

不溶性硫磺生产系统和生产方法

相关申请的交叉引用

本申请要求提交的中国专利申请 201911418296.8 的权益，该申请的内容通过引用被合并于本文。

技术领域

本发明属于石油化工技术领域，涉及一种不溶性硫磺生产系统和生产方法。

背景技术

随着石油消费急剧增加，全球石油资源日益紧缺，炼厂原料的重质化与劣质化日益严重；同时各国环保法规日趋严格，对石油产品及天然气的总硫含量控制愈加严格。所以，各大炼厂与天然气净化厂的硫磺回收装置的产能快速增加。这种普通硫磺的国内外市场已趋于饱和，因而价格低廉。如何提供市场紧缺的高附加值硫磺制品成为相关企业关注的重点。

不溶性硫磺是一种高效橡胶硫化剂，具有在胶料中分布稳定性好，制品硫化交联点均匀等优点，能克服胶料表面喷霜，增进橡胶与钢丝或化纤帘子线粘结性能。

专利申请 CN102070127A 公开了一种不溶性硫磺生产方法，其步骤包括：（1）熔融聚合；（2）雾化冷萃；（3）固化；（4）离心分离；（5）连续干燥；（6）粉碎、筛分和充油，最后得到成品；该方法为一种连续化的生产方法，但该方法硫磺聚合操作温度和压力均较高，操作温度 580~690℃，操作压力 0.8~1.2MPa，对反应设备要求较高。

专利申请 CN107337184A 公开了一种耐热稳定不溶性硫磺及其生产方法，包括（1）预熔：将原料工业硫磺投入 130-150℃的熔硫池内进行预熔至原料硫磺变为液态硫磺；（2）反应：将液态硫磺导入反应釜内，在 N₂ 的保护作用和机械搅拌的条件下，将温度调为 240℃，加入 0.6%的 KI，反应一段时间；（3）淬冷：将步骤（2）所得产物

置于含有 N_2 的气化室内进行气化，形成过热蒸气，将过热蒸汽喷入淬冷水中进行淬冷；（4）萃取：采用有机溶剂萃取淬冷水中的硫磺；

（5）粉碎：将萃取过的硫磺置于 45-50℃ 的烘干机中烘干，至水分减少为烘干前的 2%-4% 为止，随后置于管磨机中研磨，粉碎过 300-400 目筛，得耐热稳定不溶性硫磺。

现有的低温熔融法生产不溶性硫磺方法中通过挤条淬冷、气体干燥熟化及机械粉碎等过程，得到的产品性能不高。在聚合硫磺出料淬冷时，通常采用挤条的方式出料进入急冷塔中淬冷，淬冷后的物料为条块状，因其容易堵塞管道和设备而不易输送，只能在不同装置或设备之间间歇转运处理，导致系统操作过程复杂。

发明内容

本发明的目的是为了克服现有技术存在的低温熔融法生产不溶性硫磺间歇操作过程复杂、产品性能低等问题，提供一种不溶性硫磺生产系统和方法，该不溶性硫磺生产系统和方法解决了固体物料输送难、产品性能低等问题，得到的不溶性硫磺产品纯度、热稳定性和收率高。

根据本发明的一个方面，提供一种不溶性硫磺生产系统，其中，所述不溶性硫磺生产系统包括具有第一出料口的聚合釜和具有进料口的急冷塔，所述第一出料口与所述进料口连通，所述急冷塔包括筒状的壳体、造粒器、剪切泵，所述壳体包括从上向下设置的进料淬冷段和出料段，所述壳体的侧壁上设置有用提供溶剂和淬冷剂的溶剂入口和淬冷剂入口，其中：

所述进料口设置在所述进料淬冷段上，所述造粒器靠近所述进料口设置在所述进料淬冷段内；

所述出料段设置有第二出料口和位于所述第二出料口上方的过滤网，在所述过滤网上方，所述出料段的侧壁上设置有分别连通所述剪切泵和循环泵的入口和出口的循环出口和循环入口。

根据本发明的另一方面，提供一种不溶性硫磺生产方法，其中，所述方法包括：

S1、使液硫在引发剂和氮气保护下升温进行聚合反应；

S2、将聚合后的物料引入急冷塔并依次进行造粒、淬冷处理；
S3、在所述急冷塔内对淬冷产物进行溶剂熟化、萃取一体化处理；
S4、在所述急冷塔内将熟化萃取后的产物进行液相循环粉碎、萃取一体化处理。

通过上述技术方案，本发明的不溶性硫磺生产系统可以在急冷塔内完成造粒、淬冷、熟化萃取及粉碎萃取处理并输出浆体状物料。其中，通过在进料后由造粒器进行造粒，可以确保在后续的淬冷、熟化萃取过程中物料呈颗粒状态以便与溶剂、淬冷剂充分接触且便于随液体形成循环流；剪切泵和过滤网可以确保从第二出料口输出浆体状物料，避免后续输送管道的堵塞；造粒器、循环泵、剪切泵、循环内筒和液体分布头等，可以实现物料淬冷时温度场均匀分布、熟化萃取及粉碎萃取一体化操作。

附图说明

图 1 是根据本发明的不溶性硫磺生产系统的一种实施方式的结构示意图；

图 2 是图 1 中急冷塔的结构示意图；

图 3 是本发明的一种实施方式的造粒器和淬冷剂分布器的俯视图；

图 4 是图 3 中对应的一对第一分布管和第二分布管的截面图。

100-聚合釜，200-急冷塔，210-壳体，211-进料淬冷段，212-物料循环段，213-出料段，214-溶剂入口，215-淬冷剂入口，216-物料分离段，217-循环液出口，218-物料导流板，220-造粒器，221-第一进料管，222-第一分布管，2221-第一固定管，2222-第一旋转管，2223-第一出料通道，2224-第一出料孔，230-剪切泵，240-循环内筒，241-循环导流板，250-液体分布头，260-过滤网，270-淬冷剂分布器，271-第二进料管，272-第二分布管，2721-第二固定管，2722-第二旋转管，2723-第二出料通道，2724-第二出料孔，280-循环泵，300-冷却器，500-过滤器，600-干燥器，700-出料泵。

具体实施方式

以下结合附图对本发明的具体实施方式进行详细说明。应当理解

的是，此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本发明，并不用于限制本发明。

在本发明中，在未作相反说明的情况下，使用的方位词如“上、下、左、右”通常是指参考附图所示的上、下、左、右；“内、外”是指相对于各部件本身的轮廓的内、外。下面将参考附图并结合实施方式来详细说明本发明。

根据本发明的一个方面，提供一种不溶性硫磺生产系统，其中，所述不溶性硫磺生产系统包括具有第一出料口的聚合釜 100 和具有进料口的急冷塔 200，所述第一出料口与所述进料口连通，所述急冷塔 200 包括筒状的壳体 210、造粒器 220、剪切泵 230，所述壳体 210 包括从上向下设置的进料淬冷段 211 和出料段 213，所述壳体 210 的侧壁上设置有分别用于提供溶剂和淬冷剂的溶剂入口 214 和淬冷剂入口 215，其中：

所述进料口设置在所述进料淬冷段 211 上，所述造粒器 220 靠近所述进料口设置在所述进料淬冷段 211 内；

所述出料段 213 设置有第二出料口和位于所述第二出料口上方的过滤网 260，在所述过滤网 260 上方，所述出料段 213 的侧壁上设置有分别连通所述剪切泵 230 的入口和出口的循环出口和循环入口。

本发明的不溶性硫磺生产系统可以在急冷塔内完成造粒、淬冷、熟化萃取及粉碎萃取处理并输出浆体状物料。其中，通过在进料后由造粒器 220 进行造粒，可以确保在后续的淬冷、熟化萃取过程中物料呈颗粒状态以便与溶剂、淬冷剂充分接触且便于随液体形成循环流；剪切泵 230 和过滤网 260 可以确保从第二出料口输出浆体状物料，避免后续输送管道的堵塞循环内筒。

具体的，如图 1 和图 2 所示：

液硫经预热到 110~120℃ 进入聚合釜 100，同时向聚合釜 100 中加入引发剂，引发剂加入量为液硫加入量的 0.05wt%~0.3wt%。在氮气保护下，升温到 200~270℃ 进行聚合反应，并恒温 30~60 分钟。

液硫聚合后通过进料口进入急冷塔 200 中，首先通过造粒器 200 造粒，随后颗粒状物料（即下文的液滴物料形成的外固内液的高温硫

磺颗粒)与急冷塔 200 内的淬冷剂接触(淬冷剂由淬冷剂入口 215 引入急冷塔 200 中,可以采用软水为淬冷剂);高温磺磺颗粒在进料淬冷段 211 淬冷固化并例如在循环内筒 240 内浸泡在淬冷剂中;淬冷温度为 50~70℃,淬冷 5~30 分钟后,淬冷剂经第二出料口排出急冷塔 200,淬冷后形成的固体颗粒由过滤网 260 保持在急冷塔 240 内。

然后经淬冷剂入口 215 向急冷塔 200 中连续进溶剂,不断实现可溶性磺磺萃取,熟化处理温度 55~75℃,熟化 3~10 小时后启动剪切泵 230,循环剪切磺磺颗粒,剪切粉碎处理温度为 45~75℃,处理时间为 30~60 分钟,当磺磺颗粒小于 0.15 毫米时,细小颗粒透过过滤网 260 排出第二出料口。

如上所述,本发明的不溶性磺磺生产系统中,无需转运物料即可完成淬冷、熟化萃取及粉碎萃取处理,且最终从第二出料口排出的是含有细小颗粒的浆体状物料,大大降低了堵塞输出管网的可能性。另外,通过在急冷塔 200 内连续进行淬冷、熟化萃取及粉碎萃取,可以大大缩短处理时间,简化了工艺设备和流程,提高了生成效率。

本发明中,在淬冷、熟化萃取及粉碎萃取处理时,可以连续输入淬冷剂和溶剂,同时保持第二出料口打开,以便维持所需的处理温度。

为节约成本和提高效率,也可以使淬冷剂和溶剂循环使用。优选地,所述不溶性磺磺生产系统可以包括冷却器 300,所述壳体 210 包括位于所述进料淬冷段 211 和所述出料段 213 之间的用于固液分离的物料分离段 216 和用于循环物料的物料循环段 212,所述物料循环段 212 内设置有循环内筒 240 和用于向所述循环内筒 240 中喷洒淬冷剂或溶剂的液体分布头 250,所述物料分离段 216 的侧壁上设置有助于使分离后的液体排出的循环液出口 217,从所述循环液出口 217 排出的液体经所述冷却器 300 冷却并通过所述循环泵 280 送至所述循环入口,所述循环入口与所述液体分布头 250 连通。

在淬冷时,急冷塔 200 中淬冷剂从循环液出口 217 流经冷却器 300 冷却、循环泵 280 增压循环进入循环入口并通过液体分布头 250 喷洒在循环内筒 240 中,从而循环使用淬冷剂。同样,熟化萃取时,溶剂从循环液出口 217 流经冷却器 300 冷却、循环泵 280 增压循环进入循环入口并通过液体分布头 250 喷洒在循环内筒 240 中,从而循环使用溶剂;粉碎萃取时,溶剂从循环液出口 217 流经冷却器 300 冷却、

剪切泵 230 剪切循环进入循环入口并通过液体分布头 250 喷洒在循环内筒 240 中，从而循环使用溶剂。

在通过循环泵 280 或剪切泵 230 循环输送的作用下，循环内筒 240 内的颗粒物料与淬冷剂或溶剂充分碰撞接触，形成流化状态，从而能够更好、更快地进行淬冷、熟化、萃取处理。

其中，物料分离段 216 用于将携带颗粒物料的流体中的颗粒物料与液体（例如淬冷剂或溶剂）分离，以便仅从循环液出口 217 排出液体进行循环。在流体通过循环泵 280 从循环内筒 240 上端涌出时，由于流动截面突然从循环内筒 240 增大为壳体 210，流体流速下降，使得颗粒物料在重力作用下沉降而与液体分离，分离后的颗粒物料在循环内筒 240 中或沿循环内筒 240 的外壁下落。为便于引导颗粒物料的下落，所述循环内筒 240 的顶部外周上设置有向下渐扩的锥筒形的循环导流板 241，所述循环导流板 241 与所述壳体 210 的内壁之间具有间隙。优选地，所述循环导流板 241 的下端半径为所述壳体 210 半径的 0.5-0.9 倍，以保持适当的间隙。其中，循环导流板 241 的下端位于所述循环液出口 217 下方，以避免淬冷剂或溶剂在循环时颗粒物料进入循环液出口 217。

另外，优选地，所述物料分离段 216 的内壁上可以设置有朝向所述循环内筒 240 渐缩的锥筒形的物料导流板 218。由此，造粒后的颗粒物料可以通过物料导流板 218 导向到循环内筒 240 内。为避免与固液分离的干涉，所述物料导流板 218 位于所述循环液出口 217 上方。

优选地，为使得物料在物料导流板 218 的引导下以适当速度导入循环内筒 240，所述物料导流板 218 设置为以下至少一种形式：

所述物料导流板 218 下端与所述循环导流板 241 上端的距离为所述循环内筒 240 的直径；

所述物料导流板 218 的下端半径为所述循环内筒 240 的半径的 0.5-0.9 倍；

所述物料导流板 218 的高度为其上端半径的 0.7-1.4 倍。

另外，可以通过设置物料循环段 212 和出料段 213 的相应部件结构和参数来使得物料在物料循环段 212 和出料段 213 内停留所需的时间，优选地，所述不溶性硫磺生产系统设置为以下至少一种形式：

所述循环内筒 240 的直径为所述壳体 210 的直径的 0.4-0.8 倍；

所述循环内筒 240 的下端到所述过滤网 260 的距离为 0.1-0.5 米；
所述循环内筒 240 的高度为所述循环内筒 240 的直径的 2-6 倍；
所述过滤网 260 到所述壳体 210 的底封头的距离为 0.5-1 米；
所述过滤网 260 的形状与所述壳体 210 的底封头的形状一致。

本发明中，所述溶剂进口 214 和所述淬冷剂进口 215 可以设置在壳体 210 的适当位置，并通过相应的管线连接到相应的外部存储装置。优选地，所述溶剂进口 214 和所述淬冷剂进口 215 可以设置在所述进料淬冷段 211 的侧壁上，以免干涉其他段（例如物料分离段 216）的操作。

本发明中，造粒器 220 可以采用各种适当形式，只要能够将进料口进入的物料形成颗粒物料即可。从进料口进入的物料通常为拉丝、难以造粒的液态，造粒器 220 可以设置为能够将物料分割、造粒为液滴状的颗粒物料（也可以称为液滴物料）。

根据本发明的一种优选实施方式，如图 3 和图 4 所示，所述造粒器 220 包括与所述进料口连通的第一进料管 221 和与所述第一进料管 221 连通的的第一分布管 222，所述第一分布管 222 包括第一固定管 2221 和套设在所述第一固定管 2221 外并能够相对于所述第一固定管 2221 转动的第一旋转管 2222，所述第一固定管 2221 的管壁上设置有沿轴向延伸的第一出料通道 2223，所述第一旋转管 2222 的管壁上设置有能够与所述第一出料通道 2223 对应的多组第一出料孔 2224，每组所述第一出料孔 2224 沿轴向设置，多组所述第一出料孔 2224 沿所述第一旋转管 2222 的周向分布。

使用时，从进料口进入的物料通过第一进料管 221 进入第一固定管 2221，并通过第一旋转管 2222 上旋转到与第一出料通道 2223 对准的第一出料孔 2224 出料。其中，第一旋转管 2222 相对于第一固定管 2221 旋转，以间歇地通过不同的第一出料孔 2224 出料，因而可以通过这种相对旋转将物料切割，形成与第一出料孔 2224 形状对应的液滴物料，实现造粒。其中，为获得适当尺寸的液滴物料，可以设置第一出料孔 2224 的形状和参数，优选地，所述第一出料孔 2224 的大小为 0.5-3mm，同组中相邻的所述第一出料孔 2224 之间的间距为 3-15mm。其中，第一出料孔 2224 的大小指其形状轮廓的最大尺寸，根据第一出料孔 2224 的形状，所指尺寸不同。例如，对于圆形的第

一出料孔 2224 来说,其大小即为直径;对于椭圆形的第一出料孔 2224 来说,其大小即为椭圆的长径;对于长方形的第一出料孔 2224 来说,其大小即为长边的长度。

另外,为便于淬冷剂在进料淬冷段 211 内即与物料充分接触,可以在进料淬冷段 211 内设置用于均匀分布淬冷剂的分布器。在本发明的优选实施方式中,如图 3 和图 4 所示,所述进料淬冷段 221 内设置有淬冷剂分布器 270,所述淬冷剂分布器 270 包括与所述淬冷剂进口 215 连通的第二进料管 271 和与所述第二进料管 271 连通的第二分布管 272,所述第二分布管 272 平行于所述第一分布管 222 设置且所述所述第二分布管 272 的设置高度低于所述第一分布管 222,所述第二分布管 272 包括第二固定管 2721 和套设在所述第二固定管 2721 外并能够相对于所述第二固定管 2721 转动的第二旋转管 2722,所述第二固定管 2721 的管壁上设置有沿轴向延伸的第二出料通道 2723,所述第二旋转管 2722 的管壁上设置有能够与所述第二出料通道 2723 对应的多个第二出料孔 2724,多个所述第二出料孔 2724 沿所述第二旋转管 2722 的周向分布,所述第二旋转管 2722 的外壁上设置有能够与所述第一旋转管 2222 的外壁接触的刮片 273,所述第一出料通道 2223 朝向所述第二分布管 272 设置,所述第二出料通道 2723 偏离所述第一分布管 222 设置。

使用时,淬冷剂通过第二进料管 271 进入第二固定管 2721,并通过第二旋转管 2722 上旋转至与第二出料通道 2723 对准的第二出料孔 2724 排出。

由于淬冷剂以一定压力供应到淬冷剂进口 215,因而会以喷射形式从第二出料孔 2724 排出。为沿第二分布管 272 均匀提供淬冷剂,每个所述第二出料孔 2724 包括沿轴向依次延伸的多个条缝,每个所述条缝的宽度为 5-20mm,和/或,所述第二出料孔 2724 设置为提供沿所述第二旋转管 2722 的切向提供淬冷剂。

其中,通过使所述第二出料通道 2723 偏离(即第二出料通道 2723 不位于第一旋转管 2222 和第二旋转管 2722 之间)所述第一分布管 222 设置,可以使喷出的淬冷剂不会与从第一出料孔 2224 排出的液滴物料马上接触而导致液滴物料因急剧冷却而堵塞第一出料孔 2224。通过使所述第一出料通道 2223 朝向(即第一出料通道 2223 位于第一

旋转管 2222 和第二旋转管 2722 之间, 优选使第一出料通道 2223 位于第一旋转管 2222 和第二旋转管 2722 的同一截面上的圆心的连线上) 所述第二分布管 272 设置, 第二旋转管 2722 转动时能够通过刮片 273 接触第一旋转管 2222 的外壁, 从而一方面能够彻底将拉丝物料切割为液滴状, 以更好地实现造粒, 另一方面能够刮除可能挂在第一出料孔 2224 的外端口上的物料, 以免拉丝物料粘结在第一出料孔 2224 的出料孔上, 防止物料因暴露于低温环境冷却继而堵塞第一出料孔 2224, 以解决高粘度拉丝物料造粒难的问题。更具体的, 如图 4 所示, 第一出料通道 2223 斜向下朝向第二分布管 272 开放, 第二出料通道 2723 朝向第一分布管 222 所在的侧斜向下开放。

刮片 273 优选设置为以相切的方式经过第一出料孔 2224 的外端口, 为达到此效果并避免刮片 273 与第一旋转管 2222 的相对运动产生的硬性碰撞, 所述刮片 273 为具有弹性刮片。在这种情况下, 可以将刮片 273 的尺寸设置为延伸超出第一旋转管 2222 和第二旋转管 2722 之间的最小间隙, 从而在刮片 273 接触第一旋转管 2222 的情况下发生弹性变形而具有基本上沿第一旋转管 2222 的切向的部分, 继而通过该部分刮除物料。另外, 为避免刮片粘粘硫磺物料, 可以选用不易粘粘硫磺物料的材质。优选地, 刮片 273 为不锈钢刮片, 以兼顾弹性和不粘粘的要求。

本发明中, 从第一出料孔 2224 排出的液滴物料在离开第一出料孔 2224 即开始冷却, 形成外表固化内芯液态的高温硫磺颗粒, 继而在急冷塔中下落过程中与淬冷剂充分接触, 最终落入循环内筒 240 中浸泡在淬冷剂中冷却为固体颗粒。

优选地, 为均匀分布颗粒物料和淬冷剂, 如图 3 所示, 所述第一分布管 222 和所述第二分布管 272 为对应的多个并交替排列, 多个所述第一分布管 222 并排设置, 多个所述第二分布管 272 并排设置, 对应的所述第一分布管 222 和所述第二分布管 272 的沿同一平面的截面上中心线的连线相对于所述第一分布管 222 的排列平面成 40-50 度。其中, 第一分布管 222 和第二分布管 272 可以形成耙式分布管, 并均沿进料淬冷段 211 的横向设置, 以在进料淬冷段 211 的整个横截面上均匀分布物料和淬冷剂。

通过使第一分布管 222 和第二分布管 272 平行设置, 可以使第一

旋转管 2222 和第二旋转管 2722 的旋转轴线平行，便于通过同一驱动装置实现第一旋转管 2222 和第二旋转管 2722 的旋转。具体的，所述第一旋转管 2222 和所述第二旋转管 2722 可以分别通过传动装置与驱动装置连接。另外，所述第一旋转管 2222 和所述第二旋转管 2722 优选同向旋转，以使刮片 273 的刮除效果更佳。

另外，如图 1 所示，所述不溶性硫磺生产系统可以包括洗涤过滤器 500 和干燥器 600，所述洗涤过滤器 500 的入口和出口分别与所述第二出料口和所述干燥器 600 连通。具体的，洗涤过滤器 500、第二出料口之间可以通过管线连接，并可以通过出料泵 700 在管线中提供输送压力。从出料口排出的浆体状物料可以方便地通过出料泵 700 送至洗涤过滤器 500 中进行进一步洗涤萃取、过滤处理，洗涤、过滤溶剂可以通过单独的管道循环回收利用，洗涤过滤处理温度为 65~95℃，洗涤过滤连续操作 2~4 次。过滤得到的不溶性硫磺进入干燥器 600 中真空干燥，干燥温度 65~95℃，干燥处理时间为 1~5 小时，干燥真空度为 100~1000Pa，干燥后即可得到不溶性硫磺产品。

本申请的优选实施方式中，造粒器 220、循环泵 280、剪切泵 230、循环内筒 240 和液体分布头 250 等，可以实现物料淬冷时温度场均匀分布、熟化萃取及粉碎萃取一体化操作。

根据本发明的另一方面，提供一种不溶性硫磺生产方法，其中，所述方法包括：

- S1、使液硫在引发剂和氮气保护下升温进行聚合反应；
- S2、将聚合后的物料引入急冷塔并依次进行造粒、淬冷处理；
- S3、在所述急冷塔内对淬冷产物进行溶剂熟化、萃取一体化处理；
- S4、在所述急冷塔内将熟化萃取后的产物进行液相循环粉碎、萃取一体化处理。

本发明的不溶性硫磺生产方法可以在物料引入急冷塔后依次完成造粒、淬冷、熟化萃取及粉碎萃取处理并输出浆体状物料。其中，通过在进料后进行造粒，可以确保在后续的淬冷、熟化萃取过程中物料呈颗粒状态以便与溶剂、淬冷剂充分接触且便于随液体形成循环流；通过液相循环粉碎可以获得浆体状物料，避免后续输送管道的堵塞；造粒器、循环泵、剪切泵、循环内筒和液体分布头等，可以实现物料淬冷时温度场均匀分布、熟化萃取及粉碎萃取一体化操作。

其中,可以通过适当的方式进行液相循环粉碎,例如使用剪切泵。输出浆体状物料时可以进行过滤。

优选地,所述方法包括:S5、将液相循环粉碎后的浆料从所述急冷塔输出,以进行洗涤过滤;S6、将洗涤过滤后的固体产物进行干燥,以得到不溶性硫磺产品。其中,从急冷塔排出的浆体状物料可以方便地送至例如洗涤过滤器 500 中进行进一步洗涤萃取、过滤处理,洗涤、过滤溶剂可以通过单独的管道循环回收利用,洗涤过滤处理温度为 65~95℃,洗涤过滤连续操作 2~4 次。过滤得到的不溶性硫磺进入例如干燥器 600 中真空干燥,干燥温度 65~95℃,干燥处理时间为 1~5 小时,干燥真空度为 100~1000Pa,干燥后即可得到不溶性硫磺产品。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,聚合温度可以为 200~270℃,优选 250~260℃;聚合时间为 30~60 分钟,优选 30~45 分钟。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,所述引发剂可以采用过硫酸钾、二甲基亚砷等中的一种或几种。所述引发剂加入量为液硫加入量的 0.05wt%~0.3wt%,优选为 0.1wt~0.2wt%。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,淬冷温度可以为 50~70℃,优选 55~65℃,淬冷时间 5~30 分钟,优选 10~20 分钟。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,使用的淬冷剂可以为软水。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,熟化、洗涤、过滤过程中所使用的溶剂可以是环己烷、苯、对二甲苯等中的一种或几种,优选为对二甲苯。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,熟化处理温度可以为 55~75℃,优选 60~65℃,处理时间为 3~10 小时,优选 5~9 小时。其中,可以采用萃取剂作为熟化溶剂,同时实现了硫磺颗粒熟化与萃取过程,与常规低温熔融法相比,缩短了熟化时间、避免了淬冷剂干燥过程,大大缩短了工艺过程,简化了工艺流程,提高了生产效率。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,液相循环粉碎的处理温度可以为 45~75℃,优选 50~60℃,处理时间为 30~60 分钟,优选 35~50 分钟,粉碎后颗粒粒度为 100~250 目,优选 120~200 目。其中,可以采用萃取剂作为液相循环粉碎的溶剂,同时实现了硫磺颗粒粉碎与萃取过程,与常规的干式机械粉碎相比,可避免粉碎时物料升温对产品质量的影响。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,洗涤过滤处理温度可以为65~95℃,优选70~85℃,洗涤过滤连续操作2~4次,优选2~3次。

本发明的不溶性硫磺生产方法中,干燥处理可以采用真空干燥,干燥温度65~95℃,优选70~85℃,干燥处理时间为1~5小时,优选35~50分钟,干燥真空度为100~1000Pa,优选200~500Pa。

优选地,可以使用本发明的不溶性硫磺生产系统实施本发明的方法。

以上结合附图详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于此。在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型。本发明包括各个具体技术特征以任何合适的方式进行组合。为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。但这些简单变型和组合同样应当视为本发明所公开的内容,均属于本发明的保护范围。