblemente a unos 90°C. Luego se pasa a través de un filtro, que separa una importante porción del azufre, concretamente del 80 al 90%. Este azufre precipitado es cristalino, tiene un buen color y una pureza del 98 al 99%.

10 El secado y lavado del azufre filtrado con una sustancia adecuada tal como gasolina, separa los vestigios del disolvente residual unido al azufre. El calentamiento del azufre tratado separa también vestigios del disolvente residual. El disolvente separado es sometido luego a nuevo ciclo, empleándose para la separación de azufre de una carga adicional de material portador del mismo.

15 Un esquema adjunto del orden de operaciones muestra una forma de poner en práctica mi proceso, en la que el material portador de azufre es introducido en una tolva 10 que alimenta un horno o secador 12. El horno 12 tiene un agitador 14 accionado por un motor 16 y un ventilador 20 introduce aire caliente o un gas inerte a través de un conducto 18 hacia y a través del horno 12. Este horno desempeña dos funciones, siendo la primera la de reducir el contenido de humedad del material al nivel deseado y la segunda la de precalentar dicho material a una temperatura comprendida entre 85 y 110°C.

20 Desde el horno 12, el material portador del azufre, secado y precalentado, se desplaza sobre una correa sin fin pesadora 22 que a su vez alimenta el material a un recipiente de extracción 24, provisto de camisa y calentado, que contiene también un agitador 26 accionado a motor. Desde un depósito de almacenamiento 30 pasa el disolvente a través de un precalentador 32 y luego a través de una bomba medidora 34 hasta el recipiente de extracción 24, donde es mezclado, en una proporción previamente escogida de peso de disolvente

25

30

255437



por material portador de azufre, con éste. La temperatura del disolvente que fluye al recipiente de extracción 24 es de 85 a 132°C.

5 La mezcla del material portador de azufre y el disolvente destinado a la extracción del azufre forma un efluente en el extractor 24 que se calienta y mantiene a una temperatura de 85 a 132°C y preferiblemente a 120 a 132°C. Este efluente comprende una mezcla de una solución de azufre en el disolvente y del material sólido residual del que se ha separado el azufre. El efluente pasa a una válvula 36 que lo dirige a un segundo recipiente de extracción 10 38 de construcción similar al recipiente 24, donde tiene lugar una nueva extracción de azufre. Luego se desplaza el efluente al conjunto 44 de criba vibratoria, provista de camisa. En el caso en que no se precise más extracción de azufre, la válvula 36 dirige el efluente a través de un conducto 40 al conjunto de criba 44. Este conjunto 15 comprende las cribas vibratorias 46 accionadas por una excéntrica 48 acoplada a un motor 50.

20 Cuando el material portador de azufre tiene una cantidad excesiva de finos, sustituyo el recipiente de extracción 24 por una unidad trituradora en húmedo provista de camisa (no mostrada la unidad) y formo en ella una pasta con el disolvente y el material portador del azufre. La formación de esa paste produce una separación parcial del azufre. La pasta es transportada al segundo recipiente de extracción 38 que completa la recuperación del azufre del material.

25 El conjunto de cribas 44 elabora el efluente y separa la solución caliente de azufre del material sólido residual pasando el efluente sobre los filtros o cribas 46. El material sólido residual es descargado del conjunto de cribas 44 a una unidad de recuperación de disolvente 52, desde donde el disolvente recuperado es 30 transportado mediante una bomba 54 a través de un filtro limpiador

255437



del disolvente, 56, a un depósito igualador 58. Desde este depósito es transportado el disolvente mediante una bomba 60 de regreso al depósito de almacenamiento 30 para su nuevo sometimiento a ciclo.

5 La solución caliente de azufre pasa desde el fondo del conjunto de cribas 44 a un filtro limpiador 62 que separa la solución caliente de cualquier material sólido suspendido que se halla presente. La solución de azufre filtrada pasa entonces a un depósito precipitador 64 provisto de camisa y enfriado, que tiene un agitador 66 accionado por un motor 68. Al pasar la solución de azufre
10 a través de este depósito precipitador es enfriado a una temperatura de unos 90°C, a cuya temperatura el azufre cristaliza en la solución y forma una mezcla de azufre y disolvente.

15 La mezcla pasa a una tubería de tornillo 70 que la lleva a un filtro 72, donde gran parte del disolvente es separada del azufre sólido. El disolvente separado fluye entonces desde el filtro 72, a través de un filtro limpiador 74, al depósito igualador 58.

20 El azufre sólido pasa después a una segunda unidad filtrante 76 que separa gran parte del disolvente residual adherido al azufre. El disolvente separado va entonces a un segundo filtro limpiador 78 y es devuelto al depósito igualador 58, donde es combinado con otro disolvente y luego devuelto al depósito de almacenamiento 30.

25 El azufre sólido es transferido desde el filtro 76 a un secador 80, donde son separados de aquél los últimos vestigios de disolvente. Así, el producto del azufre sólido en el secador 80 tiene una pureza del 99,9% y superior y, por consiguiente, suficiente para ser un azufre comercial y químicamente puro.

30 Los siguientes ejemplos ilustran las ventajas de mi proceso y señalan el carácter crítico de la temperatura superior de



255437

132°C para la fase de extracción.

Ejemplo 1

5 Se mezcló una parte de óxidos consumidos procedentes de operaciones con gases, por peso, con dos partes por peso de aceite de estufa con punto de ebullición entre 150 y 250°C, calentándose la resultante mezcla a una temperatura de 100°C. La mezcla se mantuvo a 100°C durante 30 minutos y luego se filtró para separar el material sólido residual.

10 La filtración de la mezcla produjo un filtrado claro y caliente que se enfrió a una temperatura de unos 70°C, tras lo cual cristalizó el azufre. El azufre cristalizado fué separado del filtrado separado mediante filtración. El azufre obtenido tenía un buen color y fundió a 112°C.

15 La producción de azufre cristalizado fué del 33% por peso del óxido consumido original.

Un análisis del azufre cristalizado que no fué tratado con gasolina para separar aceites y alquitranes y vestigios residuales del aceite de estufa, es como sigue:

	<u>Porcentaje por peso</u>
20 Azufre total (S)	97,8
Ceniza (esencialmente Fe ₂ O ₃)	0,13
Aceites y alquitranes	0,11
Arsénico	Nada
Ferrocianuro	Nada

25 La ceniza puede separarse por gravedad después del secado del azufre.

30 El disolvente de aceite de estufa separado tenía prácticamente su color original y se hallaba sustancialmente exento de impurezas; así, pudo usarse de nuevo en la extracción de una cantidad ulterior de óxidos consumidos.

255437



Ejemplo 2

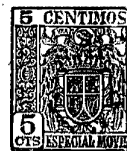
5 Se puso en un recipiente una parte por peso de mineral portador de azufre a la temperatura ambiente, con un contenido de azufre del 31,8% y un contenido de humedad inferior al 12%, y se sumergió en tres partes por peso de queroseno calentado a una temperatura de 125 a 130°C. Se mantuvo la mezcla a una temperatura de 125 a 130°C hasta que quedó separado del mineral prácticamente todo el azufre. Esto requirió aproximadamente 15 minutos. Durante la extracción del azufre no se observó ninguna evolución de sulfuro de hidrógeno, ni hubo evidencia alguna de una reacción química entre el azufre y el queroseno.

10 El azufre quedó completamente disuelto en el queroseno y no hubo evidencia alguna de azufre fundido insoluble en el recipiente. Tras la separación del mineral sólido residual por filtración de la solución y enfriamiento de la misma, precipitó un azufre cristalino puro con una producción de aproximadamente el 98% del azufre presente en el mineral. El disolvente separado, queroseno, era sustancialmente claro e incoloro y, por consiguiente, pudo usarse en una práctica ulterior de mi proceso. El azufre obtenido tenía una pureza del 99,9% o superior.

Ejemplo 3

15 Se calentó entre 90 y 100°C una parte por peso de mineral portador de azufre con un contenido de éste del 31,8% y un contenido de humedad inferior al 12%. Este mineral calentado fué puesto en un recipiente perforado y sumergido en tres partes por peso de queroseno comercial, que se calentó a una temperatura de 125 a 130°C. En algo menos de 5 minutos quedó completada la extracción del azufre elemental del mineral que lo contenía y se filtró la mezcla de solución de azufre y de mineral sólido residual para separar la solución del mineral sólido residual. Luego se filtró la solución de azufre

255437



y se enfrió a una temperatura de unos 90°C , precipitándose un azufre cristalino puro con una producción del 98% aproximadamente. Este azufre cristalino fué trabajado luego y secado para obtener un azufre con una pureza del 99,9%.

5

Ejemplo 4

10

Se mezclaron 50 g de mineral portador de azufre, con un contenido de éste del 31,8%, con 150 g de queroseno comercial calentado a una temperatura de 135°C . Tras la mezcla, ésta se enfrió a una temperatura inferior a 125°C y luego se elevó dicha temperatura a 135°C . Cuando la mezcla alcanzó 135°C , salió un azufre líquido del mineral que no fué absorbido por el disolvente. Este azufre líquido cayó rápidamente al fondo del recipiente en el que se llevaba a cabo el proceso de extracción, solidificándose sobre el mismo.

15

La finalidad de este ejemplo es la de mostrar que a 135°C es extraído del material portador del azufre un azufre líquido insoluble que no es absorbido por el disolvente. Como resultado de ello, el azufre líquido se desplaza rápidamente a las partes inferiores del aparato de extracción, donde se adhiere tenazmente a la superficie del recipiente. Por ejemplo, si se emplease una temperatura de 135°C en la extracción en el aparato ilustrado en el esquema del orden de operaciones, entonces este azufre líquido quedaría depositado sobre el conjunto de cribas vibradoras 44, donde, al cabo de poco tiempo, atascaría los filtros y reduciría así materialmente la eficacia del proceso o lo detendría por completo.

20

25

Ejemplo 5

30

Se mezclaron 50 g del mismo mineral empleado en el ejemplo anterior con 150 g del mismo disolvente de queroseno utilizado en el mismo ejemplo. Antes de mezclar, se calentó el disolvente a una temperatura de 132°C . Inmediatamente después del mezclado, la temperatura de la mezcla descendió a unos 125°C y luego se calentó aqué-

255437



lla a 132°C. A esta temperatura no hubo ningún azufre líquido que fuese insoluble en el queroseno extraído del mineral portador del azufre, ni tampoco se produjo ningún depósito de tal azufre sobre el fondo del recipiente de extracción.

5 Este ejemplo demuestra que si la fase de extracción se lleva a cabo a una temperatura de 132°C e inferior, no se produce la formación del azufre líquido insoluble procedente del mineral que cae luego a la parte inferior del aparato y obstaculiza el proceso.

Ejemplo 6

10 Se puso una parte por peso de un mineral portador de azufre en un 31,8% en un recipiente perforado y se sumergió en tres partes por peso de queroseno, calentándose la mezcla a una temperatura de 140°C, a la que se mantuvo hasta que todo el azufre fué separado del mineral. Poco después de la inmersión, la mezcla alcanzó los
15 140°C, fluyendo azufre fundido desde el recipiente y cayendo al fondo del recipiente, donde empezó a oscurecerse y terminó convirtiéndose en una masa negra. El líquido restante se oscureció también en grado considerable, observándose una evolución de gas de sulfuro de hidrógeno desde el recipiente, indicando así una reacción química entre el
20 azufre y el queroseno.

Luego se separó el disolvente caliente del recipiente perforado que contenía el mineral, filtrándose aquél mientras se hallaba caliente para separar cualquier residuo existente. El disolvente caliente filtrado fué enfriado aproximadamente a 70°C, después de lo
25 cual precipitó azufre cristalino que dejó un disolvente de un color naranja-amarillento.

El color naranja-amarillento del disolvente que quedó después de la filtración indicaba que una reacción química había cambiado el carácter del disolvente y que antes de que pudiese someterse
30 a nuevo ciclo habría de ser tratado. Así, efectuando la fase de extrac

255437



5 ción a temperaturas desde 135°C y superiores, y particularmente a 140°C y superiores, no sólo se produce un azufre insoluble que entorpece la puesta en práctica del proceso, sino que además se origina una reacción química entre el disolvente y el azufre, requiriéndose así que aquél sea tratado antes de su nuevo empleo en el proceso.

Ejemplo 7

Este ejemplo ilustra la aplicación de gasolina como disolvente en el procedimiento que se describe.

10 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 usando gasolina con punto de ebullición comprendido entre 60 y 130°C. La extracción se llevó a cabo durante 30 minutos a 100°C. El azufre obtenido era sustancialmente puro y fundía a 112°C. La pérdida de disolvente fué sólo del 10% y el recuperado era claro y utilizable en nuevas extracciones.

Ejemplo 8

Este ejemplo ilustra el uso de queroseno como disolvente en el procedimiento que se describe.

20 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 usando queroseno con punto de ebullición comprendido entre 150 y 250°C. La extracción se llevó a cabo durante 30 minutos a 105°C. El azufre obtenido era sustancialmente puro y fundía a 112°C. La pérdida de disolvente fué sólo del 5% y el recuperado era claro y utilizable en nuevas extracciones.

Ejemplo 9

25 Este ejemplo ilustra el uso de aceite diesel en el procedimiento que se describe.

30 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 usando aceite diesel con un punto de ebullición comprendido entre 170 y 300°C. La extracción se efectuó durante 30 minutos a 120°C. El azufre ob-

255437



tenido era sustancialmente puro y fundía a 112°C. La pérdida de disolvente fué solo del 5% y el recuperado era claro y utilizable en nuevas extracciones.

Ejemplo 10

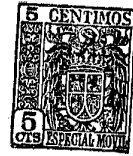
5 Este ejemplo ilustra la aplicación del proceso que se describe a la extracción de azufre de minerales de bajo grado que lo contienen.

10 Se aplicó el procedimiento a un mineral de origen volcánico que contenía yeso, caliza y un 20% de azufre. Se mezcló media libra de este mineral con dos libras de aceite de estufa y se calentó la mezcla durante 30 minutos a 112-120°C. Seguidamente se separó esta solución del mineral residual y se enfrió por debajo de 70°C para la separación del azufre. Luego se separó éste del licor por filtración y se lavó con un poco de agua. Era azufre sustan-
15 cialmente puro, de un 99,9%, fundiendo a 112°C. La producción fué un 93% de la teórica.

20 Mi proceso tiene ciertas ventajas que le hacen muy deseable y particularmente adaptado para tratar una serie muy variada de materiales portadores de azufre. Es particularmente útil para extraer azufre de óxidos consumidos procedentes de operaciones con gases, así como de minerales de azufre de bajo grado, cada uno de los cuales puede estar contaminado con productos químicos ta-
25 les como arsénico, ferrocianuro, alquitrán y otros contaminadores que anteriormente eran separados sólo con grandes dificultades y mediante procedimientos costosos.

30 Además, mi proceso produce un azufre que es sustancialmente puro, del 99,9% o superior, y es fácilmente aplicable a muchos usos comerciales importantes. El azufre recuperado se halla en tal estado de pureza que no requiere ninguna elaboración ulterior a fin de separar de él impurezas indeseables. Otra ventaja de mi

255437



proceso consiste en que extrae azufre en elevadas proporciones. Por ejemplo, no es raro que el azufre separado mediante mi proceso contenga un 98% de la cantidad presente en el material portador del mismo.

5 Otra ventaja de mi proceso es la de que el disolvente empleado no resulta contaminado y no se halla sujeto a reacción química, pudiéndose someter por consiguiente a nuevo ciclo sin tratamiento para la eliminación de impurezas.

10 Aunque he descrito ciertas versiones preferentes de mi invención, ha de entenderse que puede admitir otras variantes comprendidas en el ámbito de las siguientes reivindicaciones

N O T A

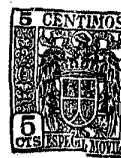
En resumen: la Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

15 1. Proceso para la extracción de azufre de material que lo contenga en estado elemental, caracterizado por el hecho de que comprende el tratamiento del material portador del azufre con un disolvente hidrocarburo alifático que tenga de 7 a 18 átomos de carbono para formar una solución del disolvente y el azufre elemental, manteniéndose en dicho tratamiento la temperatura del material y el disolvente citado entre 85 y 132°C, separando la solución del material sólido residual, enfriando la solución a una temperatura de cristalización del azufre y separando éste de la solución enfriada.

25 2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura del material portador del azufre y la del disolvente se mantiene entre 120 y 132°C durante el tratamiento.

30 3. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque antes del tratamiento del material portador del azufre con el disolvente hidrocarburo alifático se calienta aquel material a una temperatura entre 85 y 110°C y el disolvente a una temperatura de 85 a 132°C.

255437



4ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el material portador del azufre tiene un contenido de humedad inferior al 12% por peso.

5
5ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el disolvente es gasolina.

6ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, ^{1 a 4} caracterizado porque el disolvente es queroseno.

7ª. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el disolvente es aceite de estufa.

10
8ª. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el disolvente es aceite diesel.

9ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque la proporción de disolvente y material portador de azufre es de 1:1 a 5:1.

15
10ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por enfriarse el disolvente a una temperatura de unos 90° C.

20
11ª. Proceso según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que las separaciones y enfriamiento del tratamiento son continuos y porque el disolvente separado es sometido a nuevo ciclo con una cantidad adicional de material conteniendo azufre, en estado elemental.

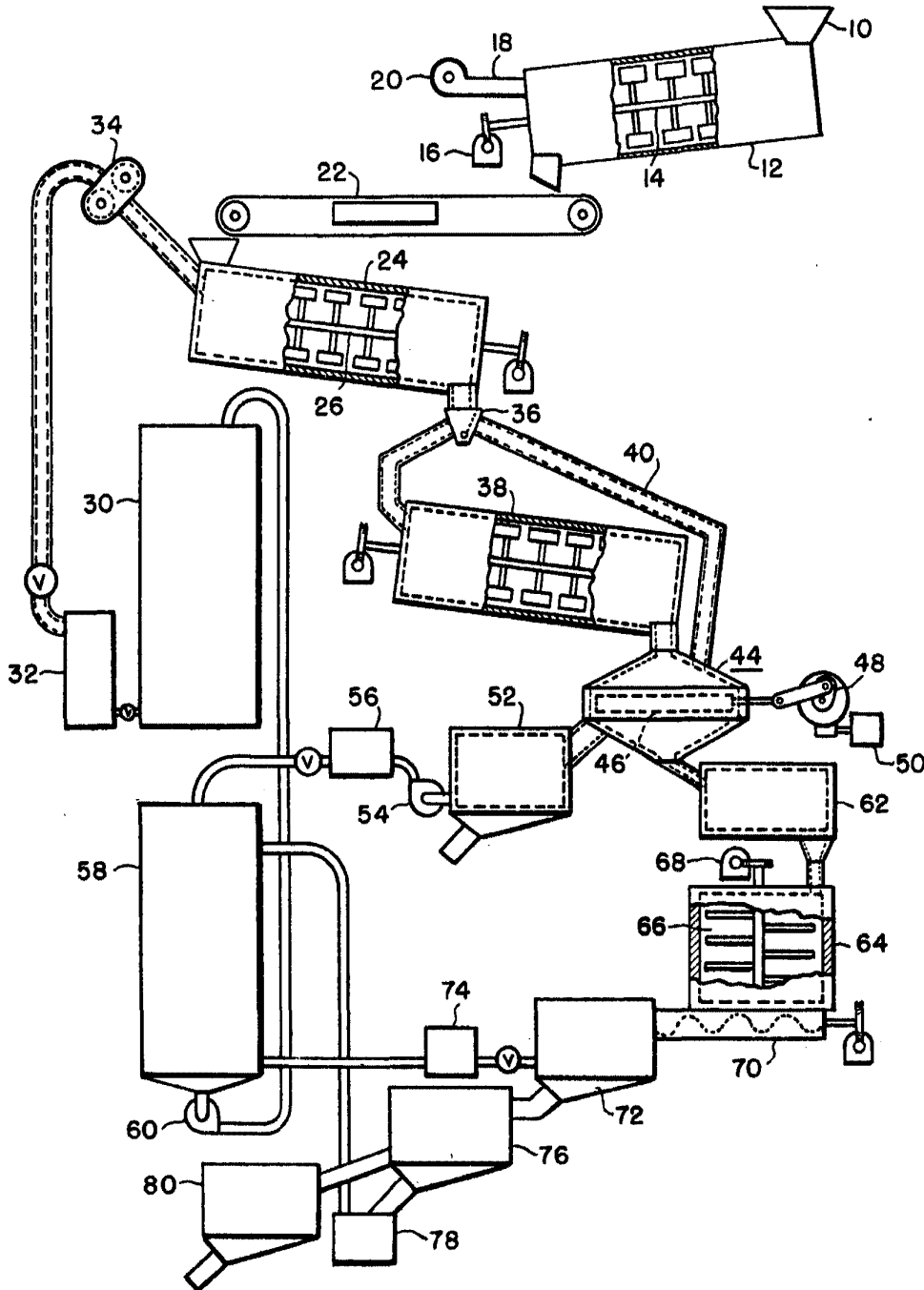
25
12ª. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención cuyo registro se solicita: "PROCESO PARA LA EXTRACCION DE AZUFRE DE MATERIAL QUE LO CONTENGA EN ESTADO ELEMENTAL".

Todo conforme queda descrito en la presente memoria, que consta de veinte páginas escritas a máquina.

Madrid, 30 de enero de 1960

ALFONSO UNGRIA

55107



ESCALA VARIABLE

MADRID, 30 de enero DE 1960

ALFONSO VIGILIA