



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

República de Colombia
Ministerio de Comercio, Industria y Turismo

**PROPIEDAD
INDUSTRIAL**

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-133082- -00000-0000

Fecha: 2011-10-07 15:14:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD DE

PATENTE DE INVENCION
PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TITULO: POLVO DE AZUFRE MICRONIZADO Y METODO DE
PRODUCCION DEL MISMO

52. CLASIFICACION INTERNACIONAL: C01B 17/10, C01B 17/02

71. SOLICITANTE: SULPHUR SOLUTIONS, INC.

DOMICILIO: 6443 – 2nd Street, S.E., Calgary, AB T2H 1J5.
CANADA

74. APODERADO: Dra. MARGARITA CASTELLANOS A.

22. BOGOTA, D.C., 07 OCT. 2011



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-133082- -00000-0000

Fecha: 2011-10-07 15:14:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

adhesivo de radicación

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTES
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE:

①

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☒ Capítulo I

☐ Capítulo II

②

SOLICITANTE (71)

Nombre: **SULPHUR SOLUTIONS, INC.**

Dirección: **6443 - 2nd Street, S.E.
Calgary, AB T2H 1J5
CANADA**

Nacionalidad o Domicilio: **Calgary - CANADA**

Lugar de Constitución: **CANADA**

Teléfono: Fax:
E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número Cual

③

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: **MARGARITA CASTELLANOS A.**

Dirección: **CALLE 94A No. 7A-09**

Teléfono: **756 07 70** Fax: **755 01 58**

E-mail: **info@castellanosyco.com**

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número **39'779.654** TPA **70.819**

④

INVENTOR (ES) (72)

SATISH R. IYER
98 Willow Park Green SE
Calgary, Alberta T2J 3L1
CANADA

⑤

PCT (86)

Solicitud Internacional No. **PCT/CA2010/000331**

Fecha **09/03/2010**

Publicación Internacional No. **WO 2010/102389 A1**

Fecha **16/09/2010**

⑥

Título (54)

POLVO DE AZUFRE MICRONIZADO Y METODO DE PRODUCCION DEL MISMO

⑦

Clasificación Internacional (51) **C01B 17/10, C01B 17/02**

⑧

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

CA

(32) Fecha

09/03/2009

(31) Número de Solicitud

2,657,531

⑨

Comprobante de pago No. **11-0097364 y 11-0097385**

Fecha **Octubre 5 de 2011**

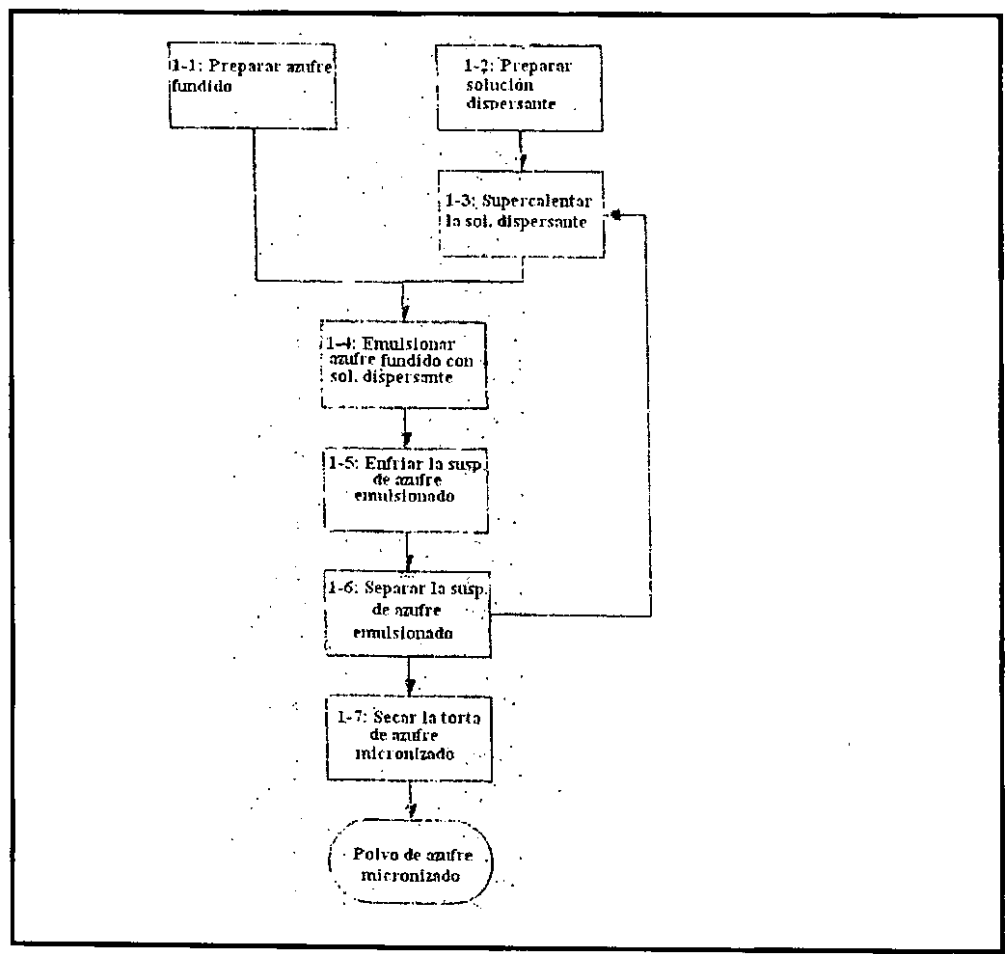
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

10

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso, junto con la sustitución del mismo a mi favor
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☐ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).
- ☐ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☒ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
- ☒ Otros Tarjeta Propietario y Extracto para la Publicación Formas PCT/IB/306 (notificación de un cambio)

11 FIGURA CARACTERISTICA:



12 Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO
 FIRMA: *Margarita Castellanos Abondano*
 C.C. No. 39'779.654 Usaquén - TPA 70.819 C.S.J.

07 OCT. 2011

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 11 - 0097385

Bogotá D.C., Octubre 05 de 2011 - 14:36:06

RECIBIDO DE : CASTELLANOS Y Y CO NI 800.174.641

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	383921101	05/10/2011	10.293.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-09 OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD INDUSTRIAL	99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	378.000.00	378.000.00
				\$378.000.00

SON: **TRESCIENTOS SETENTA Y OCHO MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 11-133082- -00000-0000
Fecha: 2011-10-07 15:14:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 11 - 0097364

Bogotá D.C., Octubre 05 de 2011 - 14:36:06

RECIBIDO DE : CASTELLANOS Y Y CO NI 800.174.641

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	383921101	05/10/2011	10.293.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. LINDITARIO	Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	571.000.00	571.000.00
				\$571.000.00

SON: **QUINIENTOS SETENTA Y UN MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-133082- -00000-0000

Fecha: 2011-10-07 15:14:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Octubre 5 de 2011 - 14:36:07

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
16 September 2010 (16.09.2010)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2010/102389 A1

- (51) International Patent Classification:
C01B 17/10 (2006.01) C01B 17/02 (2006.01)
- (21) International Application Number:
PCT/CA2010/000331
- (22) International Filing Date:
9 March 2010 (09.03.2010)
- (25) Filing Language: English
- (26) Publication Language: English
- (30) Priority Data:
2,657,531 9 March 2009 (09.03.2009) CA
- (72) Inventor; and
- (71) Applicant: IYER, Satish R. [CA/CA]; 98 Willow Park Green SE, Calgary, Alberta T2J 3L1 (CA).
- (74) Agent: FURMAN, Cory J.; 1500.- Hill Centre 1, 1874 Scarth Street, Regina, Saskatchewan S4P 4E9 (CA).
- (81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,

CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

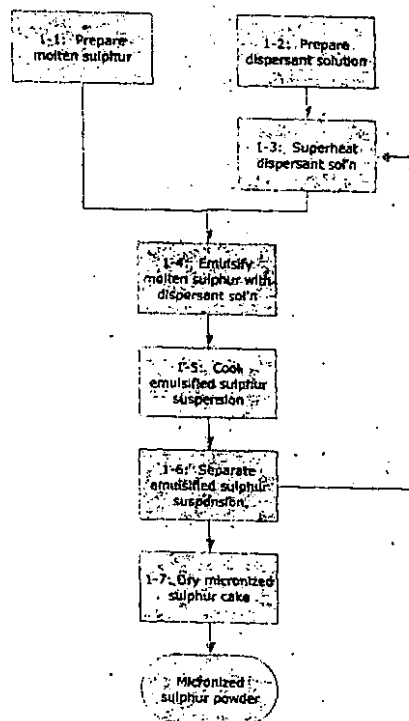
- (84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

— with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: MICRONIZED SULPHUR POWDER AND METHOD OF PRODUCTION OF SAME

Figure 1:



(57) Abstract: A process is provided for the production of a micronized sulphur powder product as well as a micronized sulphur cake intermediate. Production of the micronized sulphur powder using this process, which comprises preparation of a micronized sulphur emulsion from molten sulphur and a dispersant solution, from which the dispersant solution is subsequently removed, produces a product of superior quality, and the method of production itself has enhanced safety and economic attributes.

WO 2010/102389 A1

MICRONIZED SULPHUR POWDER AND METHOD OF PRODUCTION OF SAME

This invention is in the field of mineral processing, and more particularly deals with a process for converting lump sulphur into a micronized powder.

BACKGROUND

Elemental sulphur is an essential ingredient in a number of industrial applications including in crop fertilizer applications, ammunition manufacture, and rubber vulcanization, to name a few.

One of the problems in the prior art with the use of particulate sulphur in fertilizer applications is that when applied in the form of large particles greater than 100 micron size, elemental sulphur is very slow in reaching the needy roots of plants to pass on the required nutrients. This is because sulphur, in its original elemental form, is insoluble in water and hence

cannot be absorbed by the roots of plants. However, bacteria in the soil feed on elemental sulphur and convert it to water soluble sulphate which is subsequently readily absorbed by plant roots.

The problem with direct application of water soluble sulphate fertilizers is that the method suffers from over dissolution, uncontrolled release and leaching during incessant precipitation leading to poor returns on farm input investment. However, with smaller sized particulate sulphur, at a particle size less than about 30 (<30) microns, absorption and conversion of particulate sulphur is optimal and much more effective. When applied to plants, finely divided micronized sulphur can provide the plants with nutrients in the same season of application - as such micronized sulphur (<30 microns) has tremendous value and application in the fertilizer industry. On this basis, if there were a practical or effective means of producing large quantities of micronized sulphur particles this would be of great use in the fertilizer industry.

There is also application for the use of micronized sulphur in ammunition manufacturing, since finely divided sulphur particles would combust with greater efficiency and effectiveness. Use of a consistent finely sized micronized sulphur particle in ammunition manufacture would, it is believed, result in the manufacture of a higher quality and more consistent ammunition.

The automobile and aviation tire manufacturing industry also use large quantities of fine sulphur powder for vulcanization of rubber. The reaction between sulphur and rubber results in very hard and durable rubber that can be maintained over a comparatively wide range of temperature. Thus, the finer the sulphur powder the better would be the reaction with rubber and the higher would be the quality of tire produced. In other applications, the paint industry also uses very fine sulphur powder as a color blend. Micronized sulphur is widely used as a fungicide, insecticide and pesticide, and also has medicinal uses for treating skin ailments in humans.

Current processes for the production of micronized sulphur powder are dangerous and energy inefficient. Micronized sulphur powder is quite often presently produced by pulverizing sulphur lumps in mechanical milling equipment. Particularly in circumstances where very finely sized particles are acquired, conventional milling results are dependent upon substantial energy consumption. As such, if it was possible to determine a method of production of micronized sulphur powder which either used means other than mechanical milling or a mechanical milling process that significantly decreased the energy requirement, it would be desirable from an economic perspective.

Another problem with current day milling technologies used to produce micronized sulphur powder is the fire and explosion risk and hazard presented by the milling process. Sulphur is a flammable and explosive substance, and by its nature mechanical milling can result in risk exposure to explosion. As such, people who are milling sulphur into a micronized product have in the past needed to

install expensive fire prevention systems to protect personnel and prevent accidents. If it were possible to find a method of micronized and sulphur that lesson the risk of fire or explosion this would also be desirable over methods in the prior art.

Other shortcomings of the grinding process include the fact that the work environment is very loud for the operating personnel. In terms of the grinding media and the equipment as a whole, conventional grinding or milling technology requires ongoing maintenance and regular media replacement, which lead to increased production costs. Reduction of maintenance and media costs would be desirable, as well as the fact that if there was a means of micronized in sulphur without the need for grinding, contamination and the final product could theoretically be reduced insofar as the grinding media itself [albeit in minor quantities] would not contaminate the final product.

SUMMARY OF THE INVENTION

It is an object of the present invention to provide a method for the production of micronized sulphur powder from lump sulphur that overcomes problems in the prior art.

In a first embodiment the present invention provides a method for the production of micronized sulphur particles. The method comprises heating solid sulphur stock to a temperature above a melting point of sulphur such that the sulphur stock melts and forms liquid sulphur; preparing a dispersant solution by mixing a dispersant agent with solvent in selected proportions; containing the dispersant solution under pressure and raising a temperature of the dispersant solution to a temperature about equal to the temperature of the liquid sulphur; blending the liquid sulphur and dispersant solution together to produce an emulsified sulphur suspension; cooling the emulsified sulphur suspension to a temperature below the melting point of sulphur; removing the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave sulphur particles; and drying the sulphur particles.

In a second embodiment the present invention provides a method for the production of a micronized sulphur powder product. The method comprises in an open container, heating solid sulphur stock to a temperature above a melting point of sulphur such that the sulphur stock melts and forms liquid sulphur; preparing a dispersant solution in an open container by mixing a dispersant agent with solvent in selected proportions; pumping the dispersant solution through a pressurized heat exchanger to raise the temperature of the dispersant solution while containing same under pressure to maintain the dispersant solution in a liquid state, and pumping the dispersant solution from the heat exchanger to a pressurized blending chamber; pumping the liquid sulphur into the blending chamber and blending the liquid sulphur with the dispersant solution to form an emulsified sulphur suspension; pumping the emulsified sulphur suspension out of the homogenizer and cooling the emulsified sulphur suspension to a temperature below the melting point of sulphur; filtering the cooled

emulsified sulphur suspension to remove the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave a cake of sulphur particles; and drying the cake to form the micronized sulphur powder product.

In a third embodiment the present invention provides a micronized sulphur powder product wherein 95% of the particles in the sulphur powder product are less than about 100 microns in size.

The present invention provides an enhanced or improved method for the production of micronized sulphur from lump sulphur that will decrease the energy consumption and costs of production of same over the methods currently used in the prior art.

The present invention provides a micronized sulphur powder created as a result of the emulsion of molten sulphur with a dispersant agent solution, and the subsequent recovery of the dispersion agent solution there

from, which micronized sulphur powder will provide benefits over sulphur powder produced in accordance with conventional milling practices.

The invention includes a method of production of a micronized sulphur powder product. The method of production of micronized sulphur powder disclosed herein will result in the production of a micronized sulphur powder product which is heretofore difficult or impossible to produce in accordance with conventional milling techniques.

The first step in the production of the micronized sulphur powder of the present invention will be the preparation of molten sulphur, in a tank or heating vessel of some kind. The published melting point of pure sulphur is about 115°C. Generally, industrially obtained sulphur melt is obtained in the range of about 115°C to about 150°C. The melting is usually performed in a vessel or like container such that the further processing of the sulphur can be performed.

In addition to the melting of the sulphur, the other introductory step to the method of the present invention is the preparation of a dispersant solution for blending or homogenizing with the molten sulphur. This step comprises mixing of one or more dispersant agents with water into a dispersant solution, which is then superheated into the same range of temperature of the molten sulphur, is the next stage in the process.

Such superheating of dispersant solution is performed in a heat-exchanger or boiler under elevated pressures in order to keep the dispersant in liquid form as the temperature rises above the boiling point. Various types of dispersant agents can be used, and the solid concentration or density of the final sulphur emulsion can be affected by adjustment of the concentration of the dispersant solution.

In some embodiments, carboxy-methyl-cellulose is used as a dispersing agent. In some embodiments Naphthalene Sulfonate compounds such as in the trade product Morwet™ are used as a dispersant agent. In some embodiments a

surfactant is effective for use as a dispersant agent. Those of skill in the art will be readily able to determine those dispersing agents that will be compatible with sulphur and the temperature and pressure parameters inherent in the process of the present invention.

Following preparation of the superheated dispersant solution, and the molten sulphur, a key step in preparation of the micronized sulphur powder in accordance with the process of the present invention is the blending or homogenization of the molten sulphur and the heated dispersant solution to produce an emulsified sulphur suspension. Various types of emulsification, homogenization, or blending equipment can be used, as will be understood by those skilled in the art.

Following preparation of the emulsified sulphur suspension, that suspension will be cooled, using a heat exchanger or other similar equipment, to below the melting point of the sulphur, and below the boiling point of the dispersant solution. On the cooling of the emulsified sulphur suspension in this fashion, the

finely dispersed and molten sulphur droplets in that emulsification will solidify, forming micronically sized solid sulphur particles. Such cooling can also be achieved without a heat-exchanger by simply flashing and cooling the hot sulphur emulsion to a lower pressure.

In some embodiments, sulphur particles with an average size of less than about 100 microns are produced. In some embodiments, sulphur particles with an average size of less than about 30 microns are produced. Sulphur particles smaller than 1 micron size can also be produced in substantial quantities.

Further processing of the cooled emulsified sulphur suspension, which at this point contains the micronically sized solid sulphur particles would be to recover or to remove the dispersant solution from that suspension, using a centrifuge or other filtration device. This stage of the process would yield a micronized sulphur cake which could then as a last step be dried or comminuted into a micronized sulphur powder.

The micronized sulphur powder of the present invention could be blended with additional ingredients in certain applications, and these subsequent blending steps could be added to the basic process of the present invention.

The method of the present invention will result in the production of a consistent and high-quality micronized sulphur powder which is produced with far less energy requirements than prior art milling techniques. In addition to less energy consumption, the wear and tear on equipment is far less, and the method of the present invention uses widely available and non-sophisticated commercial equipment in the production of the micronized sulphur powder in question. The method of production of the present invention is also far more safe than prior art milling techniques in terms of reduced likelihood of explosion or other damage.

In addition to the novel method of production of sulphur

powder disclosed herein, the micronized sulphur powder which is the product of the process of the present invention represents an advance in the production of this product over the state of the art. The product which is produced using the method of the present invention, micronized sulphur powder, will be comprised of particles of relatively consistent size and a very small micron measurement. Micronically sized sulphur particles have significant commercial utility and benefits. In addition, the micronized sulphur powder of the present invention will be of an increased quality or purity insofar as the impurities generated from milling equipment will not be present.

In addition to the micronized sulphur powder of the present invention, the intermediate micronized sulphur powder cake is also a product which may have commercial utility and which is produced with significantly less energy and with excellent quality compared to products available in the prior art.

DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

While the invention is claimed in the concluding portions hereof, preferred embodiments are provided in the accompanying detailed description which may be best understood in conjunction with the accompanying diagrams where like parts in each of the several diagrams are labelled with like numbers, and where :

Figure 1 is a flow chart demonstrating one embodiment of the process for manufacturing micronized sulphur of the present invention;

Figure 2 is a schematic illustration of an embodiment of a process of the invention.

DETAILED DESCRIPTION OF THE ILLUSTRATED EMBODIMENTS

As described in further detail below, the present invention comprises a method for the production of a

micronized sulphur power product, and that product itself, which method offers advantages over prior art methods of production of same and yields a micronized sulphur power product of a higher quality than prior art methods.

Method of production of micronized sulphur powder:

Prior art methods of production of sulphur powder have typically concentrated on mechanical milling processes. Mechanical milling of lump sulphur, particularly where the desired effect is to mill that product to a powder of a small particle size has many limitations including the safety of the process itself as well as that mechanical milling of this nature consumes large quantities of energy and is hard on the milling equipment itself.

Figure 1 is a flow chart demonstrating one embodiment of the method of production of a micronized sulphur powder product in accordance with the present

invention.

Overall the first grouping of steps in this process is directed towards the production of a molten sulphur emulsion, which upon drying or further processing will result in the creation of the desired powdered sulphur product of the desired particle size.

The first two steps in the method of Figure 1 are the production of molten sulphur and a superheated water dispersant solution, for subsequent blending. Molten sulphur is produced in a heating vessel by heating lump sulphur or other sulphur starting stock to above the melting point of sulphur. This generally requires heating to a temperature between about 115 and 150°C. Means for mixing the melting sulphur can be included to improve the rate of melting where desired.

Production of the molten sulphur is shown at Step 1-1 in the flow chart of Figure 1. The specific types of equipment which can be used to produce molten sulphur will be understood to those skilled in the art and are

all contemplated within the scope hereof and equipment, using adjusted process parameters, which will accomplish the objective of allowing for the melting and pumping of sulphur under pressure is contemplated within the scope of the present invention.

Step 1-2 of Figure 1 shows the second startup step which is conducted in the method of the present invention, which is the preparation of a dispersant solution for blending with the molten sulphur. Various dispersant agents can be used in the dispersant solution in question, including but not limited to dispersant agents such as Naphthalene Sulfonate compounds found in Morwet™ or CMC (Carboxy Methyl Cellulose), or surfactant. Other dispersant agents will be compatible with the method of the invention, and those skilled in the art will be able to readily determine those dispersants that are useful.

The ratio or proportion of dispersant agent to be added by volume to water to form the dispersant solution being prepared in the practice of the present method will vary, dependent upon the desired outcome of the method.

Dependent upon the desirable solids content in the homogenized solution yielded upon blending of the dispersant solution with the molten sulphur, and the characteristics of the specific dispersant agent used in the dispersant solution, the ratio or volume of dispersant agent to be added in the production of the solution will be adjusted accordingly. The ratio could also depend on the potency of the dispersant agent.

In the specific case, for example, of the use of carboxy methyl cellulose or naphthalene sulfonate compound as the dispersant agent, it is contemplated that the desirable ratio for use of that dispersant agent in the production of dispersant solution for use in the process of the present invention would be between about 0.001% to about 10%, or between about 1 to about 100 parts per thousand by volume (v/v). It will be understood that the ratio of dispersant agent used will be dependent upon the desired output of the process (e.g. desired average particle size) as well as the characteristics of the particular agent in question and that all such

adjustments or modifications to the process are contemplated within the scope of the present invention.

Following blending of water with the dispersant agent or agents which are selected, the dispersant solution is superheated under pressure, using heat exchanges, boilers, hot water generator or other heating equipment which will be understood and known to those skilled in the art, which will accomplish the objective of allowing for the heating of the dispersant solution under pressure to a temperature in a range from about 115°C - 150°C.

In practice a pressure vessel capable of operating in the range from about 25 to about 80 psig, is effective to permit heating of a substantially aqueous dispersant solution to a temperature of between about 115°C to about 150°C, while substantially maintaining the dispersant solution in liquid form. Depending on the chemical nature of the dispersant solution, more or less pressure will be required to maintain the dispersant as a liquid when it is contacted with the molten sulphur in the homogenizing pressure vessel (or reaction vessel). Those skilled in the art will be able to readily

determine the appropriate pressure required in order to maintain the components of the process in a substantially liquid phase, within the desired temperature range.

For the purposes of demonstration, the superheating under pressure of the dispersant solution is shown in Figure 1 at Step 1-3. In terms of the specific temperature of the heated dispersant solution, the dispersant solution is optimally heated to the same temperature as the molten sulphur.

The next step in the process, shown at Step 1-4, is the blending of the molten sulphur and the heated dispersant solution to produce an emulsified sulphur suspension. Blending of the molten sulphur and heated dispersant solution into an emulsified sulphur suspension could be done using various prior art equipment. Various types of homogenization equipment using mechanical means or by pressure application will be understood to those skilled in the art -- for example, this step could be accomplished using a fast rotating mechanical disc type homogenizer, or a high pressure nozzle atomization

type of emulsification equipment. The result of this step will be the homogenization or emulsification of minute molten sulphur droplets within the dispersant solution, yielding emulsified sulphur suspension. By varying the speed of the blending apparatus, or the size/pressure of the atomizer spray, the process can be optimized to produce particles of a certain average size, or of a certain maximum or minimum size.

Following discharge from the emulsification or homogenization equipment, the emulsified sulphur suspension is cooled, in a heat exchanger or other similar equipment, to below the melting or boiling point of sulphur. Specifically, the cooling of the emulsified sulphur suspension to below 100°C for further processing is contemplated. The hot sulphur emulsion can also be cooled by simply flashing it to a lower pressure inside a container.

On cooling of the emulsified sulphur suspension in this fashion, the finely dispersed molten sulphur droplets in that emulsification will solidify, forming micron sized solid sulphur particles. The cooled sulphur emulsion

at this point would be very stable as well and could be stored in this form before further processing with just mild mixing or agitation.

Further processing of the emulsified sulphur suspension, once cooled, to yield micronized sulphur cake or powder can again be accomplished using readily available equipment. It is specifically contemplated that the next step in this process would be to recover or remove the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension using a filtering device such as a mechanical filter, decanter or centrifuge. This is shown at Step 1-6 in Figure 1. This would result in the separation of the finely dispersed micronic sulphur particles, created during the emulsification process, from the dispersant solution which was initially created at Step 1-2 and blended with the molten sulphur.

Recovery of the dispersant solution from the particulate sulphur created to allow for the recycling of the dispersant solution or re-feeding the dispersant solution in a continuously operated process, or the recovered dispersant solution could be tanked

for subsequent use or reuse in a batch operated process as well.

It is also understood that the dispersant solution once removed from the emulsified sulphur suspension could be discarded but both from the environmental perspective as well as in terms of the economics of subsequent batch processing is contemplated that the dispersant solution could be reused once recovered, perhaps with the adjustment or reconstitution of that dispersant solution with the addition of additional water or dispersant agents to reconstitute it to the appropriate parameters.

Upon separation of the emulsified sulphur suspension, by removal of the dispersant solution from the micronized sulphur particles created therein, the remaining product would be a micronized sulphur cake made up of homogeneous sulphur particles the size of which could be adjusted or determined during the emulsification step of the process, shown at 1-4, by adjusting the operating parameters of the emulsification equipment being used.

In some embodiments, the particle size produce will be determined by process parameters, for example, but without being limiting, the speed of blending, the time of blending, the physical characteristics of blades used in a blending apparatus, pressure of blending, temperature of blending, etc. In some embodiments, the process can be performed to select for particles of a certain average size, for example particles of about 100 microns, or in some embodiments particles of about 30 microns or smaller.

In some embodiments, post-processing handling, for example, the used of defined mesh screens could be used to further enrich for particles of a certain maximum or minimum size. Particles not retained would be returned to the process for remelting and reprocessing according to the method of the invention. Thus, in some embodiments a micronized sulphur product having 95% of the particles less than 100 microns in size could be obtained. In some embodiments a micronized sulphur product having 95% of the particles less than 30 microns in size could

be similarly obtained.

The micronized sulphur cake itself may be a product recovered for a particular industrial use, but insofar as it is primarily contemplated that the micronized sulphur cake forms a further intermediate which must be finally processed into powder, the final step in the embodiment of the process of Figure 1, to yield a micronized sulphur powder, is to dry the sulphur cake, using conventional drying equipment, to obtain dry micronized sulphur powder. This drying step is shown in Figure 1 at 1-7.

The micronized sulphur powder recovered from the process of the present invention could either be packaged or stored for use in this form, or could be blended with additional ingredients. Blending of the micronized sulphur powder in question with other ingredients dependent upon its end-use will again be a conventional technique or use conventional equipment as will be understood by one skilled in the art and on that basis the specifics of a blending step are contemplated within the scope hereof.

As outlined, the particle size in the sulphur cake recovered in the separation of the emulsified sulphur suspension can be controlled and adjusted by adjusting the operation of the homogenizer equipment used in Step 1-4. Similarly, the desirable solid contents of the emulsified sulphur suspension, between 0.001% to 85%, can be controlled by varying the dispersant quantity in the solution. The claimed invention uses available market equipment thereby reducing the operating and maintenance costs of the machinery. Those skilled in the art understand that many types of equipment or equipment modifications could be used in different production stages or environment to implement or accomplish the method of the present invention.

A Process Example

Fig. 2 schematically illustrates an embodiment of a method of the present invention for the production of a micronized sulphur powder product. The method comprises heating solid sulphur stock to a temperature above a melting point of sulphur such that the sulphur

stock melts and forms liquid sulphur. The melting point of sulphur is about 115°C and the sulphur may be heated higher, such as to 150°C or even 200°C. This can be accomplished by placing the solid sulphur stock into an open sulphur container 1 and heating the stock with a heating medium 3 such as circulation of steam or oil, or the like as is known in the art.

The dispersant solution is prepared by mixing a dispersant agent with solvent in selected proportions in an open dispersant container 5. Those skilled in the art will recognize that many products can be used as a dispersant agent for example a Naphthalene Sulfonate compound, such as is found in the trade product Morwet™, made by Akzo Nobel or Carboxy Methyl Cellulose, or a surfactant, at a suitable proportion such as 1 and 100 parts per thousand volume of the dispersant solution. Typically it is contemplated that the solvent will be water, but other solvents might also be used.

For example it has been found that using Morwet™ D-425 at about 0.5 to 1.5 weight % with a water solvent produces a satisfactory dispersant solution, and results

in a sulphur particle size of about 30 microns.

The dispersant solution is contained under pressure and heated to a temperature about equal to the temperature of the liquid sulphur. In the illustrated embodiment of Fig. 2, the dispersant solution is pumped from the dispersant container 5 through a pressurized heat exchanger 7 to raise the temperature of the dispersant solution while containing same under pressure to maintain the dispersant solution in a liquid state. The required pressure to keep the dispersant solution in liquid form will depend on the temperature to which the dispersant is heated to and the pressure could range anywhere between 20 psig to 200 psig.

The dispersant solution at the desired temperature flows from the heat exchanger 7 to a pressurized blending chamber 9 through a dispersant conduit 11. The liquid sulphur is pumped from the sulphur container 1 into the blending chamber 9 through a sulphur conduit 13 and blended with the dispersant solution to produce an emulsified sulphur suspension.

For thorough blending, the blending chamber 9 can be

provided by a homogenizer, for example a fast rotating mechanical disc type homogenizer, or a high pressure nozzle atomization type of homogenizer. In the illustrated embodiment, the homogenizer blending chamber 9 has an input port 15, and the liquid sulphur and dispersant solution are pumped into the input port 15 together. The dispersant conduit 11 and sulphur conduit 13 are connected at a T-connection and then enter the blending chamber 9 together in selected proportions achieved by coordinating the volume pumped from each of the containers 1 and 5.

In the illustrated example the sulphur was present in the emulsified sulphur suspension at about 65-70 weight%. Sulphur content has been as high as 85 weight% however flowability of the solution becomes problematic. Higher sulphur content results in reduced dispersant solution and therefore reduces operating costs.

The proportion of dispersant agent in the dispersant solution will be related to the proportion of sulphur that can be present in the emulsified sulphur suspension for satisfactory results.

The emulsified sulphur suspension, still under pressure, flows out of the homogenizer blending chamber 9 and is cooled to a temperature below the melting point of sulphur, ie. below about 115°C. In the illustrated embodiment the emulsified sulphur solution is cooled by pumping the emulsified sulphur solution into an open vessel 19 at atmospheric pressure such that vaporization of the solvent in the dispersant solution causes cooling. Further cooling with heat exchangers or the like can be provided as well.

Then the dispersant solution is removed from the emulsified sulphur suspension to leave sulphur particles. In the illustrated embodiment of Fig. 2, the cooled emulsified sulphur suspension is filtered to remove the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave a cake of sulphur particles. A continuous filter, such as a belt filter 21, is used such that the process is continuous.

The caked sulphur particles 23 are dried with a drier 25 to form the micronized sulphur powder product 27.

The dispersant solution removed from the emulsified sulphur suspension can be reprocessed to the selected proportion of dispersing agent and solvent in a process step 29 and then returned to the dispersant container 5 to be re-used.

It is contemplated as well that it could be possible that the solid sulphur stock and the dispersant solution could be mixed together and then heated to the temperature above a melting point of sulphur, and blended together to produce an emulsified sulphur suspension after the solid sulphur stock has melted.

Micronized sulphur powder product:

In addition to providing for an enhanced method of production of a micronized sulphur powder product, the sulphur powder product is contemplated to be novel and within the scope of protection hereof, as a micronized sulphur powder product wherein 95% of the particles in the dried cake are less than about 100 microns or less than about 30 microns in size, as is made with the present

process, is not known in the art.

The sulphur powder product of a consistently low micron size produced in accordance with the method of the present invention enjoys several functional and economic benefits over sulphur powder products produced using prior art milling methods.

The foregoing is considered as illustrative only of the principles of the invention. Further, since numerous changes and modifications will readily occur to those skilled in the art, it is not desired to limit the invention to the exact construction and operation shown and described, and accordingly, all such suitable changes or modifications in structure or operation which may be resorted to are intended to fall within the scope of the claimed invention.

CLAIMS

1. A method for the production of micronized sulphur particles, the method comprising:

heating solid sulphur stock to a temperature above a melting point of sulphur such that the sulphur stock melts and forms liquid sulphur;

preparing a dispersant solution by mixing a dispersant agent with solvent in selected proportions;

containing the dispersant solution under pressure and raising a temperature of the dispersant solution to a temperature about equal to the temperature of the liquid sulphur;

blending the liquid sulphur and dispersant solution together to produce an emulsified sulphur suspension;

cooling the emulsified sulphur suspension to a temperature below the melting point of sulphur;

removing the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave sulphur particles; and

drying the sulphur particles.

2. The method of claim 1 comprising heating the solid sulphur stock to a temperature above about 115°C.

3. The method of any one of claims 1 and 2 wherein the dispersant agent is one of a Naphthalene Sulfonate compound, Carboxy Methyl Cellulose, and surfactant.

4. The method of any one of claims 1 - 3 wherein the dispersing agent from is present at between 1 and 100 parts per thousand volume of the dispersant solution.

5. The method of any one of claims 1 - 4 wherein the dispersant solution is prepared in an open container and pumped through a pressurized heat exchanger to raise the temperature of the dispersant solution while containing

same under pressure to maintain the dispersant solution in a liquid state, and from the heat exchanger to a pressurized blending chamber.

6. The method of claim 5 wherein the liquid sulphur is pumped into the blending chamber and blended with the dispersant solution to form the emulsified sulphur suspension.

7. The method of claim 6 wherein the blending chamber comprises a homogenizer.

8. The method of claim 7 wherein the homogenizer has an input port, and wherein the liquid sulphur and dispersant solution are pumped into the input port together in selected proportions.

9. The method of any one of claims 6 - 8 wherein the

emulsified sulphur suspension flows out of the homogenizer and is cooled to a temperature below the melting point of sulphur.

10. The method of claim 9 wherein the emulsified sulphur solution is cooled by pumping the emulsified sulphur solution into an open vessel at atmospheric pressure such that vaporization of the solvent in the dispersant solution causes cooling.

11. The method of any one of claims 9 and 10 wherein the cooled emulsified sulphur suspension is filtered or centrifuged to remove the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave a cake of sulphur particles.

12. The method of claim 11 wherein the cooled emulsified sulphur suspension is filtered with a continuous filter, such that the process is continuous.

13. The method of claim 12 wherein the continuous filter comprises a belt filter.

14. The method of claim 1 wherein the solid sulphur stock and the dispersant solution are mixed together and then heated to the temperature above a melting point of sulphur, and blended together to produce an emulsified sulphur suspension after the solid sulphur stock has melted.

15. The method of any one of claims 1 - 15 wherein the dispersant solution removed from the emulsified sulphur suspension is reprocessed to the selected proportion of dispersing agent and solvent and re-used.

16. A method for the production of a micronized sulphur powder product, the method comprising:

in an open container, heating solid sulphur stock to a temperature above a melting point of sulphur such that the sulphur stock melts and forms liquid sulphur;

preparing a dispersant solution in an open container by mixing a dispersant agent with solvent in selected proportions;

pumping the dispersant solution through a pressurized heat exchanger to raise the temperature of the dispersant solution while containing same under pressure to maintain the dispersant solution in a liquid state, and pumping the dispersant solution from the heat exchanger to a pressurized blending chamber;

pumping the liquid sulphur into the blending chamber and blending the liquid sulphur with the dispersant solution to form an emulsified sulphur suspension;

pumping the emulsified sulphur suspension out of the homogenizer and cooling the emulsified sulphur suspension to a temperature below the melting point of sulphur;

filtering the cooled emulsified sulphur suspension to remove the dispersant solution from the emulsified sulphur suspension to leave a cake of sulphur particles; and

drying the cake to form the micronized sulphur powder product.

17. The method of claim 16 wherein the blending chamber comprises a homogenizer.

18. The method of claim 17 wherein the homogenizer has an input port, and wherein the liquid sulphur and dispersant solution are pumped into the input port together in selected proportions.

19. The method of any one of claims 16 - 18 wherein the emulsified sulphur solution is cooled by pumping the emulsified sulphur solution into an open vessel at

atmospheric pressure such that vaporization of the dispersant solution causes cooling.

20. The method of claim 16 wherein the cooled emulsified sulphur suspension is filtered with a continuous belt filter, such that the process is continuous.

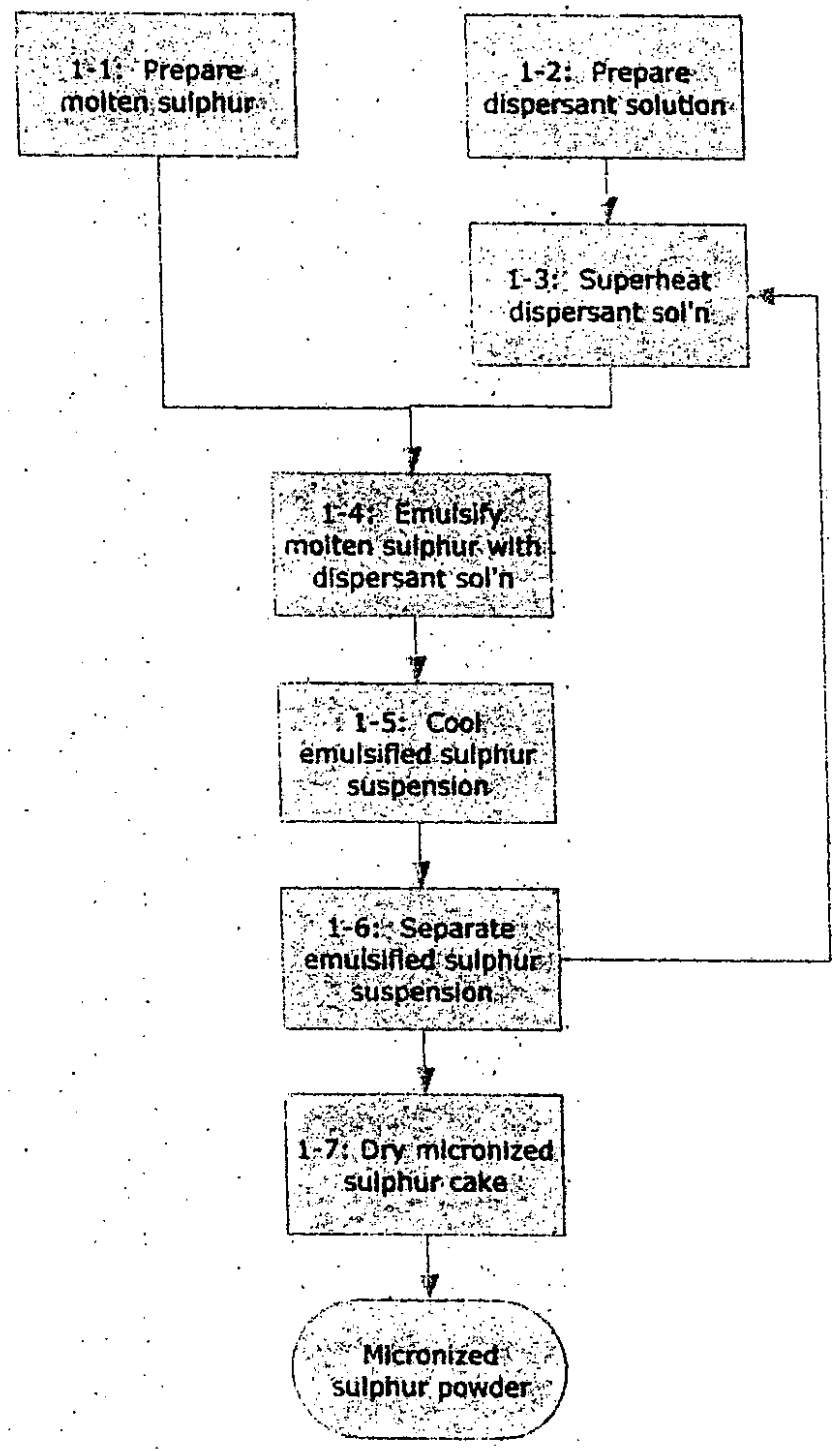
21. The method of any one of claims 1 - 20 wherein the average sulphur particle size is less than about 100 microns.

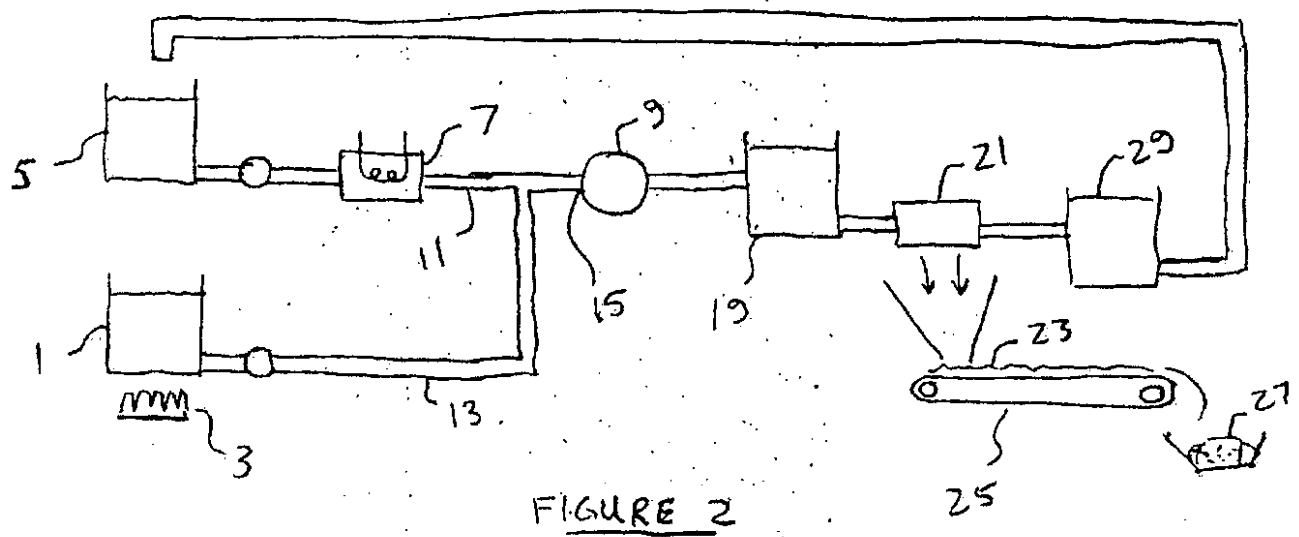
22. The method of claim 21, wherein the average sulphur particle size is less than about 30 microns.

23. A micronized sulphur powder product wherein 95% of the particles in the sulphur powder product are less than about 100 microns in size.

24. The micronized sulphur powder product of claim 21 wherein 95% of the particles in the sulphur powder product are less than about 30 microns in size.

Figure 1:





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2010/000331

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC: C01B 17/10 (2006.01), C01B 17/02 (2006.01) According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC: C01B 17 ECLA: C01B 17/02S Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used) Canadian Patents Database, EPOQUE, Scopus and keywords: micro+, sulfur, surfactant +, and dispers+		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US5788896A (Bertram et al.) 04 August 1998 (04-08-1998) *see column 1, lines 59-61; column 5, lines 28-31	23 and 24
Y	*whole document, especially column 2, lines 34-37	1-22
Y	GB1119363A (Elliott) 10 July 1968 (10-07-1968) *see whole document	1-22
A	US3504061A (Elliott) 31 March 1970 (31-03-1970) *see whole document	1-24
A	CA1079905A1 (Elliott) 24 June 1980 (24-06-1980) *see whole document	1-24
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 27 April 2010 (27-04-2010)		Date of mailing of the international search report 29 April 2010 (29-04-2010)
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001-819-953-2476		Authorized officer PHAM Thi Tham (819) 953-0771

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CA2010/000331

Patent Document Cited in Search Report	Publication Date	Patent Family Member(s)	Publication Date
US5788896A	04-08-1998	AU737554B2	23-08-2001
		AU6086198A	18-09-1998
		CA2199341A1	06-09-1998
		CA2199341C	26-11-2002
		DE69818230D1	23-10-2003
		DE69818230T2	01-07-2004
		EP0963340A1	15-12-1999
		EP0963340B1	17-09-2003
		WO9838126A1	03-09-1998
GB1119363A	10-07-1968	GB1119363A	10-07-1968
US3504061A	31-03-1970	US3504061A	31-03-1970
CA1079905A1	24-06-1980	CA1079905A1	24-06-1980
		FR2302776A1	01-10-1976
		FR2302776B1	18-12-1981
		FR2302777A1	01-10-1976
		FR2302777B1	01-08-1980
		GB1536693A	20-12-1978
		JP51112792A	05-10-1976
		JP51112793A	05-10-1976
		US4254067A	03-03-1981
		US4364774A	21-12-1982

PATENT COOPERATION TREATY

PCT/CA2010/000331

ADVANCE E-MAIL

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

FURMAN, Cory J.
1500 - Hill Centre 1
1874 Scarth Street
Regina, Saskatchewan S4P 4E9
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 29 September 2010 (29.09.2010)	
Applicant's or agent's file reference 017051-0007	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/CA2010/000331	International filing date (day/month/year) 09 March 2010 (09.03.2010)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant	☐ the inventor	☐ the agent
☐ the common representative		
Name and Address	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☒ the person	☐ the name	☐ the address
☐ the nationality		
☐ the residence		
Name and Address SULPHUR SOLUTIONS, INC. 6443 - 2nd Street, S.E. Calgary, AB T2H 1J5 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary: The person identified in Box 2 should be added to the record as applicant for all designated States except the United States of America.		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority	
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned	
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned	
☐ other:		

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Laniel David
Facsimile No. +41 22 338 89 95	e-mail pt04.pct@wipo.int
	Telephone No. +41 22 338 74 04

PATENT COOPERATION TREATY

PCT/CA2010/000331

ADVANCE E-MAIL

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

FURMAN, Cory J.
1500 - Hill Centre 1
1874 Scarth Street
Regina, Saskatchewan S4P 4E9
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 29 September 2010 (29.09.2010)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 017051-0007	
International application No. PCT/CA2010/000331	International filing date (day/month/year) 09 March 2010 (09.03.2010)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☒ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address IYER, Satish R. 98 Willow Park Green SE Calgary, Alberta T2J 3L1 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person ☐ the name ☐ the address ☐ the nationality ☐ the residence

Name and Address IYER, Satish R. 98 Willow Park Green SE Calgary, Alberta T2J 3L1 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	

3. Further observations, if necessary:
The person identified in Box 2 is now recorded as applicant for the United States of America only and inventor for all designated States.

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned
	☐ other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Laniel David
Facsimile No. +41 22 338 89 95	e-mail pt04.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 04

POLVO DE AZUFRE MICRONIZADO Y MÉTODO DE PRODUCCIÓN DEL MISMO

Esta invención se refiere al campo del procesamiento mineral, y más en particular trata con un proceso para convertir azufre a granel en un polvo
5 micronizado.

Antecedentes

El azufre elemental es un ingrediente esencial en un gran número de
10 aplicaciones industriales que incluyen aplicaciones de fertilizantes de cultivos, fabricación de municiones, y vulcanización de caucho, por nombrar sólo algunas.

Uno de los problemas de la técnica previa con el uso de azufre en partículas en aplicaciones de fertilizantes es que cuando se aplica en la forma de grandes
15 partículas mayores a un tamaño de 100 micrones, el azufre elemental tarda demasiado para alcanzar las raíces de las plantas necesarias para pasar los nutrientes requeridos. Esto se debe a que el azufre, en su forma elemental original, es insoluble en agua y por lo tanto no puede ser absorbido por las raíces de las plantas. Sin embargo, las bacterias en el suelo alimentan el azufre
20 elemental y lo convierten en un sulfato soluble en agua que luego es fácilmente absorbido por las raíces de las plantas.

El problema con la aplicación directa de fertilizantes de sulfato soluble en agua es que el método sufre de sobredisolución, liberación sin control y lixiviación
25 durante la precipitación incesante que deriva en rendimientos escasos de las

inversiones agrícolas. Sin embargo, con un azufre con tamaño de partículas menor, en un tamaño de partículas menor que aproximadamente 30 (<30) micrones, la absorción y la conversión de azufre en partículas es óptima y mucho más efectiva. Cuando se aplica en plantas, el azufre micronizado finamente dividido puede proporcionar a las plantas nutrientes en la misma estación de aplicación – dado que tal azufre micronizado (<30 micrones) tiene un valor y una aplicación inmensos en la industria de los fertilizantes. Sobre esta base, si existiera un medio práctico o efectivo para producir grandes cantidades de partículas de azufre micronizado, sería de gran utilidad en la industria de los fertilizantes.

También existe la aplicación para el uso de azufre micronizado en la fabricación de municiones, dado que las partículas de azufre finamente dividido podrían combustionar con mayor eficacia y efectividad. Se cree que el uso de una partícula de azufre micronizado de tamaño fino consistente con la fabricación de municiones podría dar lugar a una fabricación de municiones de más alta calidad y consistencia.

La industria de la fabricación de neumáticos de automóviles y aviones también utiliza grandes cantidades de polvo de azufre fino para la vulcanización del caucho. La reacción entre el azufre y el caucho da lugar a un caucho muy duro y durable que puede mantenerse a lo largo de un rango de temperatura comparativamente amplio. Así, cuanto más fino sea el polvo de azufre, mejor será la reacción con el caucho y más alta será la calidad del neumático producido. En otras aplicaciones, la industria de la pintura también utiliza polvo de azufre muy

fino como una mezcla de color. El azufre micronizado se utiliza ampliamente como un fungicida, insecticida y pesticida, y también posee usos medicinales para tratar trastornos de la piel en seres humanos.

5 Los procesos actuales para la producción de polvo de azufre micronizado son peligrosos e ineficaces en cuanto a la energía. El polvo de azufre micronizado a menudo se produce en la actualidad por medio de la pulverización de azufre a granel en equipamiento de molienda mecánica. En particular en circunstancias donde se obtienen partículas de tamaño muy fino, los resultados de la molienda
10 convencional dependen de un consumo sustancial de energía. Como tal, sería deseable desde una perspectiva económica que fuera posible determinar un método de producción de polvo de azufre micronizado que utilice otros medios distintos a los de la molienda mecánica o un proceso de molienda mecánica que disminuya de manera significativa el requerimiento de energía.

15

Otro problema con las tecnologías actuales de molienda utilizadas para producir polvo de azufre micronizado es el riesgo de incendio y explosiones y el peligro que representa el proceso de molienda. El azufre es una sustancia inflamable y explosiva, y por su naturaleza la molienda mecánica puede resultar
20 en un riesgo de exposición a una explosión. Como tal, quienes molían azufre en un producto micronizado en el pasado necesitaban instalar costosos sistemas de prevención de incendios para proteger el personal y evitar accidentes. Sería deseable con relación a los métodos de la técnica previa que fuera posible hallar un método para micronizar azufre que disminuya el riesgo de incendios o
25 explosiones.

Otras deficiencias del proceso de trituración incluyen el hecho de que el ambiente de trabajo es demasiado ruidoso para el personal de operación. En términos de los medios de trituración y el equipamiento como un todo, la tecnología de trituración o molienda convencional requiere mantenimiento en curso y reemplazos regulares de los medios, lo que conduce a costos de producción aumentados. Sería deseable una reducción del mantenimiento y costos de los medios, así como también el hecho de si existiera un medio para micronización en azufre sin la necesidad de trituración, la contaminación y el producto final podrían reducirse de manera teórica dado que los medios de trituración en sí mismos [no obstante en menores cantidades] no contaminarían el producto final.

Síntesis de la invención

Es un objetivo de la presente invención proporcionar un método para la producción de polvo de azufre micronizado a partir de azufre a granel que soluciona problemas en la técnica previa.

En una primera realización la presente invención proporciona un método para la producción de partículas de azufre micronizado. El método comprende calentar una cantidad de azufre sólido a una temperatura superior al punto de fusión del azufre para que la cantidad de azufre se funda y forme azufre líquido; preparar una solución dispersante por la mezcla de un agente dispersante con solvente en proporciones seleccionadas; contener la solución dispersante bajo presión y elevar una temperatura de la solución dispersante a una temperatura aproximadamente

igual a la temperatura del azufre líquido; mezclar el azufre líquido y la solución dispersante en conjunto para producir una suspensión de azufre emulsionado; enfriar la suspensión de azufre emulsionado a una temperatura inferior al punto de fusión del azufre; retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar partículas de azufre; y secar las partículas de azufre.

En una segunda realización la presente invención proporciona un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado. El método comprende, en un recipiente abierto, calentar una cantidad de azufre sólido a una temperatura superior al punto de fusión del azufre para que la cantidad de azufre se funda y forme azufre líquido; preparar una solución dispersante en un recipiente abierto por la mezcla de un agente dispersante con solvente en proporciones seleccionadas; bombear la solución dispersante a través de un intercambiador de calor presurizado para elevar la temperatura de la solución dispersante mientras la contiene bajo presión para mantener la solución dispersante en estado líquido, y bombear la solución dispersante desde el intercambiador de calor a una cámara de mezcla presurizada; bombear el azufre líquido a la cámara de mezcla y mezclar el azufre líquido con la solución dispersante para formar una suspensión de azufre emulsionado; bombear la suspensión de azufre emulsionado fuera del homogeneizador y enfriar la suspensión de azufre emulsionado a una temperatura inferior al punto de fusión del azufre; filtrar la suspensión de azufre emulsionado enfriada para retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar una torta de partículas de azufre; y secar la torta para formar el producto de polvo de azufre micronizado.

En una tercera realización la presente invención proporciona un producto de polvo de azufre micronizado donde el 95% de las partículas en el producto de polvo de azufre tienen un tamaño aproximadamente menor que 100 micrones.

5 La presente invención proporciona un método perfeccionado o mejorado para la producción de azufre micronizado a partir de azufre a granel que reducirá el consumo de energía y los costos de producción con relación a los métodos actualmente utilizados en la técnica previa.

10 La presente invención proporciona un polvo de azufre micronizado creado como un resultado de la emulsión de azufre fundido con una solución de agente dispersante, y la recuperación posterior de la solución de agente de dispersión de la misma. El polvo de azufre micronizado proveerá beneficios sobre el polvo de azufre producido de acuerdo con las prácticas de molienda convencionales.

15 La invención incluye un método de producción de un producto de polvo de azufre micronizado. El método de producción de polvo de azufre micronizado revelado en la presente dará lugar a la producción de un producto de polvo de azufre micronizado que es, hasta este momento, difícil o imposible de producir de
20 acuerdo con las prácticas de molienda convencionales.

El primer paso en la producción del polvo de azufre micronizado de la presente invención será la preparación de azufre fundido, en un tanque o envase de calentamiento de algún tipo. El punto de fusión publicado del azufre puro es de
25 aproximadamente 115°C. En general, se obtiene azufre fundido en forma industrial

en el rango de aproximadamente 115°C a aproximadamente 150°C. Normalmente, la fusión se lleva a cabo en un envase o recipiente similar para que pueda llevarse a cabo el procesamiento adicional del azufre.

- 5 Además de la fusión del azufre, el otro paso introductorio al método de la presente invención es la preparación de una solución dispersante para la mezcla u homogeneización con el azufre fundido. Este paso comprende la mezcla de uno o más agentes dispersantes con agua en una solución dispersante, que luego se supercalienta en el mismo rango de temperatura del azufre fundido, que es el
- 10 próximo paso del proceso.

Tal supercalentamiento de la solución dispersante se lleva a cabo en un intercambiador de calor o ebullición bajo temperaturas elevadas para mantener el dispersante en forma líquida a medida que la temperatura sube más allá del punto

15 de fusión. Pueden utilizarse varios tipos de agentes dispersantes, y la concentración sólida o densidad de la emulsión final del azufre puede verse afectada por el ajuste de la concentración de la solución dispersante.

En algunas realizaciones, se utiliza carboxi-metil-celulosa como un agente de

20 dispersión. En algunas realizaciones se utilizan compuestos de Naftalen Sulfonato tal como el producto comercial Morwet™ como un agente dispersante. En algunas realizaciones un tensioactivo es efectivo para uso como un agente dispersante. Aquellos con experiencia en la técnica serán rápidamente capaces de determinar los agentes de dispersión que serán compatibles con azufre y los

25 parámetros de temperatura y presión inherentes en el proceso de la presente

invención.

Luego de la preparación de la solución dispersante supercalentada, y el azufre fundido, un paso clave en la preparación del polvo de azufre micronizado de acuerdo el proceso de la presente invención es la mezcla o homogeneización
5 del azufre fundido y la solución dispersante calentada para producir una suspensión de azufre emulsionado. Pueden utilizarse varios tipos de equipamientos de emulsificación, homogeneización, o mezcla, como comprenderán aquellos con experiencia en la técnica.

10

Luego de la preparación de la suspensión de azufre emulsionado, la suspensión se enfriará, por el uso de un intercambiador de calor u otro equipamiento similar, por debajo del punto de fusión del azufre, y por debajo del punto de fusión de la solución dispersante. Durante el enfriamiento de la
15 suspensión de azufre emulsionado de esta manera, las gotas de azufre finamente dispersadas y fundidas de la emulsificación se solidificarán, formando partículas de azufre sólido micrónicamente medidas. Tal enfriamiento también puede lograrse sin un intercambiador de calor simplemente refrigerando rápidamente y enfriando la emulsión de azufre caliente a una presión inferior.

20

En algunas realizaciones, se producen partículas de azufre con un tamaño promedio menor que aproximadamente 100 micrones. En algunas realizaciones, se producen partículas de azufre con un tamaño promedio menor que aproximadamente 30 micrones. También pueden producirse en cantidades
25 sustanciales partículas de azufre con un tamaño menor que 1 micrón.

El procesamiento adicional de la suspensión de azufre emulsionado enfriada, que en este punto contiene las partículas de azufre sólido micrónicamente medidas, implicaría recuperar o retirar la solución dispersante de la suspensión, por el uso de un centrifugador u otro dispositivo de filtración. Este paso del proceso daría una torta de azufre micronizado que luego podría, como un último

5 paso, secarse o conminutarse en un polvo de azufre micronizado.

El polvo de azufre micronizado de la presente invención podría mezclarse con ingredientes adicionales en ciertas aplicaciones, y estos pasos de mezcla

10 posteriores podría añadirse al proceso básico de la presente invención.

El método de la presente invención resultará en la producción de un polvo de azufre micronizado consistente y de alta calidad que se produce con requerimientos energéticos mucho menores que los presentes en la técnicas de

15 molienda de la técnica previa. Además del menor consumo de energía, el desgaste y la ruptura sufridos por el equipamiento son muchos menores, y el método de la presente invención utiliza equipamiento comercial ampliamente disponible y no sofisticado en la producción del polvo de azufre micronizado en cuestión. El método de producción de la presente invención también es mucho más seguro

20 que las técnicas de molienda de la técnica previa en términos de probabilidad reducida de explosión u otros daños.

Además del método novedoso de producción del polvo de azufre revelado en la presente, el polvo de azufre micronizado que es el producto del proceso de la

25 presente invención representa un avance en la producción de este producto con

relación al estado de la técnica. El producto producido por el uso del método de la presente invención, polvo de azufre micronizado, estará comprendido por partículas de un tamaño relativamente consistente y una medida de micrones muy pequeña. Las partículas de azufre micrónicamente medidas tienen utilidad y beneficios comerciales significativos. Además, el polvo de azufre micronizado de la presente invención tendrá una calidad o pureza mejorada dado que las impurezas generadas por el equipamiento de molienda no estarán presentes.

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

15 **Descripción de las figuras**

Si bien la invención se reivindica en las porciones concluyentes de la presente, se proporcionan realizaciones preferidas en la descripción detallada adjunta que puede comprenderse en conjunto con los diagramas adjuntos donde las mismas partes en cada uno de los varios diagramas se encuentran indicadas con los mismos números, y donde:

La Figura 1 es un diagrama de flujo que muestra una realización del proceso para fabricar el azufre micronizado de la presente invención;

La Figura 2 es una ilustración esquemática de una realización de un proceso de la invención.

Descripción detallada de las realizaciones ilustradas

5

De acuerdo con lo descrito en mayor detalle a continuación, la presente invención comprende un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado, y el producto propiamente dicho, cuyo método ofrece ventajas por sobre los métodos de producción de la técnica previa del mismo y da un
10 producto de polvo de azufre micronizado de una calidad más alta que los métodos de la técnica previa.

Método de producción del polvo de azufre micronizado:

15

Los métodos de producción de polvo de azufre de la técnica previa típicamente se han concentrado en procesos de molienda mecánica. La molienda mecánica de azufre a granel, en particular donde el efecto deseado es moler el producto a un polvo de un tamaño de partículas pequeño tiene numerosas limitaciones que incluyen la seguridad del proceso propiamente dicho así como
20 también el consumo de grandes cantidades de energía y el desgaste propios de un proceso de molienda mecánica de esta naturaleza.

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

Globalmente, el primer grupo de pasos en este proceso se dirige hacia la producción de una emulsión de azufre fundido, que luego del secado o procesamiento adicional dará lugar a la creación del producto de polvo de azufre deseado con el tamaño de partículas deseado.

5

Los primeros dos pasos en el método de la Figura 1 son la producción de azufre fundido y una solución dispersante de agua supercalentada, para una mezcla posterior. El azufre fundido se produce en un envase de calentamiento por el calentamiento de azufre a granel u otra cantidad inicial de azufre a una temperatura superior al punto de fusión del azufre. Generalmente, esto requiere el calentamiento a una temperatura entre aproximadamente 115°C y 150°C. Pueden incluirse medios para mezclar el azufre fundido para mejorar la velocidad de fusión, de ser deseado.

10

La producción de azufre fundido se muestra en el Paso 1-1 del diagrama de flujo de la Figura 1. Los tipos específicos de equipamiento que pueden utilizarse para producir azufre fundido serán comprendidos por aquellos con experiencia en la técnica y están contemplados dentro del ámbito de la presente, y el equipamiento, por el uso de parámetros de proceso ajustados, a través de los que se logrará el objetivo de permitir la fusión y bombeo de azufre bajo presión, está contemplado dentro del ámbito de la presente invención.

15

20

El Paso 1-2 de la Figura 1 muestra el segundo paso de inicio que se lleva a cabo en el método de la presente invención, que es la preparación de una solución dispersante para mezcla con el azufre fundido. Pueden utilizarse varios agentes

25

dispersantes en la solución dispersante en cuestión, que incluyen, pero sin limitación, agentes dispersantes tales como los compuestos de Naftalen Sulfonato hallados en MorwetTM o CMC (Carboxi Metil Celulosa), o tensioactivo. Otros agentes dispersantes serán compatibles con el método de la invención, y aquellos
5 con experiencia en la técnica serán capaces de determinar fácilmente los dispersantes útiles.

La relación o proporción de agente dispersante a agregar en volumen a agua para formar la solución dispersante siendo preparada en la práctica del método de
10 la presente variará, dependiendo del resultado deseado del método.

Con dependencia del contenido deseable de sólidos en la solución homogeneizada formada luego de la mezcla de la solución dispersante con el azufre fundido, y de las características del agente dispersante específico utilizado
15 en la solución dispersante, la proporción o volumen de agente dispersante a agregar en la producción de la solución se ajustará consecuentemente. La proporción también podría depender de la potencia del agente dispersante.

En el caso específico, por ejemplo, del uso de un compuesto de carboxi metil
20 celulosa o naftalen sulfonato como el agente dispersante, se contempla que la relación deseable para uso del agente dispersante en la producción de solución dispersante para uso en el proceso de la presente invención se encontraría entre aproximadamente 0,001% y aproximadamente 10%, o entre aproximadamente 1 y aproximadamente 100 partes por mil en volumen (v/v). Se comprenderá que la
25 relación de dispersante utilizado dependerá del resultado deseado del proceso

(por ej., tamaño de partículas promedio deseado) así como también de las características del agente particular en cuestión. Todos los tales ajustes o modificaciones al proceso se contemplan dentro del alcance de la presente invención.

5

Luego de la mezcla de agua con el agente o agentes dispersantes seleccionados, la solución dispersante se supercalienta bajo presión, por el uso de intercambiadores de calor, ebulliciones, generadores de agua caliente u otro equipamiento para calentamiento que será comprendido y conocido por aquellos con experiencia en la técnica, con lo que se logrará el objetivo de permitir el calentamiento de la solución dispersante bajo presión a una temperatura en un rango de aproximadamente 115°C – 150°C.

10

En la práctica, un envase de presión con capacidad de operar en el rango de aproximadamente 25 a aproximadamente 80 psig, es efectivo para permitir el calentamiento de una solución dispersante sustancialmente acuosa a una temperatura de entre aproximadamente 115°C y aproximadamente 150°C, mientras se mantiene sustancialmente la solución dispersante en forma líquida. Dependiendo de la naturaleza química de la solución dispersante, se requerirá más o menos presión para mantener el dispersante como un líquido cuando se ponga en contacto con el azufre fundido en el envase de presión homogeneizante (o envase de reacción). Aquellos con experiencia en la técnica serán capaces de determinar fácilmente la presión adecuada requerida para mantener los componentes del proceso en una fase sustancialmente líquida, dentro del rango de temperatura deseado.

20

25

Por propósitos demostrativos, el supercalentamiento bajo presión de la solución dispersante se muestra en la Figura 1 en el Paso 1-3. En términos de la temperatura específica de la solución dispersante calentada, la solución dispersante se calienta en forma óptima a la misma temperatura que el azufre fundido.

El próximo paso en el proceso, mostrado en el Paso 1-4, es la mezcla del azufre fundido y la solución dispersante calentada para producir una suspensión de azufre emulsionado. La mezcla del azufre fundido y la solución dispersante calentada en una suspensión de azufre emulsionado podría llevarse a cabo por el uso de varios equipamientos de la técnica previa. Varios tipos de equipamientos de homogeneización que utilizan medios mecánicos o aplicación por presión serán comprendidos por aquellos con experiencia en la técnica – por ejemplo, este paso podría lograrse por el uso de un homogeneizador de tipo disco con rotación mecánica veloz, o de un tipo de equipamiento de emulsificación por el uso de atomización por aspersión a alta presión. El resultado de este paso será la homogeneización o emulsificación de gotitas de azufre fundidas muy pequeñas dentro de la solución dispersante, generando una suspensión de azufre emulsionado. Por la variación de la velocidad del aparato de mezcla, o el tamaño/presión del aspersor atomizador, el proceso puede optimizarse para producir partículas de un cierto tamaño promedio, o de un cierto tamaño máximo o mínimo.

Luego de la descarga desde el equipamiento de emulsificación u homogeneización, la suspensión de azufre emulsionado se enfría, en un

intercambiador de calor u otro equipamiento similar, por debajo del punto de fusión o ebullición del azufre. Específicamente, se contempla el enfriamiento de la suspensión de azufre emulsionado por debajo de 100°C para procesamientos adicionales. La suspensión de azufre caliente también puede enfriarse
5 simplemente por medio de refrigeración rápida a una presión inferior dentro del recipiente.

Durante el enfriamiento de la suspensión de azufre emulsionado de esta manera, las gotas de azufre finamente dispersadas en la emulsificación se
10 solidificarán, formando partículas de azufre sólido micrónicamente medidas. La emulsión de azufre enfriada sería muy estable en este punto y podría almacenarse en esta forma antes del procesamiento adicional sólo con una mezcla o agitación leve.

15 El procesamiento adicional de la suspensión de azufre emulsionado, una vez refrigerada, para dar una torta o polvo de azufre micronizado puede lograrse por el uso de equipamiento fácilmente disponible. Se contempla en forma específica que el próximo paso en este proceso comprendería recuperar o retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado por el uso de un dispositivo
20 de filtración tal como un filtro mecánico, decantador o centrifugador. Esto se muestra en el Paso 1-6 de la Figura 1. Esto daría lugar a la separación de las partículas de azufre micrónicas finamente dispersadas, creadas durante el proceso de emulsificación, de la solución dispersante que inicialmente se creó en el Paso 1-2 y se mezcló con el azufre fundido.

La recuperación de la solución dispersante de las partículas de azufre creadas para permitir el reciclaje de la solución dispersante o la realimentación de la solución dispersante en un proceso continuamente operado, o la solución dispersante recuperada podría almacenarse en un tanque para uso o reutilización posterior en un proceso operador por partidas.

También se comprende que la solución dispersante una vez retirada de la suspensión de azufre emulsionado podría descartarse pero desde una perspectiva ambiental así como también en términos de la economía del procesamiento adicional de partidas, se contempla que la solución dispersante podría reutilizarse una vez recuperada, tal vez con el ajuste o reconstitución de la solución dispersante con la adición de agua adicional o agentes dispersantes para reconstituirla a los parámetros adecuados.

Luego de la separación de la suspensión de azufre emulsionado, por el retiro de la solución dispersante de las partículas de azufre micronizado allí creadas, el producto restante sería una torta de azufre micronizado preparada de partículas de azufre homogéneo cuyo tamaño podría ajustarse o determinarse durante el paso de emulsificación del proceso, mostrado en 1-4, por el ajuste de los parámetros de operación del equipamiento de emulsificación utilizado.

En algunas realizaciones, el tamaño de partículas producidas se determinará por parámetros de proceso, por ejemplo, pero sin limitación, la velocidad de mezcla, el tiempo de mezcla, las características físicas de las aspas utilizadas en un aparato de mezcla, la presión de mezcla, la temperatura de mezcla, etc. En

algunas realizaciones, el proceso puede llevarse a cabo para la selección de partículas de un cierto tamaño promedio, por ejemplo, partículas de aproximadamente 100 micrones, o en algunas realizaciones partículas de aproximadamente 30 micrones o menos.

5

En algunas realizaciones, la manipulación posterior al procesamiento, por ejemplo, el uso de tamices de mallas definidas, podría utilizarse para enriquecer aún más las partículas de un cierto tamaño máximo o mínimo. Las partículas no retenidas regresarían al proceso para refundido y reprocesamiento de acuerdo con el método de la invención. Por lo tanto, en algunas realizaciones podría obtenerse un producto de azufre micronizado que tiene un 95% de las partículas con un tamaño menor que 100 micrones. En algunas realizaciones similarmente podría obtenerse un producto de azufre micronizado que tiene un 95% de las partículas con un tamaño menor que 30 micrones.

10
15

La torta de azufre micronizado propiamente dicha puede ser un producto recuperado para uso industrial particular, pero dado que principalmente se contempla que la torta de azufre micronizado forme un intermediario adicional que debe finalmente procesarse en polvo, el paso final en la realización del proceso de la Figura 1, para dar un polvo de azufre micronizado, es el secado de la torta de azufre, por el uso de un equipamiento de secado convencional, para obtener polvo de azufre micronizado seco. Este paso de secado se muestra en la Figura 1 en 1-7.

20
25

El polvo de azufre micronizado recuperado del proceso de la presente

invención podría empacarse o almacenarse para uso en esta forma, o podría mezclarse con ingredientes adicionales. La mezcla del polvo de azufre micronizado en cuestión con otros ingredientes dependiente de su uso final será una técnica convencional un equipamiento de uso convencional como
5 comprenderán aquellos con experiencia en la técnica sobre la base de que se contemplan especificidades de un paso de mezcla en el alcance de la presente.

De acuerdo con lo esbozado, el tamaño de partículas en la torta de azufre recuperada en la separación de la suspensión de azufre emulsionado puede
10 controlarse y ajustarse por el ajuste de la operación del equipamiento homogeneizador utilizado en el Paso 1-4. En forma similar, los contenidos sólidos deseables de la suspensión de azufre emulsionado, entre 0,001% y 85%, pueden controlarse por la variación de la cantidad de dispersante en la solución. La invención reivindicada utiliza equipamiento disponible en el mercado reduciendo
15 así los costos de operación y mantenimiento de la maquinaria. Aquellos con experiencia en la técnica comprenderán que podrían utilizarse numerosos tipos de equipamiento o realizarse modificaciones al equipamiento en diferentes pasos de producción o ambientes para implementar o lograr el método de la presente invención.

20

Un ejemplo de proceso

La Fig. 2 ilustra de manera esquemática una realización de un método de la presente invención para la producción de un producto de polvo de azufre
25 micronizado. El método comprende calentar una cantidad de azufre sólido a una

temperatura superior al punto de fusión del azufre de manera tal que la cantidad de azufre se funda y forme el azufre líquido. El punto de fusión del azufre es aproximadamente 115°C y el azufre puede calentarse aún más, tal como hasta 150°C o incluso hasta 200°C. Esto puede lograrse por la colocación de la cantidad
5 de azufre dentro de un recipiente de azufre abierto 1 y calentar la cantidad con un medio de calentamiento 3 tal como una circulación de vapor o aceite, o similares de acuerdo con lo conocido en la técnica.

La solución dispersante se prepara por la mezcla de un agente dispersante
10 con solvente en proporciones seleccionadas en un recipiente dispersante abierto 5. Aquellos con experiencia en la técnica reconocerán que varios productos pueden utilizarse como un agente dispersante, por ejemplo, un compuesto de Naftalen Sulfonato, tal como el que se encuentra en el producto comercial MorwetTM, fabricado por Akzo Nobel o Carboxi Metil Celulosa, o un tensioactivo,
15 en una proporción adecuada tal como 1 y 100 partes por mil del volumen de la solución dispersante. Típicamente se contempla que el solvente será agua, pero también pueden utilizarse otros solventes.

Por ejemplo, se ha descubierto que por el uso de MorwetTM D-425 a
20 aproximadamente 0,5 a 1,5 de porcentaje en peso con un solvente en agua produce una solución dispersante satisfactoria, y da lugar a un tamaño de partícula de azufre de aproximadamente 30 micrones.

La solución dispersante se contiene bajo presión y se calienta a una
25 temperatura aproximadamente igual a la temperatura del azufre líquido. En la

realización ilustrada de la Fig. 2, la solución dispersante se bombea desde el recipiente dispersante 5 a través de un intercambiador de calor presurizado 7 para elevar la temperatura de la solución dispersante mientras la contiene bajo presión para mantener la solución dispersante en estado líquido. La presión necesaria para mantener la solución dispersante en forma líquida dependerá de la temperatura a la que el dispersante se calienta y la presión puede oscilar en cualquier punto entre 20 psig a 200 psig.

La solución dispersante a la temperatura deseada fluye desde el intercambiador de calor 7 a una cámara de mezcla presurizada 9 a través de un conducto dispersante 11. El azufre líquido se bombea desde el recipiente de azufre 1 dentro de la cámara de mezcla 9 a través de un conducto de azufre 13 y se mezcla con la solución dispersante para producir una suspensión de azufre emulsionado.

15

Para una mezcla exhaustiva, la cámara de mezcla 9 puede proporcionarse por medio de un homogeneizador, por ejemplo un homogeneizador de tipo disco con rotación mecánica veloz, o de un homogeneizador de emulsificación por el uso de atomización por aspersión a alta presión. En la realización ilustrada, la cámara de mezcla homogeneizadora 9 tiene un puerto de entrada 15, y el azufre líquido y la solución dispersante se bombean en conjunto dentro del puerto de entrada 15. El conducto dispersante 11 y el conducto de azufre 13 se conectan en una conexión T y luego ingresan a la cámara de mezcla 9 en conjunto en proporciones seleccionadas logradas por medio de la coordinación del volumen bombeado desde los recipientes 1 y 5.

20
25

En el ejemplo ilustrado el azufre estaba presente en la suspensión de azufre emulsionado en aproximadamente 65-70 de porcentaje en peso. El contenido de azufre ha sido tan alto como de 85 de porcentaje en peso, sin embargo la fluidez de la solución se vuelve problemática. Un contenido de azufre más alto da lugar a una solución dispersante reducida y por lo tanto reduce los costos de operación.

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

10

La suspensión de azufre emulsionado, aún bajo presión, fluye desde la cámara de mezcla homogeneizadora 9 y se enfría a una temperatura inferior al punto de fusión del azufre, es decir, por debajo de alrededor de 115°C. En la realización ilustrada la suspensión de azufre emulsionado se enfría por medio del bombeo de la solución de azufre emulsionado dentro de un envase abierto 19 a presión atmosférica para que la vaporización del solvente en la solución dispersante provoque el enfriamiento. También puede proporcionarse el enfriamiento adicional con intercambiadores de calor o similares.

20

Luego la solución dispersante se retira de la suspensión de azufre emulsionado para dejar las partículas de azufre. En la realización ilustrada de la Fig. 2, la suspensión de azufre emulsionado enfriada se filtra para retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar una torta de partículas de azufre. Se utiliza un filtro continuo, tal como un filtro de banda 21, para que el proceso sea continuo.

25

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

La solución dispersante retirada de la suspensión de azufre emulsionado
5 puede reprocesarse a la proporción seleccionada de agente de dispersión y solvente en un paso de proceso 29 y luego regresarse al recipiente dispersante 5 para su reutilización.

También se contempla que podría ser posible que la cantidad de azufre
10 sólido y la solución dispersante se mezclen en conjunto y luego se calienten a una temperatura superior al punto de fusión del azufre, y se mezclen en conjunto de manera más homogénea para producir una suspensión de azufre emulsionado luego de que la cantidad de azufre sólido se haya fundido.

15 **Producto de polvo de azufre micronizado:**

Además de proporcionar un método mejorado para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado, se contempla que el producto de polvo de azufre es novedoso y se encuentra dentro del alcance de protección de la
20 presente, como un producto de polvo de azufre micronizado en donde el 95% de las partículas en la torta seca tienen tamaño menor que aproximadamente 100 micrones o menor que aproximadamente 30 micrones, de acuerdo con lo realizado con el presente proceso, y no es conocido en la técnica.

25 El producto de polvo de azufre de un tamaño de micrones consistentemente

bajo producido de acuerdo con el método de la presente invención posee varios beneficios funcionales y económicos por encima de los productos de polvo de azufre producidos por el uso de métodos de molienda de la técnica previa.

- 5 Lo precedente se considera únicamente ilustrativo de los principios de la invención. Además, dado que numerosos cambios y modificaciones se les presentarán fácilmente a aquellos con experiencia en la técnica, no se desea limitar la invención a la construcción y operación exacta mostrada y descripta, y por consiguiente, todos los cambios o modificaciones adecuados en la estructura o
- 10 la operación de los que pueda valerse se pretenden caigan dentro del alcance de la invención reivindicada.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de partículas de azufre micronizado, el método comprende:

calentar una cantidad de azufre sólido a una temperatura superior al punto de fusión del azufre para que la cantidad de azufre se funda y forme azufre líquido;

preparar una solución dispersante por la mezcla de un agente dispersante con solvente en proporciones seleccionadas;

contener la solución dispersante bajo presión y elevar una temperatura de la solución dispersante a una temperatura aproximadamente igual a la temperatura del azufre líquido;

mezclar el azufre líquido y la solución dispersante en conjunto para producir una suspensión de azufre emulsionado;

enfriar la suspensión de azufre emulsionado a una temperatura inferior al punto de fusión del azufre;

retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar partículas de azufre; y

secar las partículas de azufre.

2. El método de la reivindicación 1 que comprende calentar la cantidad de azufre sólido a una temperatura superior a aproximadamente 115°C.

3. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2 donde el agente dispersante es uno de un compuesto de Naftalen Sulfonato, Carboxi Metil Celulosa, y tensioactivo.

4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3 donde el agente dispersante está presente en entre 1 y 100 partes por volumen en miles de la solución dispersante.

5 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4 donde la solución dispersante se prepara en un recipiente abierto y se bombea a través de un intercambiador de calor presurizado para elevar la temperatura de la solución dispersante mientras que contiene la misma bajo presión para mantener la solución dispersante en un estado líquido, y del intercambiador de calor a una
10 cámara de mezcla presurizada.

6. El método de la reivindicación 5 donde el azufre líquido se bombea a la cámara de mezcla y se mezcla con la solución dispersante para formar la suspensión de azufre emulsionado.
15

7. El método de la reivindicación 6 donde la cámara de mezcla comprende un homogeneizador.

8. El método de la reivindicación 7 donde el homogeneizador tiene un
20 puerto de entrada, y donde el azufre líquido y la solución dispersante se bombean en el puerto de entrada en conjunto en proporciones seleccionadas.

9. El método de cualquiera de las reivindicaciones 6 - 8 donde la suspensión de azufre emulsionado fluye fuera del homogeneizador y se enfría a

una temperatura inferior al punto de fusión del azufre.

10. El método de la reivindicación 9 donde la solución de azufre se enfría por el bombeo de la solución de azufre a un envase abierto a presión atmosférica para
5 que la solución dispersante cause un enfriamiento.

11. El método de cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10 donde la suspensión de azufre emulsionado enfriada se filtra o centrifuga para retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar una torta
10 de partículas de azufre.

12. El método de la reivindicación 11 donde la suspensión de azufre emulsionado enfriada se filtra con un filtro continuo, para que el proceso sea continuo.
15

13. El método de la reivindicación 12 donde el filtro continuo comprende un filtro de banda.

14. El método de la reivindicación 1 donde la cantidad de azufre sólido y la
20 solución dispersante se mezclan en conjunto y después se calientan a la temperatura superior al punto de fusión del azufre, y se mezclan en conjunto para producir una suspensión de azufre emulsionado una vez que se haya fundido la cantidad de azufre.

15. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 15 donde la solución dispersante retirada de la suspensión de azufre emulsionado se reprocesa a la proporción seleccionada de agente dispersante y solvente y se reutiliza.

- 5 16. Un método para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado, el método comprende: en un recipiente abierto, calentar una cantidad de azufre sólido a una temperatura superior al punto de fusión del azufre para que la cantidad de azufre se funda y forme azufre líquido;

preparar una solución dispersante en un recipiente abierto por la mezcla de
10 un agente dispersante con solvente en proporciones seleccionadas;

bombar la solución dispersante a través de un intercambiador de calor presurizado para elevar la temperatura de la solución dispersante mientras la contiene bajo presión para mantener la solución dispersante en estado líquido, y bombar la solución dispersante desde el intercambiador de calor a una cámara
15 de mezcla presurizada;

bombar el azufre líquido a la cámara de mezcla y mezclar el azufre líquido con la solución dispersante para formar una suspensión de azufre emulsionado;

bombar la suspensión de azufre emulsionado fuera del homogeneizador y enfriar la suspensión de azufre emulsionado a una temperatura inferior al punto de
20 fusión del azufre;

filtrar la suspensión de azufre emulsionado enfriada para retirar la solución dispersante de la suspensión de azufre emulsionado para dejar una torta de partículas de azufre; y

secar la torta para formar el producto de polvo de azufre micronizado.

17. El método de la reivindicación 16 donde la cámara de mezcla comprende un homogeneizador.

18. El método de la reivindicación 17 donde el homogeneizador tiene un
5 puerto de entrada, y donde el azufre líquido y la solución dispersante se bombean en el puerto de entrada en conjunto en proporciones seleccionadas.

19. El método de cualquiera de las reivindicaciones 16 - 18 donde la solución de azufre emulsionado se enfría por el bombeo de la solución de azufre
10 emulsionado a un envase abierto a presión atmosférica para que la vaporización de la solución dispersante cause un enfriamiento.

20. El método de la reivindicación 16 donde la suspensión de azufre emulsionado enfriada se filtra con un filtro de banda continuo, para que el proceso
15 sea continuo.

21. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 20 donde el tamaño de partículas promedio del azufre es menor que aproximadamente 100 micrones.

22. El método de la reivindicación 21, donde el tamaño de partículas
20 promedio del azufre es menor que aproximadamente 30 micrones.

23. Un producto de polvo de azufre micronizado donde el 95% de las partículas en el producto de polvo de azufre tienen un tamaño aproximadamente

30

menor que 100 micrones.

24. El producto de polvo de azufre micronizado de la reivindicación 21 donde el 95% de las partículas en el producto de polvo de azufre tienen un tamaño
- 5 aproximadamente menor que 30 micrones.

RESUMEN

Se proporciona un proceso para la producción de un producto de polvo de azufre micronizado así como también de un intermedio en forma de una torta de azufre micronizado. La producción del polvo de azufre micronizado por el uso de este proceso, que comprende la preparación de una emulsión de azufre micronizado a partir de azufre fundido y una solución dispersante, de la que la solución dispersante posteriormente se retira, produce un producto de calidad superior, y el método de producción en sí mismo tiene atributos mejorados en términos de seguridad y economía.

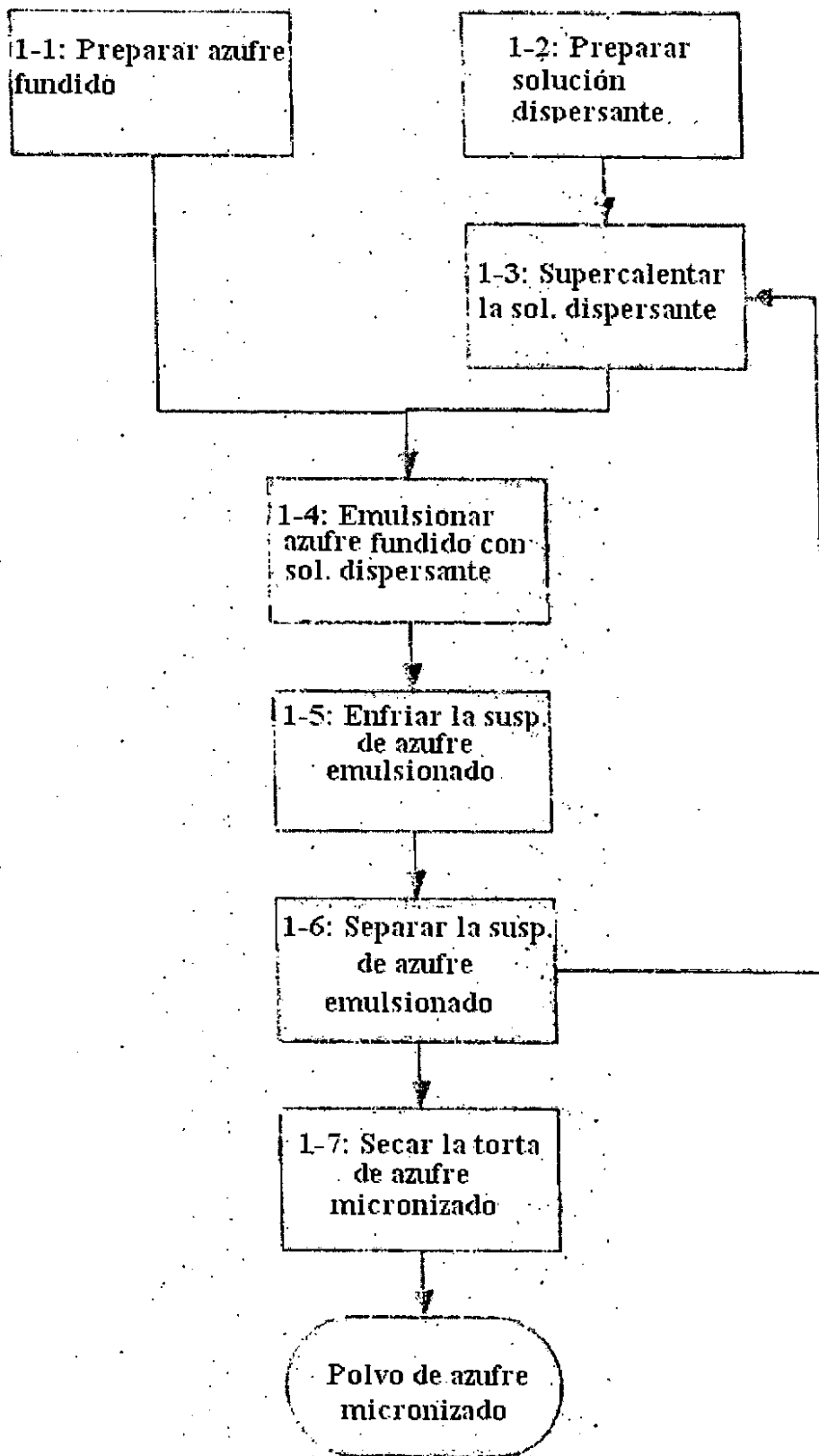


Figura 1

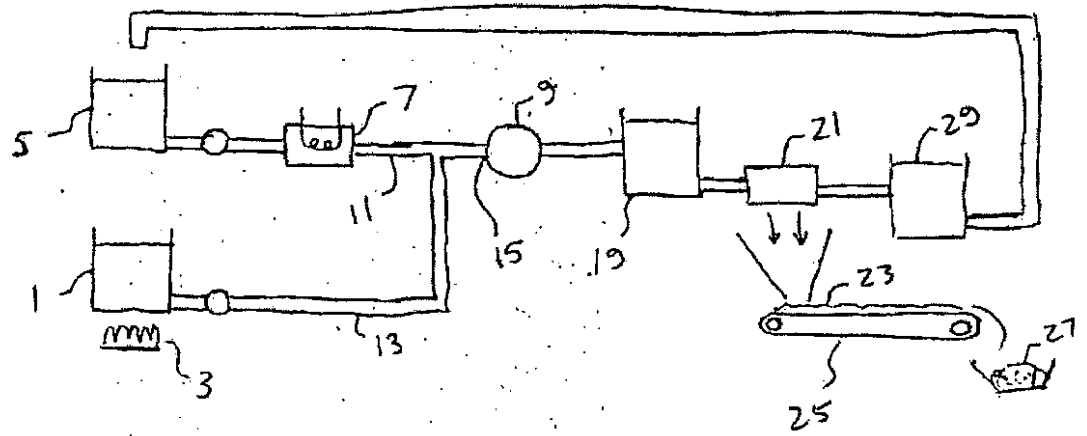
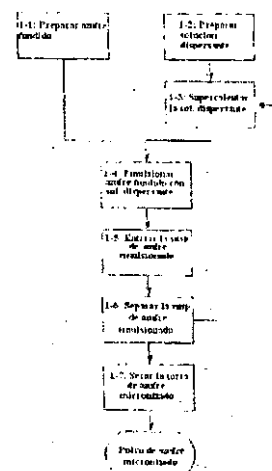


Figura 2

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES TARJETA ARCHIVO PROPIETARIOS					
PATENTE DE INVENCION ____ PCT <u>X</u> MODELO DE UTILIDAD ____ DISEÑO INDUSTRIAL ____							
(21) N° de solicitud:				(22) Fecha de solicitud:			
(51) Clasificación Internacional :							
(71) Solicitante(s) SULPHUR SOLUTIONS, INC.							
(72) Inventor(es) SATISH R. IYER							
(74) Apoderado: DRA. MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO							
(30) Prioridad	(31)	No. Prioridad	32)	Fecha	(33)	País	
		2.657.531		09/03/2009		CA	
(85) Fecha inicio fase nacional: Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 09/03/2010 No. de solicitud PCT/CA2010/000331					(87)	Publicación internacional Fecha: 16/09/2010 Nº publicación: WO 2010/102389 A1	
(54) Título: POLVO DE AZUFRE MICRONIZADO Y METODO DE PRODUCCION DEL MISMO							





No. 11-133082- -00000-0000

Fecha: 2011-10-07 15:14:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASC
Tra. 11 PATENTEIYI Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88



LISTA DE CHEQUEO
ADMISION A TRAMITE - NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ Art. 33 Decisión 486/00

- ☐ Indicación que se solicita una patente
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Descripción de la invención
- ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art. 33 Decisión 486/00
Circular Única

- ☒ Indicación que se solicita una PCT
- ☒ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☒ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
- ☒ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☒ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☒ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita diseño industrial
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐