

259054



Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención
por veinte años en España

a favor de

Haalmer Corporation
(sociedad de Estados Unidos)

residente en

Washington, D.C. (Estados Unidos)
613 - 15th Street, N.W.

por:

"Método de separar solventes de una viscosidad elevada
de azufre precipitado con un solvente de una viscosidad
menor".

Prioridad: Solicitud patente de E.E.UU. del día 18 de Junio
de 1959, n° 821.278.

Inventor: George A. GREEN, de nacionalidad norteamericana.



259054

Esta invención se relaciona con la aplicación de derivados de petróleo para disolver azufre elemental de rocas, minerales, polvos u otros sólidos que lo contienen, y tiene por objeto proporcionar ciertas mejoras para aumentar la eficiencia y la economía del proceso.

El azufre elemental es fácilmente soluble en diversos derivados del petróleo a temperaturas elevadas. El peso de azufre soluble en un peso dado de solvente, a una temperatura dada, aumenta cuando se substituye un solvente de una viscosidad más baja por un solvente de una viscosidad más alta. Un solvente, Bunker oil o petróleo combustible para calderas, disolverá más azufre por unidad de peso de solvente, a una temperatura dada, que un peso igual de keroseno. La capacidad para disolver azufre de un peso dado de solvente, a una temperatura dada, aumenta también a medida que aumenta el porcentaje de aromáticos en el solvente. Por esta razón, un solvente de una viscosidad dada puede encontrarse a veces que disuelve menos azufre a una temperatura dada que un solvente de una viscosidad menor, cuando el solvente de una viscosidad menor tiene un porcentaje suficientemente elevado de aromáticos.

En general, por consiguiente, el azufre puede extraerse de rocas u otros sólidos finamente divididos que contienen azufre elemental lixiviando dichos sólidos en un baño de un derivado de petróleo a una temperatura elevada, con la separación posterior de dichos sólidos de la solución, y enfri-



3054

ando la solución clara para precipitar el azufre elemental. La cantidad de azufre disuelto por unidad de solvente aumentará cuando aumenta la temperatura del solvente, cuando aumenta el porcentaje de aromáticos de solvente y cuando aumenta la viscosidad del solvente, lo que, por supuesto, significa también que disminuye la volatilidad del solvente.

Los puntos pertinentes en relación con las mejoras aquí descritas son:

1. La conveniencia de usar un solvente de una viscosidad algo mayor y una volatilidad más baja que un derivado de petróleo de la clase del keroseno. La menor volatilidad reduce los peligros presentes a una temperatura elevada y hace que disminuyan también las pérdidas de solvente debidas a la evaporación del solvente y al escape de vapores del solvente. El solvente de una viscosidad elevada disuelve más azufre por unidad de solvente, a una temperatura dada, que un solvente de una viscosidad menor. Se ha descubierto que una unidad de aceite combustible para calderas (Bunker oil), disolverá dos veces más azufre a una temperatura dada que el keroseno, y la velocidad de volatilización del Bunker oil es aproximadamente ocho veces menor que la del keroseno. Por consiguiente, sería conveniente usar un solvente de la viscosidad máxima y la volatilidad mínima, pero esto introduce nuevas condiciones adversas, a saber, que el azufre extraído con keroseno caliente puede secarse hasta una pureza de más 99%, mientras que el azufre extraído con Bunker oil sólo se seca hasta una pureza



178

10054

de aproximadamente 95%. En el procedimiento mejorado de la invención, se usa Bunker oil u otros derivados del petróleo de una viscosidad mayor que el keroseno como el solvente para la lixiviación principal, y después se repulpa el azufre precipitado y se escurre o se seca con keroseno, solventes comerciales, u otros derivados del petróleo de una viscosidad baja, obteniéndose así los beneficios de la economía de lixiviación con los solventes de una viscosidad más elevada y también la pureza de más de 99 por ciento del azufre, que sólo puede obtenerse cuando se usan solventes de una viscosidad más baja pero menos económicos.

Las soluciones de lavado de una viscosidad más baja pueden volverse a usar hasta que están demasiado adulteradas con solvente de alta viscosidad para ser eficientes, en cuyo punto se añaden a la corriente del solvente en el sistema de recuperación principal.

La figura 1 es un diagrama esquemático.

2. El uso de derivados de petróleo como un solvente para el azufre elemental da como resultado que sea descargada una cantidad considerable del solvente del sistema de recuperación del azufre como humedad en los residuos lixiviados. En el procedimiento mejorado de la invención, este residuo lixiviado es pulpado con agua, los líquidos se separan de los sólidos por una filtración convencional o por un drenaje realizado en un clasificador, y después se deja que los líqui-



20054

5 dos se separen de acuerdo con las diferencias en sus densidades en un tanque de separación tranquilo, del cual se extrae fácilmente el solvente que sobrenada y se vuelva a introducir en el sistema de recuperación principal, mientras que el agua, más los sólidos finos de la trampa, se extraen por el fondo a medida que lo exige su acumulación. Es también posible usar una serie de tanques como un sistema de lavado en contra-corriente para recuperar el solvente, pero se prefiere usar un clasificador, por razones de economía tanto en el costo de la
10 operación como en la cantidad de agua necesaria.

La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra el movimiento del agua, los sólidos y el solvente.

15 3. La recuperación de azufre de rocas, minerales, etc., por lixiviación con derivados de petróleo se basa en el hecho de que dichos derivados de petróleo, a temperaturas elevadas, disolverán el azufre y este azufre disuelto es precipitado cuando el solvente se enfría después. En los trabajos realizados en relación con este procedimiento, se ha descubierto que la cantidad de azufre disuelto con una elevación de
20 la temperatura de un número dado de grados no es constante, esto es, que una elevación de la temperatura desde 21°C. a 26°C., no hará que se disuelva tanto azufre como una elevación de la temperatura desde 76°C. a 81°C. Además, se ha descubierto que el azufre que se disuelve se precipitará, cuando se enfría
25 la solución, a la temperatura a la cual se disolvió. Así, una



259054

caída de la temperatura desde 81°C. a 76°C. precipitará mucho más azufre que una baja de la temperatura desde 26°C. a 21°C. En realidad, la cantidad de azufre disuelto por unidad de peso de solvente cuando se eleva la temperatura desde 21°C. a 49°C. es muy pequeña, y, recíprocamente, la cantidad de azufre que queda disuelto para ser precipitado a medida que baja la temperatura desde 49°C. hasta 21°C. (o la temperatura ambiente), es muy pequeña, pero por encima de 49°C., la solubilidad del azufre aumenta mucho más rápidamente. En el sistema mejorado para recuperar azufre de la invención, se prefiere mantener el solvente en los recipientes de lixiviación a una temperatura de aproximadamente 132°C., precipitándose aproximadamente el 80 por ciento del azufre disuelto a una temperatura de aproximadamente 76°C., y reciclar después el solvente con el azufre restante que no se ha precipitado enviándolo de nuevo a la lixiviación. Por supuesto, las tuberías de retorno tienen que estar suficientemente bien aisladas para impedir cualquier enfriamiento y cualquier precipitación en ruta. Puesto que las unidades caloríficas necesarias para calentar desde 20°C. hasta 76°C. son las mismas que las necesarias para calentar desde 76°C. a 132°C., el uso del intervalo de temperaturas más alto es 5.67 veces más eficiente, tanto en lo que respecta a los costos del calentamiento como a los costos del enfriamiento en el intervalo de temperaturas más bajo. Sólomente el uso del intervalo más alto, precipitando a 76°C. y reciclando el material como se ha descrito, es 1.65 veces más eficiente que el



187

10034

enfriamiento hasta aproximadamente la temperatura ambiente para completar la precipitación.

5 La figura 3 muestra gráficamente las partes de azufre soluble en un solvente típico (por 100 partes en peso) entre 21 y 132°C.

10 Cuando se separa del azufre recuperado una mezcla de agua más un solvente de baja viscosidad, es arrastrada una cantidad muy pequeña de solvente en los precipitados de azufre. Esta pequeña cantidad del solvente de baja viscosidad, siendo más volátil que el solvente del sistema de recuperación, es casi completamente eliminada en la desecación posterior. El solvente puede recuperarse dejando que la mezcla de líquidos se sedimente y extrayendo el solvente que sobrenada.

=====



70054

N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5

1.- Método de separar solventes de una viscosidad elevada de azufre precipitado con un solvente de una viscosidad menor, caracterizado porque se repulpa el azufre precipitado recogido, después de una separación parcial o casi completa de la solución del solvente, con un solvente de una viscosidad menor para separar el solvente más viscoso y más adherente de las partículas de azufre, y después de repulpar con un solvente de baja viscosidad se separa de nuevo el azufre del solvente en exceso, y se repulpa con agua.

10

15

2.- Método, según la reivindicación 1 caracterizado porque se recupera el solvente dejando que la mezcla de líquidos se sedimente y se separa el solvente que sobrenada.

20

3.- Método, según la reivindicación 2 caracterizado porque se repulpan los residuos escurridos con agua, se vuelven a escurrir los sólidos agua-solvente, y se separan los dos líquidos dejándolos que se dispongan por sí mismos de acuerdo con sus densidades específicas en un recipiente tranquilo, se extrae el solvente de la capa superior para introducirlo de nuevo en el sistema de lixiviación, y se extrae el agua por el fondo a medida que se acumula.

25

4.- Método, según reivindicaciones anteriores caracterizado porque se limita la temperatura empleada al inter-



2.5054

5 valo más económico, se precipita a una temperatura superior a la temperatura ambiente para realizar sólo una precipitación parcial, y se recicla el solvente enviándolo de nuevo al sistema de lixiviación con una parte del azufre disuelto no precipitado y que está todavía disuelto.

5.- "Método de separar solventes de una viscosidad elevada de azufre precipitado con un solvente de una viscosidad menor".

10 Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

Se detalla e ilustra con los planos reglamentarios que a la misma se acompañan.

Y cuya memoria descriptiva consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 18 JUN. 1960



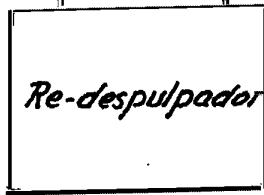
Azufre precipitado y extraido.

Fig. 1

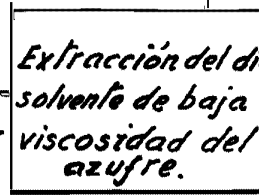
Derivación a corriente principal de lixiviación

Disolvente de baja viscosidad.

Retorno de disolvente lavador

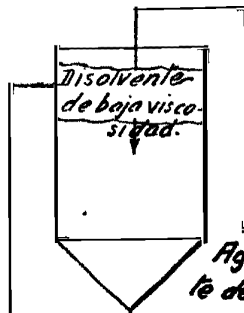
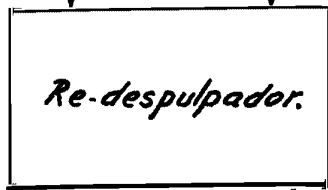


Azufre mas disolvente de baja viscosidad.

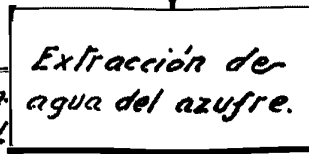


Azufre mas pequeña cantidad de disolvente de baja viscosidad.

Entrada de agua.



Agua mas disolvente de baja viscosidad.



Agua retirada según requiera la acumulación.

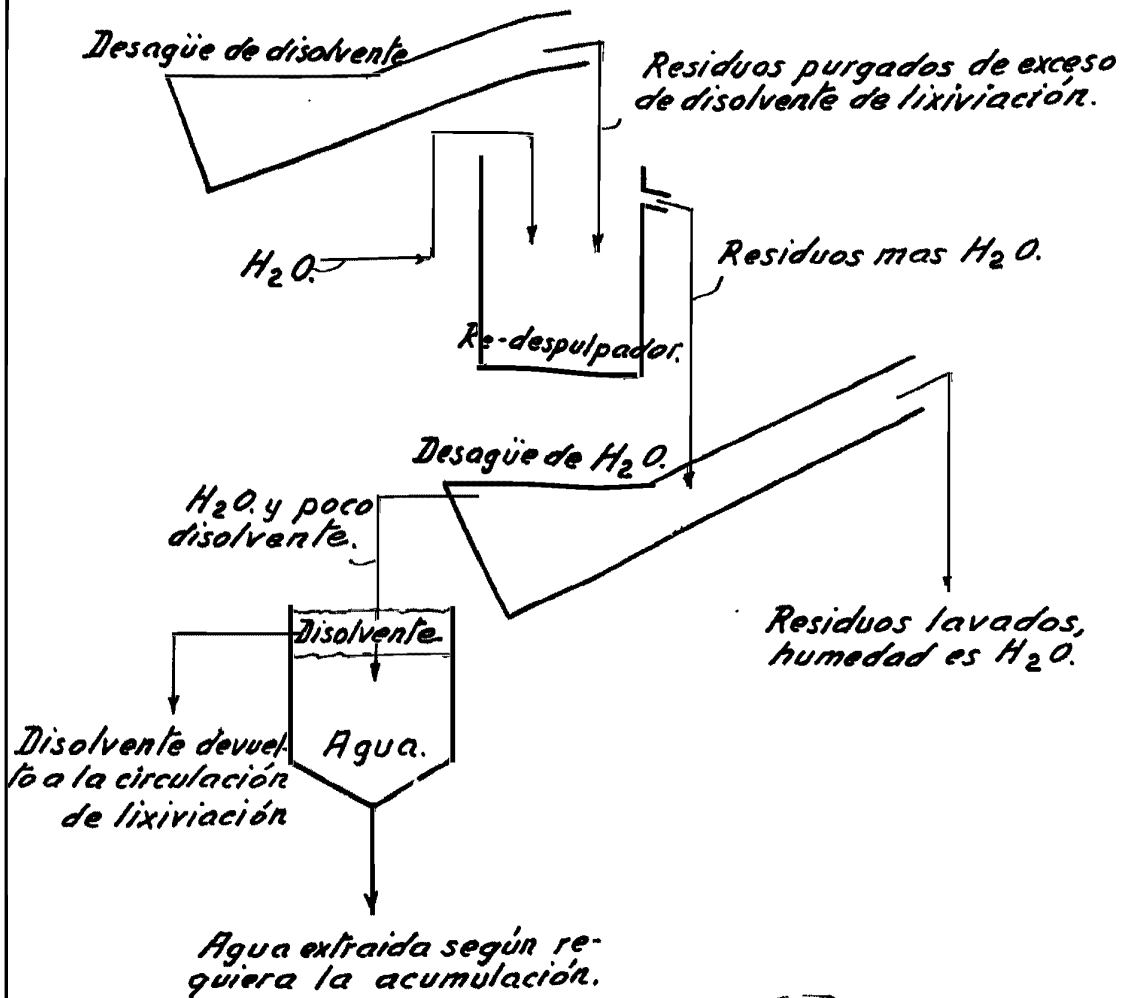
Azufre hacia secador.

Disolvente de baja viscosidad recuperado.

ESCALA...
Lucas



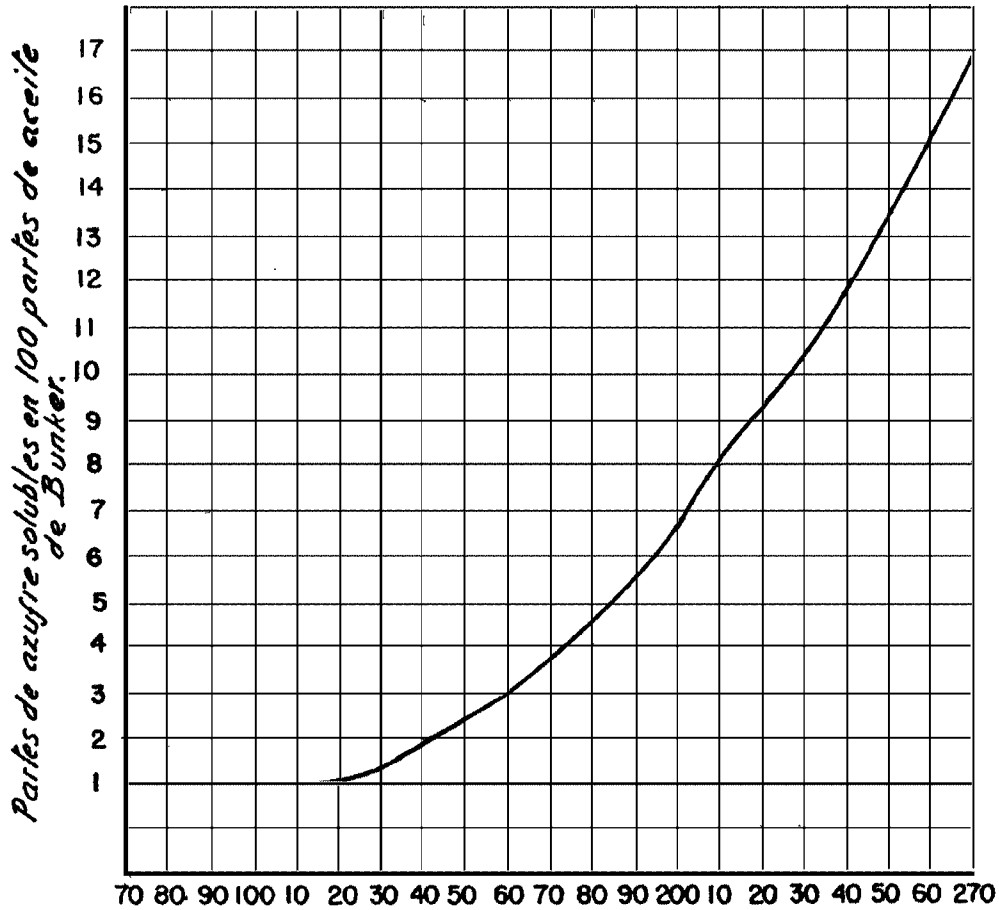
Fig. 2 259054



ESCALA VARIABLE
lluv



259054



Solubilidad de azufre en aceite de Bunker a temperaturas ascendentes y puntos de saturación para azufre en aceite de Bunker a temperaturas descendentes.

Fig. 3

ESCALA VARIABLE

Lucy