

A 65.099 Case
8846 JRH (AMS)



22 DIC. 1962 280228

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INTRODUCCION

formulada el 23 de Agosto de 1.962, con el Núm. 280.228

e n

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamericana,
establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América,
por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE NEGRO DE HUMO DE
GRAN AREA SUPERFICIAL"

=====

Este invento se refiere a la producción de negro de humo por
combustión parcial y/o pirólisis de material carbonáceo. En un as-
pecto, se refiere a un procedimiento en el que pueden variarse fá-
cilmente las condiciones de reacción para mejorar las propiedades de
5 un producto de negro de humo. En otro aspecto, se refiere a un apa-
rato para poner en práctica dicho procedimiento

Se conocen ya los procedimientos para producir negro de humo
dirigiendo un gas de combustión u oxidante caliente en una trayecto



ria generalmente helicoidal, adyacente a la periferia de una zona de reacción generalmente cilíndrica y dirigiendo un material reaccionante axialmente sobre dicha zona en el interior de la masa en movimiento helicoidal de gas caliente. De este modo, el reaccionante se calienta rápidamente a una temperatura de formación de negro de humo, es decir, del orden de 1204° C. a 1927° C., y reacciona en dicha zona para formar negro de humo, que se extrae posteriormente. Se conocen procedimientos de este tipo con el nombre de procedimientos de llama tangencial y se encuentran descritos en las patentes americanas 2.375.795; 2.375.796; 2.375.797; y 2.375.798 (1945). Otro procedimiento de tipo de llama tangencial se describe en la patente americana 2.564.700 (1951) que se funda en la inyección de una mezcla combustible de carburante y gas oxidante circunferencialmente en una zona de combustión y en la reacción de la mezcla por combustión cerca de la periferia de dicha zona. El gas de combustión resultante a una temperatura elevada, se mueve en una trayectoria generalmente espiral hacia el eje de una zona de combustión y luego se dirige en una trayectoria generalmente helicoidal adyacente a la periferia de una zona de reacción que es contigua con dicha zona de combustión, es de menor diámetro que ella, y está en comunicación abierta con la misma. Se dirige un reaccionante carbonáceo a lo largo del eje común de dichas zonas y se calienta rápidamente a una temperatura formadora de negro de humo, gracias al calor comunicado directamente desde el gas de combustión en movimiento helicoidal. El reaccionante se hace reaccionar dentro de la zona de reacción para formar negro de humo, que se extrae posteriormente. Este tipo de procedimiento de llama tangencial se conoce con el nombre de procedimiento de precombustión, ya que el gas caliente se forma de modo prácticamente completo por combustión antes de contacto con el reaccionante.

280228



22

La mezcla de reacción formada en un procedimiento del tipo arriba descrito comprende una suspensión de un negro de humo en gas de combustión. Se conoce ya, por los procedimientos utilizados antes de ahora, la manera de retirar una tal mezcla de la zona de reacción y enfriar la mezcla brúscamente por inyección directa en la misma de un líquido refrigerante, tal como agua, para enfriar la mezcla bruscamente a una temperatura a la cual no puede producirse ya ninguna reacción adicional. Sin embargo, en los procedimientos hasta ahora utilizados, dicho enfriamiento, que se denomina comúnmente apagado, se ha aplicado a la mezcla de reacción, por fuera de la zona de reacción propiamente dicha.

Se ha encontrado que el punto, a lo largo de la línea de flujo de la mezcla de reacción, en que se efectúa el apagado ejerce una influencia importante sobre las propiedades del negro de humo producido. Se ha encontrado, además, que cuando el apagado inicial se efectúa dentro de la zona de reacción propiamente dicha, y no en punto corriente abajo de la misma en equipo de transferencia, varían sustancialmente las propiedades del negro de humo, según sea el punto de dentro de la zona de reacción en el que se efectúa el apagado inicial. Se ha encontrado también, sin que esto fuera previsible, que un negro de humo clasificado como "negro de humo SAF" (negro de humo de horno super-resistente a la abrasión) caracterizado por tener un "área superficial nitrogenada" de más de 130 metros cuadrados por gramo, según el ensayo tipo de área superficial nitrogenada de negro de humo conocido y admitido por la técnica como norma, y por comunicar a mezclas de ensayo de caucho tipo mayor resistencia a la abrasión que los negro de humo de menos de 130 metros cuadrados por gramos de área superficial de nitrógeno, puede producirse en el procedimiento y aparato del presente invento, como se ve claramente por los datos numéricos de los Ejem

280228



plos de la Tabla V, para un horno de zona de reacción de 30,48 cm. de diámetro, aumentando la velocidad del aire introducido tangencialmente a más de 7645 m³n por hora, la velocidad del gas introducido tangencialmente a más de 509 m³ normales por hora, y la velocidad de aceite axial a 1.022 litros, por lo menos, por hora, y extendiendo el tubo inyector de alimentación hidrocarbonada axial desde 5,08 a 15,25 cm. en el extremo de entrada de la zona de combustión del horno.

De acuerdo con el presente invento, una mezcla, de reacción que contiene negro de humo producida en un procedimiento de llama tangencial, se paga dentro de la zona de reacción misma. La posición en la zona de reacción en la que se produce el apagado puede variar dentro de límites bastante amplios. En general, de acuerdo con este invento, el apagado se efectúa en la parte que corresponde a los 3/4 corriente abajo de la zona de reacción. Sin embargo, cuando se usa una zona de reacción larga, puede utilizarse el apagado corriente arriba del punto correspondiente a 1/4, si se desea, con tal que el apagado se verifique en un punto corriente abajo. Es conveniente, además, apagar inmediatamente después de que el negro de humo que se ha formado ha quedado libre de material alquitranoso, es decir, cuando se ha convertido en un negro de humo libre de alquitrán tal como se define en el comercio, que es cuando las muestras del negro de humo floculento que se separan del gas residual y se recogen en el punto 25 del dibujo tiene un valor en el "fotolómetro" de por lo menos 80 y preferiblemente 85 o mayor en este punto, antes de granular. Este ensayo del "fotolómetro" es bien conocido en la técnica explicándose el procedimiento normal en el párrafo siguiente.

El contenido de alquitrán del negro de humo se determina mezclando 2 gramos de negro de humo con 50 cc. de cloroformo, hirviendo la mezcla, filtrando y determinando el porcentaje de transmitancia de

280228



<2

5 luz del filtrado en comparación con la transmitancia de una muestra de control de cloroformo. Conviene hacer la comparación con un colorímetro fotoeléctrico, tal como un colorímetro Lumetron, a una longitud de onda de 440 μ una intensidad luminosa de 20, y una cubeta de 1 cm. de larga. Un negro de humo libre de alquitrán se de fine arbitrariamente como aquel que presenta en ensayos sobre muestras tomadas después de granular, una transmitancia mayor de 85 por ciento de acuerdo con este procedimiento. La granulación del negro de humo floculento (no descrita) por los procedimientos corrientes eleva el número de fotolómetro 5 puntos o más, por ejemplos desde 80 a 85. Algunas veces se emplea acetona en vez de cloroformo en el procedimiento de ensayo. La transmitancia por ciento equivalente a 85% con cloroformo es aproximadamente 92% con acetona. La acetona o el cloroformo originalmente usados para el ensayo deben ser prácticamente incoloros.

15

Cuando se emplea el término "fotolómetro" sin mencionar el di solvente, se admite de modo convencional en esta especialidad que se emplea cloroformo como disolvente.

20

De acuerdo con una realización del invento, el apagado de una mezcla de reacción conteniendo negro de humo producidas en un procedimiento de llama tangencial del tipo de precombustión se efectúa inyectando una pluralidad de corrientes o chorros de líquido de apagado desde la periferia de la zona de reacción hacia el interior de la misma.

25

De acuerdo con otra realización del invento, el apagado se efectua inyectando el líquido de apagado, en una pluralidad de corrientes o chorros, desde un punto en la zona de reacción, situado en su eje o cerca de su eje, hacia la periferia de la zona de reacción.

30

Un objeto del presente invento es proporcionar un procedimien

280228



22 00 1982

to mejorado para producir negro de humo y otro objeto es proporcionar un aparato mejorado para poner en práctica dicho procedimiento.

5 Otro objeto es proporcionar un procedimiento y aparato para producir un negro de humo mejorado caracterizado por un área superficial nitrogenada grande, preferiblemente por encima de $130 \text{ m}^2/\text{gr}$. y/o capaz de comunicar alta resistencia a la abrasión a los compuestos de caucho a los que se añade dicho negro de humo.

10 Este invento se refiere también a un aparato adecuado para efectuar el apagado tal como se ha descrito arriba. Así, pues, en una realización del invento, se proporciona un reactor de tipo de precombustión provisto de una pluralidad de tuberías de entrada de apagado en posición radial en un lugar corriente abajo de la cámara de reacción. Otra realización del invento comprende un aparato
15 en el que se proporciona un apagado en posición longitudinal en un punto corriente abajo de la cámara de reacción. Dicha entrada de apagado puede ser movable longitudinalmente dentro de la cámara de reacción de manera que, si se desea, puede cambiarse el punto de introducción del líquido de apagado.

20 El líquido de apagado es generalmente agua. Pero, pueden usarse otros materiales líquidos, por ejemplo, hidrocarburos normalmente gaseosos, licuados.

No se comprende por completo los detalles de cómo la variación del punto en que se introduce el líquido de apagado primario
25 dentro de la zona de reacción conduce a una variación de las propiedades del negro de humo producido. Es posible que el enfriamiento rápido efectuado por el apagado origine que una o más reacciones, físicas o químicas, cesen antes de la terminación normal.

30 El término "apagante" o "de apagado", tal como se emplea en esta solicitud y en las reivindicaciones, alude a la introducción

230228



en una mezcla de reacción de un material, en fase líquida, a una temperatura y en cantidad suficiente, de modo que la temperatura de la mezcla de reacción se rebaja bruscamente, como consecuencia de la vaporización brusca del líquido.

5 Los dibujos ilustran varias realizaciones de este invento.

La FIGURA 1, es una esquema de flujo de un procedimiento de acuerdo con este invento.

La FIGURA 2, es una vista en alzado de un reactor de acuerdo con este invento.

10 La FIGURA 3, es una vista en sección transversal del reactor tomada según la línea 3-3 de la FIGURA 2.

La FIGURA 4 es una vista en sección transversal de reactor tomada según la línea 4-4 de la Figura 2.

15 La FIGURA 5 es una vista interior de un reactor del tipo representado en la Figura 2 y provisto de una tobera adecuada para inyección de reaccionante vaporizado.

La FIGURA 6 es una vista terminal de dicha tobera.

La FIGURA 7 es una vista en alzado en sección de otra tobera de inyección de reaccionante de acuerdo con este invento.

20 La FIGURA 8 es una vista en sección transversal tomada según la línea 8-8 de la Figura 7.

25 La FIGURA 9 es una vista en sección transversal de una punta que puede reemplazar a la punta 92 en la figura 7 cuando el reaccionante se suministra en fase gaseosa o en fase vapor, al reactor.

La FIGURA 10 es una vista en alzado de una tubería de entrada de líquido de apagado de acuerdo con este invento.

La FIGURA 11 es una vista en sección transversal de la tubería de entrada tomada según la línea 11-11 de la figura 10.

30 La FIGURA 12 es una vista en alzado de un reactor que tiene

280228



otro tipo de apagador de acuerdo con este invento.

La FIGURA 12-A es una vista terminal del miembro 101 de la Figura 12.

5 La FIGURA 12-B es una vista terminal de la placa 102 de la Figura 12.

La FIGURA 12-C es una vista en planta del armazón representado en la Figura 12.

La FIGURA 13 es una alzado en sección de una tubería de entrada de apagado 60 representada en la Figura 12.

10 La FIGURA 14 es una vista en sección transversal tomada según la línea 14-14 de la Figura 13.

La FIGURA 15 es una vista en sección transversal tomada según la línea 15-15 de la Figura 13.

15 Según se representa por la FIGURA 1, un reaccionante carbonáceo entre en la zona de precalentamiento 3 por la tubería de entrada 2 y allí se precalienta y/o vaporiza a cualquier temperatura deseada. El reaccionante puede ser cualquier material carbonáceo convertible en negro de humo por pirolisis y/o combustión parcial. Generalmente es un material hidrocarbonado, pudiendo ser normalmente gaseoso, líquido o sólido. Entre los materiales hidrocarbonados adecuados figuran: metano, etano, propano, butano, nafta y gas oil. Un material que da resultado muy satisfactorio, es un gas oil cíclico o muy aromático, por ejemplo, que hierva entre los límites de, aproximadamente, 204°C a 371°C, produciéndose dichos
20 materiales como fracciones de devolución en procedimientos de craqueo. El precalentamiento puede omitirse empleando una desviación 2A. si se desea, o bien, puede precalentarse sólo parte del reaccionante.
25

30 El reaccionante pasa a través del conducto 4 y se dirige axialmente al reactor 5, que comprenden una zona de combustión ge

280228



neralmente cilíndrica 6 y una zona de reacción generalmente cilíndrica 7. La zona de combustión 6 tiene un diámetro mayor que la zona de reacción 7 y ordinariamente tiene una longitud menor que su diámetro. La zona de reacción 7, es generalmente de longitud mayor que el diámetro, Puede suministrarse una pequeña cantidad de aire, denominado "aire de camisa", a través del conducto 4 A, preferiblemente de forma de camisa anular que rodea la corriente de reaccionante. En la práctica de este invento, puede emplearse con resultado satisfactorio, vapor o mezclas de aire y vapor, en lugar del mencionado "aire de camisa", pero no se prefiere el vapor por ser más caro.

Simultáneamente, entra en el sistema un combustible y un oxidante a través de los conductos 9 y 10, respectivamente. El combustible es preferiblemente un combustible fluido, aunque puede usarse un combustible sólido. El combustible puede ser gaseoso o líquido, por ejemplo, metano, etano, propano, butano, hidrógeno, monóxido de carbono, o un fuel oil. El oxidante es ordinariamente un gas que contiene oxígeno, por ejemplo, oxígeno, aire o aire enriquecido con oxígeno. Si se desea, puede calentarse en la zona de precalentamiento 11, el combustible, o el oxidante, o ambos. El combustible y el oxidante se mezclan en proporciones combustibles y pasan a una tubería de entrada en posición tangencial 8 donde se encienden en el túnel 34 y se dirigen circunferencialmente a la cámara de reacción 6 del reactor 5. En algunos casos, dicha combustión iniciada en el túnel 34 se completa allí; en otros casos, se completa en la cámara de reacción 6 con resultados equivalentes.

La mezcla puede ser rica o pobre, con respecto al combustible, o puede ser una mezcla del combustible o el oxidante en proporciones estequiométricas, La inyección de la mezcla combustible en el reactor 5 y su combustión subsiguiente cerca de la periferia

2228



de la zona de combustión 6 produce una masa en movimiento helicoidal de gas de combustión caliente que atraviesa la zona de reacción 7. La masa de gas caliente transfiere calor directamente al reactivo dirigido axialmente, que se convierte en negro de humo.

5 De acuerdo con este invento, se dirige agua, en fase líquida, a través de la tubería de entrada 12 y a través de las líneas de tuberías 13, 15, 18 y 20, en una pluralidad de corrientes que se dirigen radialmente en una sección de apagado 5 A sobre la zona de reacción 7, rebajando así bruscamente la temperatura de la
10 mezcla de reacción que contiene negro de humo que atraviesa la zona de reacción 7. Puede dirigirse agua a través de las líneas de tuberías 14, 17 y 19, como refrigerante para las tuberías de entrada de apagado 16, según se describirá más adelante. La mezcla de
15 reacción enfriada, que se ha enfriado preferiblemente a una temperatura de menos de 1.093°C y mejor aún a una temperatura comprendida entre 1.037 y 1.093°C , se retira a través de la tubería 23. En la tubería 23, puede efectuarse un enfriamiento adicional, por ejemplo, hasta 649°C , o menos, por exposición de la tubería 23 (sin aislar) a la atmósfera, mediante el uso de un rociado de
20 apagado adicional 27 A y/o mediante el uso de intercambio térmico in directo, no representando este último recurso en el dibujo. La zona de reacción enfriada pasa a una zona de separación gas-sólidos 24. Esta zona puede comprender cualquier equipo corriente, por ejemplo, filtros de saco, separadores de ciclón o precipitadores
25 eléctricos o cualquier combinación deseada de estos medios. El gas residual se retira del sistema a través de la tubería de salida 26, extrayéndose en negro de humo a través de la tubería de salida 25.

Las FIGURAS 2, 3 y 4 ilustran una realización del reactor
30 5 de acuerdo con este invento. Según se representa en la FIGURA 2,

22 DI



5 el reactor 5 comprende una vaina metálica externa 30 revestida con aislamiento 31 y refractario 32, se proporciona una entrada 33 para introducción axial de reaccionante. La entrada en posición tangencial 8, representada en la FIGURA 3, está prevista en la cámara de combustión o zona 6 y comprende túneles 34 conteniendo quemadores 35. Los quemadores 35 están compuestos de tubos de aire 36 que tienen orificios 39, y tubos de gas 37, que tienen extremos cerrados 39 A y una pluralidad de aberturas circunferencialmente espaciadas, 38. Al operar, se suministra aire a los tubos 36 y gas combustible a los tubos 37. El combustible sale a través de las aberturas 38 y se mezcla con el aire, mientras que la mezcla pasa a través de orificios 39 a túneles 34.

10 Como se ha indicado, la cámara o zona de reacción 7 es de diámetro menor y longitud mayor que la zona de combustión 6. En la zona de reacción 7 hay colocadas radialmente entradas de apagado 16. Como se representa por las FIGURAS 2 y 4, las entradas de apagado 16 son cuatro y están en posición radial con respecto a la zona de reacción 7. Si se desea, estas entradas pueden estar colocadas en un ligero ángulo con respecto al radio de la zona 7. Igualmente, puede emplearse un número mayor o menor de cuatro. Es conveniente usar por lo menos dos de tales entradas de apagado. Como se ve por la FIGURA 4, se usan cuatro de tales entradas habiéndose encontrado que dan resultado completamente satisfactorio. Estas cuatro entradas están separadas 90° alrededor, de la circunferencia de la zona de reacción 7. Para obtener buenos resultados se han empleado dos de dichas entradas separadas 180°.

25 Las FIGURAS 5 y 6 ilustran un inyector adecuado para uso de acuerdo con este invento cuando el reaccionante, por ejemplo aceite se inyecta en el reactor en fase de vapor. El aceite pasa a través de la tubería de entrada 80 a la que está unido, por medio de

20228

filetes, un miembro de tapa 81. El miembro 81 está achaflanado como se indica en 82. Una serie de orificios 83 están perforados perpendicularmente a la superficie achaflanada 82 y espaciados -
circunferencialmente como se representa. El ángulo "a" puede ser
5 de 10 a 50°: En un aparato, la tubería 80 era de tubo de 3,81 cm. y el miembro 81 era una tapa de tubo de 3,81 cm. Se utilizaron toberas en las que en ángulo "a" era 15° y 45° en los ensayos que se mencionan en el ejemplo 3 de esta solicitud. El ángulo 2a se
10 designa con el nombre de "ángulo comprendido" de la tobera de rociado. Se observará que, cuando se usa una tobera de este tipo, - la inyección del aceite no es estrictamente axial. Sin embargo, los estudios aerodinámicos del procedimiento indican que la dirección del aceite, inyectado inicialmente en ángulo con respecto al eje del reactor cambia rápidamente a una dirección prácticamente
15 paralela con dicho eje, o coincidir con el mismo, de manera que la denominación de "prácticamente de modo axial", tal como se usa en las reivindicaciones, abarca la inyección según se ilustra en las Figuras 5 y 6. Puede inyectarse "aire de camisa" a través del anillo 80 A de la figura 5,

20 Las Figuras 7, 8 y 9 ilustran otro tipo de inyector adecuado para uso con un reaccionante que puede ser líquido o vapor. Este inyector, que se describe en la solicitud U.S. nº. de serie 406.921, depositada el 29 de Enero de 1954 actualmente pat. amer. Nº. 2.781.247 de 12 de Febrero de 1.957, comprende un tubo de aceite central 85, una camisa refrigerante 87 y un conducto de aire
25 anular 95. El tubo 85 está roscado en su entrada 86 y está provisto de punta de salida 92 que contiene la tobera de rociado 93. La punta 92 está unida al tubo 85 por medio de filetes según se representa. La cámara de aire 96 está provista de la entrada roscada 97. El bloque 88 contiene la entrada 90, roscada en 98 y la
30



5 salida 89, roscada en 99. Se une el tubo de inducción de refrige-
 rante 91 al bloqueo 88 por roscado, según se representa. Al fun-
 cionar, se introduce líquido reaccionante a través de los tubos
 85, y se hace circular líquido refrigerante, generalmente agua,
 a través de la camisa 87, protegiendo el tubo 85 y la punta 92
 10 contra la oxidación. El aire "de camisa" entra a través de la tu-
 bería de entrada 97 y pasa por el anillo 95, protegiendo adicio-
 nalmente al tubo 85 y la punta 92 contra la oxidación y la depo-
 sitación de carbono. El inyector 84 se usa en el reactor 5 en
 lugar de la tubería de entrada 33 o en lugar del inyector repre-
 sentado en la Figura 5, estando colocados al bloque 88 y las en-
 tradas 86 y 98 fuera del reactor.

15 Cuando el reaccionante se inyecta en fase gaseosa o vapor,
 la punta 94, representada en la Figura 9, puede reemplazar a la
 punta 92 que se indica en la Figura 7.

Bien sea el inyector 84, o bien la tobera 82, pueden colo-
 carse de manera que penetren en la cámara de combustión 6 o pue-
 den rebajarse en la pared extrema de la misma.

20 El inyector 84 es de construcción soldada, según se indica
 en la Figura 7.

Las Figuras 10 y 11 ilustran una estructura conveniente pa-
 ra entrada de apagado 16 de acuerdo con este invento. La entrada
 de apagado 16 comprende un conducto de líquido de apagado central
 40, que está roscado en el extremo de entrada 41 y está provisto
 25 de una tobera de rociado 42 colocada en la punta 43. La punta 43
 está unida al conducto 40 mediante roscado, según se indica en
 44. Los medios de entrada de apagado 16 están provistos también
 de un miembro de bloque 45 que está perforado para proporcionar
 entrada de refrigerante 46 y salida de refrigerante 47 que pueden
 30 estar convenientemente roscadas, según se indica, en 48 y 49, res-

280228



22

pectivamente. El tubo de inducción de refrigeración 50 está unido al bloque 45, por medio de roscado, en 51. Rodeando al conducto central 40 y al tubo de inducción 50, hay una camisa de refrigerante 52. El conjunto de entradas puede realizarse por soldadura de las partes metálicas, según se indica, o por cualquier otro tipo adecuado de construcción.

Durante el funcionamiento, el líquido de apagado, p. ej. agua, se pasa a través del tubo central o conducto 40 y la tobera de rociado 42 y se dirige hacia el interior del reactor. Un líquido refrigerante, que puede ser agua, se dirige hacia la camisa 52 a través de la entrada 46 y el tubo de inducción 50, y se retira por la salida 47, protegiendo así el conducto 40 contra la oxidación durante el uso.

Las Figuras 12 y 12C ilustran el reactor 5 provisto con otro tipo de aparato de apagado de acuerdo con este invento. Los números 5, 7, 30, 31, 32 representan miembros ya descritos al tratar de las figuras 1 y 2. El número 60 representa una entrada de apagado en posición axial, a través de la cual se inyecta agua de apagado en el interior de la zona de reacción 7 en un punto de su eje, o cerca del mismo, y se dirige hacia fuera hacia la periferia de la zona de reacción según se indica por las flechas rotas. La entrada de apagado 60 se extiende a través del prensaestopas 62 en la tubería de salida 61. La tubería 61 reemplaza a la sección de apagado 5A de las Figuras 1 y 2. Se proporciona un material de empaquetadura 63, que puede ser de amianto o material termoresistente análogo, para impedir las fugas, y se mantiene en posición por el soporta-empaquetaduras 107. La entrada de apagado 60 se soporta por un bastidor que comprende los soportes 100, miembro terminal 101 y placa 102. Los soportes 100 y miembro terminal 101 son de hierro en ángulo convenientemente soldados

280228



entre sí y con la tubería 61, según se representa. La placa 102 está asegurada al miembro terminal 101 por 4 pernos 103. El tornillo de ajuste 108 mantiene el apagador 60 en cualquier posición deseada lateralmente. La entrada 60 se puede mover longitudinalmente en el -
5 prensaestopas 62 de manera que la posición de la salida 64 puede variar a lo largo de la longitud de la cámara de reacción 7, según se desea, ajustando conveniente el tornillo de ajuste 108.

La Figura 12 A presente detalles del miembro terminal 101. Este miembro es en general rectangular y se forma por soldadura o unión
10 mútua de alguna otra clase, de cuatro hierros en ángulo. Se proporcionan ranuras horizontalmente alargadas 104, según se representa.

La Figura 12 B representa detalles de la placa metálica 102. La abertura central 106 sirve para sostener el apagador 60. Se proporcionan cuatro ranuras verticalmente alargadas 105 para coincidir
15 con las ranuras 104 del miembro terminal 101.

El apagador 60 se instala y ajusta ordinariamente por 2 personas, una de las cuales observa a través de la abertura axial que hay en la cámara de combustión y dirige el ajuste. que se hace por la otra persona. La posición longitudinal de la salida 64 se ajusta
20 por medio del tornillo de ajuste 108. La salida 64 se centra luego ajustando vertical y horizontalmente la posición de la placa 102 con relación al miembro terminal 101 y apretando los pernos y tuercas 103. El soportaempaquetaduras 107 se aprieta luego para completar - el ajuste.

25 Como se representa en las Figuras 13, 14 y 15, la entrada de apagado o inyector 60 comprende un tubo central 65, que está provisto de una tobera de rociado 64 en su extremo de salida, Rodeando al tubo 65, está el tubo de inducción 66 que, a su vez está rodeado por la camisa 67. Se proporciona una entrada roscada 68 en
30 el tubo de inducción 66, y una salida roscada 69 en la camisa 67. -

280228



Pueden proporcionarse uno o más espaciadores 70 dentro de la estructura de camisa para impedir el combado de los diversos tubos cuando el inyector es de considerable longitud. En el extremo de salida del tubo 65, se proporciona una placa desviadora 71 que está
5 unida al tubo 65 por medio de la placa de soporte 72 y la varillas 73, estando la tobera de rociado 64 soldada o conectada de algún otro modo conveniente a la placa soporte 72, y estando unida la estructura total, que comprende tobera 64, placas 71 y 72 y varillas 73, unida al tubo 64 por medio de roscado.

10 Durante el funcionamiento, entra agua de apagado a través del tubo 65 y la tobera 64 y se dirige contra la placa desviadora 71 de manera que últimamente se dirigen una pluralidad de chorros o corriente de agua exteriormente hacia la periferia de la cámara de reacción 7, según se indica por las flechas de puntos de la Fi-
15 gura 12. Un líquido refrigerante entra por el tubo de inducción 66 a través de la entrada 68 y pasa a través de la camisa 67, retirándose por la salida 69. Una gran parte del tubo de entrada 65 queda así protegida de las altas temperaturas en el reactor.

La realización del invento que se ilustra en las Figuras 12
20 a 15 es útil no solamente para funcionamiento en escala total, sino también para ensayos para determinar la posición deseada de la tubería de salida de apagado, p.ej.: cuando se desea colocar la posición óptima de las entradas 16 en un reactor del tipo ilustrado en la Figura 2. Sin embargo, se incluye dentro del alcance del in-
25 vento el proporcionar varias series de entradas radiales del tipo representado en las Figuras 2 y 4, estando espaciadas las diversas series longitudinalmente entre sí de manera que el punto de inyección de líquido de apagado puede variar en un reactor del tipo representado en la Figura 1.

30 La Figura 13, por razones de conveniencia, representa medios



20 Dic 1962

de apagado 60 algo más cortos que de ordinario, en comparación con su diámetro.

EJEMPLO I

5 Se realizaron dos ensayos, utilizando un reactor del tipo
 ilustrado en las Figuras 1, 2 y 3. La cámara de reacción 7 era de
 30,48 cm de diámetro y 3,35 m de largo. La cámara de combustión 6
 era de 83,8 cm. de diámetro y 30,48 cm de larg. Estaba provista
 de dos entradas tangenciales 34 separadas 180 grados, teniendo ca-
 10 cada una un diámetro máximo de 20,32 cm y una longitud de 50,80 cm.
 En cada entrada se colocó un quemador de acero de calibre 10. Ca-
 da quemador consistía en un tubo de aire que tenía un diámetro in-
 terno de 13,97 cm, una longitud de 21,73 cm. y un orificio de 11,43
 cm (D.I.) en la punta del mismo; y un tubo de gas, de acero inoxidable
 15 de 2,54 cm, uno de cuyos extremos estaba cerrado y colocado a un ni-
 vel con dicho orificio. El tubo de gas tenía una única fila circun-
 ferencial de ocho aberturas de 0,63 cm en la pared lateral cerca
 del extremo cerrado de la misma. El tubo de gas estaba colocado
 coaxialmente dentro del tubo de aire. Se colocó un tubo en posi-
 20 ción axial en la pared extrema de la cámara de combustión para in-
 troducción del reaccionante. Se colocaron dos tubos de apagado de
 orificios de 0'27 cm en posición radial para extenderse a través
 de la pared cilíndrica de la cámara de reacción en una posición
 a 1,82 m. del extremo de salida del reactor. Los tubos de apaga-
 25 do estaban separados 180 grados alrededor de la circunferencia de la
 cámara de reacción y cada salida de tubo estaba rebajada ligeramen-
 te dentro del forro refractario.

30 Se comenzó la operación alimentando una mezcla de 12 partes
 en volumen de aire y 1 parte en volumen de gas (predominantemente
 metano) a los quemadores tangenciales durante un periodo de calen-

480228



tamiento inicial preliminar del horno de dos días, después de lo cual se aumentó la relación volumétrica de aire a gas a 15:1 durante un período de 4 días, se introdujo aceite, y se recogió negro de humo.

5 El aceite introducido era un gas oil de devolución aromática obtenido en un procedimiento de craqueo y teniendo un índice de correlación (Bureau of mines) de 89,3 alimentado en el reactor a través de la entrada axial, vaporizándose el aceite antes de introducción en el reactor. Se introdujo una cantidad relativamente pequeña de aire (aire de "camisa") a través de un tubo anular alrededor del exterior del tubo de entrada de vapor de aceite. Las condiciones operatorias fueron las siguientes:

	Velocidad de alimentación de aceite, litros/hora	764,63
15	Velocidad de aire tangencial, dm^3 n.h.	5.238.603
	Velocidad tangencial de gas, dm^3 n.h.	349.145,53
	Velocidad de aire de "camisa", cm^3 n.h.	113,267
	Temperatura de precalentamiento de aceite, °C.	385
	Agua total a las entradas de apagado de reactor l./min.	18,92

20 El rendimiento de negro de humo fue de 1,22 Kg. por cada 3,7852 litros de aceite alimentado. El negro de humo tenía un valor en el fotolómetro de 97% de transmisión, medido extrayendo el negro de humo con cloroformo, separando el negro de humo, y midiendo la transmisión luminosa de la solución resultante. Una transmisión de 85% o mayor indica que el negro de humo está exento de alquitrán, según la definición comercial.

25 El negro de humo se granuló en un procedimiento de granulado en seco hasta una densidad aparente de 10,43 Kg por $28,317 dm^3$ y se prepararon composiciones con muestras de caucho sintético que tenían las propiedades indicadas en la Tabla I. El "Control 1" y el "Control

280228



22 DIC 1952

2" de la Tabla son negros de humo producidos en general de la misma manera que A y B, a excepción de que no se usó apagado dentro del reactor. En todos los ensayos, el apagado se efectuó corriente abajo del reactor, pero, en los ensayo A y B, este fué un apagado secundario, mientras que, en los ensayos de control, fué, un apagado primario.

280228

Tabla I - Propiedades físicas de negro de humo compuestos con caucho GR-S, 50°C.¹

(Muestran vulcanizadas durante 30 minutos a 152°C)

Muestra	Deformación con sión, %	Módulo 300%, kg./cm ²	Tracción kg./cm ²	Elongación, %	Resiliencia %	Dureza Shore	Pérdida de Abrasión Original gr.	Envejeci- do, gr.	Índice de abrasión Orign %	Envejec. %	Mooney compuesto MS-1 $\frac{1}{2}$
A (este invento)	19,8	82,25	229,19	585	59,9	54,0	8,78	7,32	122	125	35,0
Control 1	18,0	82,93	215,13	565	61,7	53,0	10,67	9,19	100	100	33,5
B (este invento)	18,7	79,43	241,14	605	56,6	52,0	7,91	6,77	126	130	33,0
Control 2	18,1	74,22	212,32	580	59,3	52,5	9,96	8,78	100	100	31,5

Componente

GR-S 1000
Negro de Humo
Oxido de cinc
Azufre
BRT h^a 7^a
Santocure^b

Partes en pe-
so
100
40
3
1,75
6
0,8

^a BRT h^a 7: un alquitrán refinado que tiene un contenido elevado de C libre, empleado como ablandador

^b Santocure (nombre comercial): N-ciclohexil-2-benzotiazol-sulfenamida. Adelerador

2: envejecido en horno 24 horas a 100°C.

280228





Los datos indican que las muestras A y B (de este invento) fueron superiores a los controles, particularmente en lo que se refiere a la resistencia a la abrasión, que es una propiedad muy importante de la superficie de rodadura de los neumáticos. El índice de abrasión que se da en la Tabla I se base en un valor comparativo de 100 asignado a los controles que son ellos mismos negros de humo de alta calidad, Por tanto, se observa evidentemente el índice de abrasión superior, que indica baja pérdida, de los negros de humo preparados de acuerdo con este invento.

10

EJEMPLO II

Se realizaron varios ensayos en un reactor del tipo que se representa en la Figura 12. El reactor estaba equipado con un apagador axial del tipo representado en las Figuras 13, 14 y 15. El apagador era de acero inoxidable. El tubo de agua central era de una longitud de 294 cm de tubo de 1'27 cm al que se había soldado una longitud de 243,8 cm de camisa de agua de un diámetro de 5,08 cm, según se representa en el dibujo. Se soldó en el interior de la camisa de agua, según se representa en los dibujos, un tubo de inducción de agua de 3,17 cm, de 249 cm de largo. Se proporcionaron espaciadores del tipo representado en el dibujo, en series de 3, a intervalos de 0,30 m. a lo largo del interior de la camisa de agua. El apagador se podía mover longitudinalmente dentro del reactor.

15

20

En otros aspectos, el reactor era análogo al empleado en el Ejemplo 1, excepto en lo siguiente: no se usó apagado radial; la cámara de combustión era de 55,8 cm de diámetro y 15,24 cm de largo; los túneles tangenciales tenían un diámetro máximo de 15,24 cm y una longitud de 31,75 cm; los quemadores tangenciales eran de 10,16 cm en el diámetro interno de 22,86 cm de largo con un orificio de 5,45 cm en el diámetro interno, mezclándose el carburante y el aire antes

30



de llegar a los quemadores; y la sección de reacción era de 15 cm de diámetro y 1,52 m de largo.

Las condiciones operatorias fueron esencialmente iguales que en el Ejemplo 1, a excepción de que la velocidad de introducción de aceite y el índice de correlación de aceite fueron los que se representan en la Tabla II. La velocidad de introducción de aire tangencial en todos los ensayos 1 a 4 fue de 1.699.006 dm³ n.h., la del aire axial de camisa 56.634 dm³ n.h. y la velocidad de gas natural tangencial fué 113.267 dm³ n.h.

10

TABLA II

Ensayo	Indice de correlación aceite (Bureau of Mines)	Distancia de la entrada de la cámara de reacción a la placa desviadora del apagador cm.	Velocidad de aceite 1/h	Rendimiento Kg/3,785 l.	Indice de abrasión ¹	Area superficial m ² /gr. ²
1	97	152,40	74,7	1,419	107	137,1
2	97	127,00	72,9	1,401	106	141,3
3	97	101,60	68,5	1,356	114	147,9
20 4	97	76,20	63,7	1,267	123	167,9

1 Promedio de original y envejecido. Más acelerador (0,9 phr) empleado con el ensayo 4(0,8 con todos los demás).


2 Determinado por adsorción de N₂ a baja temperatura

25

El índice de absorción se determinó para muestras de caucho preparadas a partir de la receta del Ejemplo 1, excepto para los cambios de la Tabla II. El índice de abrasión que se indica en la Tabla II se basa en un valor de 100 asignado a un negro de humo normal de tipo de alta re-

30

22 400 1962



sistencia a la abrasión producido en un reactor de tipo que se re-
presenta en los dibujos, pero de dimensiones menores y sin apagador
interno. Este negro de humo tipo tiene una resistencia a la abrasión
extraordinariamente elevada. En comparación con los controles usados
5 en el Ejemplo I, tiene un índice de abrasión de 140, aproximadamente.
Así, pues, resulta evidente la mejor resistencia a la abrasión de los
negros de humo producidos de acuerdo con este invento. Igualmente, el
tamaño de partícula disminuyó a medida que el apagador se movía acer-
cándose más a la tubería de entrada del reactor, según se aprecia por
10 el incremento en el área superficial. La viscosidad Mooney aumentó
también con el área superficial, indicando por tanto propiedades de
reforzamiento del caucho incrementadas.

Se observará que la velocidad de aceite que figura en la Ta-
bla II disminuyó progresivamente a medida que el apagador se movía acer-
15 cándose a la tubería de entrada de la cámara de reacción. Esta dismi-
nución fué necesaria por la disminución de longitud efectiva de cáma-
ra de reacción para obtener un producto de negro de humo exento de
alquitrán, a un flujo constante de aire y gas tangenciales. El ne-
gro de humo en los ensayos de que se da cuenta en la Tabla II tenía
20 un valor fotolómetro en cloroformo de 88. La disminución de la velo-
cidad de aceite dió como resultado una disminución correspondiente
en el rendimiento.

Ejemplo III

25 Se usó un reactor del tipo representado en la Figura 2, pero
provisto, en los ensayos 3 a 8, de un aparato de inyección de acei-
te del tipo indicado en la Figura 5, en una serie de ensayos en los
que el aceite reaccionante se inyectó en el reactor después de vapo-
30 rización a 371°C. La tobera de aceite sobresalía en la cámara de com-



22 U

5 bustión. Se introdujo aire de "camisa" a través del conducto anular que rodea la tobera. El aceite reaccionante usado en estos ensayos era un gas oil obtenido mezclando un gal oil aromático con un aceite aromático que se obtuvo extrayendo un gas oil con dióxido de azufre líquido y recuperando el extracto. El aceite mezclado tenía un índice de correlación de 89 (Bureau of Mines). Los resultados se dan en la Tabla III.

280228

Tabla III

Control de reactor

Ensayo nº	Alimentación nº	Veloc. aceite l./h.	Tangencial Vel. aire dm ³ /h.	Veloc. aire "camisa" dm ³ /h.	Long. cámara para pre-comb. efectiva, cm.	Foto-lómetro	análisis gases salida					Rend. planta pil. est. kg/3.785 l.	Arena 325 mallas % (1)	Migrometro		
							CO ₂	C ₂ H ₂	H ₂	CO	CH ₄				N ₂	
1	B-170	862	5.238.603	349.145	113.267	30,48	88	5,96	0,69	10,34	10,97	0,40	71,64	1,56	.003	88,2
2	B-170	845	5.238.603	349.145	113.267	30,48	88	5,96	0,75	10,10	10,90	0,40	71,89	1,54	.04	88,4
Tobera entrada de aceite lumbreras múltiples, ángulos comprendido 90°																
3	B-170	875	5.238.603	349.145	113.267	25,52	90	5,86	0,85	10,56	11,10	0,35	71,27	1,52	.03	87,9
4	B-170	866	5.238.603	349.145	113.267	22,86	89	5,91	0,91	10,41	11,22	0,45	71,10	1,46	.05	86,0
5	B-170	850	5.238.603	349.145	113.267	17,90	90	5,81	0,88	10,38	11,46	0,50	70,97	1,40	.005	85,7
Tobera entrada aceite lumbreras múltiples, ángulos comprendido 30°																
6	B-170	870	5.238.603	349.145	113.267	25,52	90	5,83	0,84	10,61	11,03	0,44	71,25	1,55	.05	87,6
7	B-170	856	5.238.603	349.145	113.267	22,86	91	5,91	0,79	10,60	11,18	0,44	71,08	1,48	.07	85,6
8	B-170	854	5.238.603	349.145	113.267	17,90	90	5,89	0,91	10,55	11,35	0,32	70,98	1,43	.03	84,9

1) Arena total de la muestra de filtro de saco

2) Distancia desde el extremo de la tobera de aceite hasta la entrada de la cámara de reacción. Tobera proyectada en la cámara de combustión

280228

22 D 1969





22 Dic 1965

Los dos ensayos de control (1 y 2) que figuran en la Tabla III se realizaron de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, vaporizándose el reaccionante antes de entrar en el reactor. En la totalidad de los ocho ensayos, se emplearon 2 tuberías, de entrada de apagado radiales, separadas 180° y 1,82 m. corriente arriba de salida del reactor. Las condiciones de reacción y las dimensiones del reactor fueron iguales que en el Ejemplo 1, a excepción de las diferencias que se indican en la Tabla III. En ninguno de los ensayos, se produjo depósito de carbono en el reactor.

Los negros de humo obtenidos se incluyeron en composiciones con muestras de caucho, que se analizaron. Los resultados se dan en la Tabla IV. Las muestras designadas X e Y se prepararon a partir de negros de humo comerciales de alta calidad.

RECETA

15

	GR-S X-720	100
	Negro de humo	40
	ZnO	3
	BRT. h° 7	6
20	Azufre	1,75
	Santocure	0,8

Los datos anteriores muestran que el uso de las toberas de rociado del tipo representado en la Figura 5, en combinación con un apagado interno de acuerdo con este invento adicionalmente la resistencia a la abrasión del negro de humo producido, según se ve por la menor pérdida a la abrasión que figura en la Tabla IV.

280228

Tabla IV - Propiedad de muestras de caucho

Control de reactor

Ensayo	Area superf. negro dg humo, m ² / gr.	Deform. comp., %	Módulo 300% kg./cm ²	36,6° C		Trac- ción, max. 9,3°C kg/cm ²	Δ T° °C.	Resi- lien- cia %	Vida Flex. M	Dure- za Shore	Pérdi- da abra- sión ² gr.	Compos. MS 1½	Extrusión a 121°C		
				Trac- ción kg./cm ²	Elong. %								cm./ min.	gr./ min. Clasifi- cación	
1	19.8	85.76	248,88	590	118,11	36,3	58.6	5.8	56	7.85	34	73,66	75	10+
2	101.9	19.0	89,27	251.69	565	117,41	36,6	65.9	5.0	56.5	7.11	31	73,40	74.5	11-
Tobera de entrada de aceite lumbreras múltiples, ángulo comprendido 90°															
3	198,0	18,5	85.06	243,25	590	98,42	36,2	57.0	4.8	56	7.33	35	67,84	68	10+
4	11,4	18,0	85.06	241,15	560	111.08	37,5	56.1	4.0	57,5	6.82	36.5	67,05	68	10
5	116,6	19,1	85,76	256,61	595	111.78	38.1	55.0	5.8	58	6.82	37.5	66,04	65	10-
Tobera de entrada de aceite lumbreras múltiples, ángulos comprendido 30°															
6	107,0	18.0	93,49	256,61	580	108,27	37,9	55.9	4.0	58	6.82	36	68,58	68.5	10+
7	112.8	17.4	89.98	241,15	555	104,74	37,7	55.8	4.8	58.5	6.53	36.5	64,51	63.5	9+
8	114.6	17.9	85,06	247,47	580	106,86	37,9	56.2	4.6	58,5	6.68	36.5	68,58	69	10-
X	20.4	78,03	255,20	620	107,56	39,2	56.0	5.2	57	6.03	38	65,53	64.2	10-
Y	21.2	77,33	217,95	585	106,86	37,9	57.1	8.3	55	9.61	33.5	69,85	71.5	11-

22 Dic 1962



280228

TABLA IV (continuación)

Propiedades físicas de muestras de caucho.

Envejecidas en horno 24 horas a 100° C.; control de reactor

Ensayo	Área superficial negro de humo, m ² / gr.	26,6 ° C		Δ T° C.	Resiliencia, %	Vida flex. M	Dureza Shore	Pérdida a la abrasión 2	
		Modulo 300%, kg./cm ²	Tiracción, kg./cm ²						Elongación, %
1	149,74	231,30	415	30,2	65,5	3,5	63	5,71
2	101,9	151,14	263,64	450	31,5	65,0	4,6	63	4,96
Tobera de entrada de aceite lumbreras múltiples; ángulo incluido 90°									
3	198,0	144,12	234,11	420	31,7	61,3	3,9	63	5,39
4	111,4	151,85	229,19	400	33,4	62,8	2,8	63,5	4,64
5	116,6	147,64	262,23	450	32,4	61,6	2,9	64,5	4,73
Tobera de entrada de aceite lumbreras múltiples; ángulo incluido 30°									
6	107,0	151,85	259,42	440	32,2	63,0	4,1	63,5	4,77
7	112,8	154,67	243,96	420	32,1	62,9	3,8	61	4,62
8	114,6	144,12	263,64	450	32,1	62,6	2,7	61,5	4,60
X	137,09	253,10	470	32,6	62,5	3,3	63	5,05
Y	125,14	226,38	455	32,2	66,9	3,8	61	6,96

1). una revisión dió un valor de 96,9

2). 35 minutos de tiempo de vulcanizado

22 DIO



280228



Ejemplo IV

Después de haber depositado la solicitud U.S. número de serie 406.695 de 28 de Enero de 1.954, se descubrió inesperadamente que podría producirse un negro de humo de tipo SAF caracterizado por un -

5 área superficial de nitrógeno por encima de 130 m^2 por gramo, y caracterizado por resistencia a la abrasión de mezclas de caucho que lo con-

10 tienen, aumentando la velocidad de aire tangencial desde $5.238.603 \text{ dm}^3$ h. y la velocidad de gas desde $349.145,53 \text{ dm}^3$ h. de la Tabla III hasta por encima de $7.645.520 \text{ dm}^3$ h. y por encima de 503.702 dm^3 h., respectivamente, por ejemplo $8.211.860 \text{ dm}^3$ h. y 547.363 dm^3 h, respectivamente, y extendiendo la tobera de aceite 4 en la zona de combustión 6 desde 5,08 cm hasta 15,24 cm, por ejemplo 7,62 cm, de manera que es

15 taba unos 25,4-15,2 cm por delante de la zona de reacción. En la práctica de esta fase del presente invento, la velocidad del aire puede - ser desde $7.645.530$ a $1.194.040 \text{ dm}^3$ h. y mayor, y la velocidad de gas puede estar en proporción equivalente en valor calorífico a la que resulta de 509.702 dm^3 h. a 679.603 dm^3 h. de metano y puede variarse para hacer la mezcla de mismo rica o pobre, o estequiométrica con respecto al carburante según se ha mencionado arriba, y aunque se prefiere como combustible metano o gas natural, pueden obtenerse resultados

20 satisfactorios en el invento cuando el combustible es etano, hidrógeno monóxido de carbono, queroseno, fuel oil, otros hidrocarburos o carbón pulverizado y se sustituye el aire por otros gases conteniendo oxígeno libre, como se ha mencionado arriba.

25 El horno a que se alude en la Tabla V era como el presentado en la Figura 2 del dibujo, con la excepción de que, en el ensayo número 9, la "posición normal" del tubo 33, según se indica en la Tabla, era con el tubo 33 rebajado o retirado dentro del tubo cerámico 80 A (numerado en la Figura 5 unos 1,27 cm a 5,08 cm. En los otros ensayos,

30 el extremo del tubo se puso a nivel con su extremo, o sobresalía

22 DIC



en la cámara de combustión 6 en 7,62; 11,43 cm.; 15,24 cm según se indica en el ensayo respectivo. Las dimensiones de la cámara 6 fueron 30,48 cm de largo por 83,8 cm de diámetro y la cámara 7 era de 30,48 de diámetro y 152,4 cm de largo desde la cámara 6 al apagado

5

16.

280228

TABLA V

Condiciones de ensayo

Ensayo de control, entrada 33 de la figura 2

Ensayo n°	Alimen. aceite (Tabla VI)	Veloc. aceite litros/hora	Posición entrada aceite dentro cámara, cm.	Precal. aceite °C.	Tangencial Veloc. aire, M.dm h.	Veloc. gas, M.dm h.	Vel. aire camisa m dm h.	Fotolo metro	Rend. negro humo, kg./3,785 l.	Arena 325 mallas %	Nigró metro	Nitrógeno no superficial, m ² /gr.	Diámetro de túneles tangenciales, cm.
9.....	B-192	814	Normal	380	5238	349	113	90	1,48	.006	86.4	107	25,40
Tobera 81 de la figura 5 con 30 orificios													
10.....	B-192	1056	0	379	8211	547	113	90	1,42	.016	86	112.4	25,40
11.....	B-192	1051	11,43	380	8211	547	113	90	1,21	0.24	80.3	141.9	25,40
12.....	B-192	1025	15,24	390	8211	547	113	90	1,04	.08	79.7	140.8	25,40
Tobera 81 de la figura 5 con 15 orificios													
13.....	B-192	1142	0	390	8211	547	113	90	1,50	.04	86	111.3	25,40
14.....	B-192	1102	11,43	404	8211	547	113	88	1,15	.38	81	138.2	25.40
Entrada 33 de la Figura 2													
15.....	B-192	1089	Normal	390	8211	547	113	89	1,43	.004	81.4	123.1	25,40

280228

22 Dic 1962



TABLA V (continuación)

Ensayo nº	Alimen. aceite table VI)	Veloc. aceite litros/ hora	Posición entrada aceite dentro cámara cm.	Precal. aceite °C	Tangencial		Veloc. aire m dm ³ h.	Fotolo- metro	Rend. negro humo, kg./ 3,785 l. %	Arena 325 mallas metro	Nitró- metro	Nitroge no area superfi- cial, m ² / gr.	Diáme- tro de tú- neles tan- genciales 34, cm.
					Veloc. aire, M dm ³ h.	Veloc. gas M dm ³ h.							
16.....	B-193	1092	7,62	380	8211	547	113	88	1,22	.05	81	133.2	25,40
17.....	B-193	1044	11,43	387	8211	547	113	88	1,14	.06	79.2	142.7	25,40
18.....	B-193	1025	15,24	380	8211	547	113	88	1,12	.04	79.3	145.8	25,40
Entrada 92 de la figura 7													
19.....	B-198	1051	7,62	387	8211	547	113	88	1,21	.02	81.0	134.6	25,40
20.....	B-198	1066	7,62	387	8211	547	84 ¹	90	1,16	.01	79.9	139.4	25,40
21.....	B-207	1028	7,62	237	8211	547	113	90	1,17	—	—	142.8	30.48
22.....	B-207	1033	7,62	412	8211	547	113	90	1,15	.02	—	145.0	25,40
Ensayos de control para velocidad de aire, entrada 33 de la Figura 2													
23.....	B-207	912	7,62	398	5238	349	113	90	1,48	—	—	109.9	30,48
24.....	B-207	858	7,62	410	5238	349	113	90	1,64	.01	—	103.3	—

1) Se emplea vapor de agua en lugar de aire en la inyección de fluido de camisa

Nota: - Una raya en lugar de datos, indica que no se realizó el ensayo.

280228

20





Se usó el mismo gas combustible. Debido a las dificultades del almacenaje y el suministro de aceite, y al hecho de que cada ensayo consume una cantidad considerable de aceite y de tiempo, se varió ligeramente el aceite empleado, como se indica en la Tabla VI, pero la variación en el EMCI no fué en absoluto suficiente para explicar las diferencia en la resistencia a la abrasión observadas en la Tabla VII.

Se observará que se usó 0,8 partes de "Santocure" en algunos de los ensayos de caucho y 0,9 partes en otros, pero esto fué porque el negro de humo producido por los ensayos de alta velocidad de aire del presente invento fué tan diferente que se necesitaron estas cantidades diferentes de agente de vulcanización para lograr el mismo grado de vulcanización como se indica por las cifras de deformación por compresión que se dan en la Tabla VII, de manera que las cifras de abrasión fuesen estrictamente comprables.

Se prepararon composiciones separadamente de negro de humo de cada uno de los ensayos en una mezcla de caucho tipo de 100 partes en peso del mismo caucho GRS (GR-S-X-720), (o partes del negro de humo procedente del ensayo que se está estudiando, 3 partes de óxido de cinc, 1,75 partes de azufre, 6 partes de BRT nº 7, y 0,8 partes de Santocure, a excepción de cuando se usaron 0,9 partes de Santocure.

El BRT nº 7, es un producto de alquitrán de hulla refinado, de peso específico 1,2 a 1,25, de viscosidad Engler a 100°C. de 6 a 9, usado como plastificante.

El problema Santocure es N-ciclohexil-2-benzotiazilsulfenamida.

Cuando los ensayos que figuras en las tablas son todos ensayos de caucho tipo realizados del modo normal y corriente, no se considera necesario entrar en detalles sobre ellos. Estos ensayos se -



22 Dic 1957

hicieron por personas expertas en estas pruebas corriente del caucho.

5 El diámetro de los túneles tangenciales 34 se indica como 25,4 cm o 30,48 cm en la Tabla V, pero parece que supone poca diferencia, siendo los túneles mayores ligeramente superiores debido a la combustión completa del gas combustible en el mayor espacio disponible. La Tabla V da las velocidades de alimentación y otros detalles de los ensayos, la Tabla VI el análisis de los número de materiales de alimentación axial de aceite de estos ensayos se indican en la Tabla V, y la Tabla VII da las propiedades de muestras de caucho tipo en las que se incorpora el negro de humo de los ensayos -
10 respectivos. El ensayo 19 de la Tabla V se hizo con un tubo de aceite muy pequeño de 0,37 cm., para mostrar el funcionamiento con velocidad de aceite elevada, que quedó demostrada, aunque la calidad del negro de humo no era tan buena como en otros ensayos.
15

280223

22 41



TABLA VI

Propiedades de los aceites de alimentación de la Tabla V.

<u>Alimentación nº</u>	<u>B-192</u>	<u>B-193</u>	<u>B-194</u>	<u>B-189</u>	<u>B-207</u>
Descripción de la alimentación	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)
Fecha de recepción	19-5-54	11-6-54	16-6-54	4-8-54 ³
Punto de anilina, °C.	20,5	18,2	17,5	22,3
Peso esp. API	11,9	11,3	11,4	12,0	12,3
Destilación, ASTM (°C. a 760 mm):					
1ª gota	166	203	159	185	231
5	274	277	261	206	258
10	290	291	298	275	271
20	302	305	301	294	301
30	309	315	315	301	315
40	319	326	323	311	320
50	328	335	334	322	334
60	336	343	344	332	344
70	350	353	356	347	355
80	364	368	373	363	373
90	383	387	407	393	405
95	Craqueo	411	410 ⁴	410	411
P.F.
Rec.
Res.
Ind. correl.B. of M.	91,4	92,8	92,2	92,0	89,4

22 D



TABLA VI (Continuación)

<u>Alimentación</u>	<u>B-192</u>	<u>B-193</u>	<u>B-194</u>	<u>B-198</u>	<u>B-207</u>
Residuo carbonoso Ramsbotton, peso %	1,79	3,25	3,66	1,40	4, 31
SUS, 37,7°C	...	60,46	60,29	54,20	60,67
SUS, 98,8°C	...	33,87	33,90	33,21	33,94
IR 20/D	1.5814	1,5825	1,6050	1,6002	1,5781
Punto de verti- do, °C.	...	-3,8	-1,1	-9,4	1,6
Peso de carbono %	89,1	89,1
Hidrógeno, peso %	9,1	10
Azufre, peso %	1,4	1,03

-
- 1) extracto con SO₂, tanque 87
 - 2) extracto con SO₂
 - 3) Recogido como muestra
 - 4) A 92%.

280223



22 Dic. 1962

TABLA VII

Propiedades físicas de muestras de caucho normales que contienen los negros de humo de los ensayos respectivos de la

Tabla V.

Ensayo nº	Deformación por compresión, %	Módulo 300%, kg/cm ²	Tracción kg./cm ²	Elongación %	$\Delta T^{\circ}C$	Resiliencia %	Vida Flex M	Pérdida de abrasión.
9	19.4	82,25	329,74	600	38,8	57.1	8.3	8.31
10	19.1	84,36	229,19	570	38,5	56.4	6.6	8.49
11	20.4	71,70	234,11	615	40,8	53.4	5.9	8.09
12	19.9	59,75	253,10	675	41,8	52.3	6.6	8.53
13	19.5	75,92	222,87	595	38,5	56.3	8.4	8.62
14	20.0	68,19	238,33	635	40,5	52.7	4.6	8.17
15	19.3	76,62	230,60	590	39,2	54.9	5.9	8.63
16	19.1	67,48	239,04	640	39,0	52.9	8.0	8.18
17	19.3	73,11	229,19	595	40,2	52.0	7.8	8.06
18	20.0	70,30	233,41	625	41,2	52.2	8.4	8.20
19	18.2	75,92	237,63	590	8.02
20	17.4	75,92	261,53	630	7.09
21	20.4	71,00	247,47	630	37,5	54.3	6.8	7.04
22	21.2	68,89	246,77	615	37,9	54.0	4.2	8.08
23	22.0	72,40	238,33	605	37,9	56.7	3.0	8.19
24	22.6	72,40	236,23	610	37,7	56.5	3.6	8.71

3228



Son posibles variaciones y modificaciones dentro del alcance de la descripción y las reivindicaciones en este invento, Aunque - ciertas fases del procedimiento, estructuras y ejemplos se han descrito con fines ilustrativos, el invento, como es natural, no se limita a los mismos. La esencia del invento es un procedimiento para la obtención de negro de humo y un aparato en el que la mezola de reacción que contiene negro de humo se apaga dentro de la propia zona de reacción. La esencia del invento, en cuanto a la producción de negro de humo de area superficial elevada y gran resistencia a la abrasión de los compuestos de caucho que lo contiene, según se muestra claramente por los datos numéricos de los ejemplos que figuras en la Tabla V, un horno de diámetro de zona de reacción de 30,48 cm. es además aumentar la velocidad de aire tangencial a más de 7.645.530 dm^3 por hora, la velocidad de gas tangencial a más del equivalente de 509.702 dm^3 n por hora de metano, y la velocidad de aceite axial a, por lo menos, 1022 litros por hora, y extender el punto de inyección de alimentación hidrocarbonada axial desde 5,08 cm hasta 15,24 cm en el extremo de entrada de la zona de combustión del horno. Para otros diámetros de zona de reacción de hornos, estas velocidades varían directamente según la potencia 2,3 del diámetro de la zona de reacción, como sigue:

TABLA VIII

Velocidades de alimentación mínimas para producir negro de humo de área superficial elevada, de gran resistencia a la abrasión

Diámetro de la zona de reacción en cm.	Tangencial		Axial, aceite litros/hora.
	Aire dm^3 n./h.	Gas dm^3 n./h.	
10,16	611.642	40.633	83,2
15,24	1 557,422	103.639	208,19
30,48	7 645,530	509.702	1022
38,10	13.025.720	869.324	1741
45,72	19.821.740	1.302.572	2649



Aunque el invento se ha descrito en relación con un procedimiento y aparato de tipo de llama tangencial, es también útil con otros procedimientos y aparatos para la producción de negro de humo.

5 Los ensayos realizados en un horno de cámara de reactor de 10,16 cm diámetro interno por 156,1 cm de largo, usando un gas oil entraído con SO_2 corriente, a una velocidad de aceite de 103,3 litros por hora, una temperatura de precalentamiento de $396^{\circ}C$, velocidades tangenciales de $663.725 \text{ dm}^3/h$ y 44.173 dm^3 por hora de aire y gas respectivamente, con una velocidad de aire de "camisa", de 11,326 dm^3 por hora, una temperatura de reactor de $1401^{\circ}C$, dieron, 10 aproximadamente 1,38 kg. de negro de humo de 93° fotolómetro en cloroformo", por cada 3,785 litros de aceite, con un tinte excelente de 214, y sólomente 0,024% de arena de 325 mallas. Este negro de 15 humo, incorporado en composiciones de caucho, le reforzó de tal manera que este caucho tenía una baja pérdida de abrasión de sólomente 7,73 gr.

20 Ensayos comparativos en un horno de cámara de reactor de 10,16 cm de diámetro interno por 95,1 cm de largo, usando aceite B 107 en cada ensayo, dieron los siguientes cambios en rendimiento y pérdida de abrasión en caucho, con los cambios en las velocidades de alimentación, para corroborar el carácter crítico de los datos de la Tabla VIII, e indican en la tabla IX.



TABLA IX

	Velocidades de alimentación tangenciales		Aceite axial litros/hora	Pérdida de abrasión (gr.)	Rendimien- to de ne- gro de hu- mo (Kg/3'78l. aceite.)
	Aire, dm ³ n./h.	Gas dm ³ n./h.			
5	415.124	27.750	70,02	4,25	1,23
	580,493	38.679	100,68	4,14	1,24
	663,744	44,173	109,38	4,03	1,25

10

N O T A

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para la producción de negro de humo de gran área superficial que comunica gran resistencia a la abrasión a compuestos de caucho que lo contienen, caracterizado por las operaciones de: introducir un hidrocarburo reaccionante en una zona de combustión generalmente cilíndrica y térmicamente aislada de mayor diámetro que longitud, hacer que una masa de gases calientes en vuelva helicoidalmente a dicho hidrocarburo reaccionante en dicha zona de combustión, hacer pasar dicho reaccionante y el gas que lo envuelve aguas abajo dentro de una zona de reacción generalmente cilíndrica y térmicamente aislada de menor diámetro que dicha zona de combustión y de mayor longitud que diámetro, e introducir refrigerante líquido en forma de pulverización directamente dentro de dicha zona de reacción en un punto situado inmediatamente aguas abajo del punto en que el negro de humo resultante se libera de alquitranes, estando formada dicha masa de gas caliente para una zona de reac-

30

280228

22 D



5 ción de 30 cm. de diámetro por la introducción tangencial dentro de
 dicha zona de combustión de por lo menos 7.646 m³ normales de aire
 por hora y un volumen de gas combustible equivalente en valor calo-
 rífico a por lo menos 510 m³ normales de metano por hora, introdu-
 ciéndose dicho hidrocarburo reaccionante axialmente aguas abajo en
 dicha zona de combustión en una proporción, cuando se mide como lí-
 quido, de por lo menos 1.022 litros por hora en un punto situado a
 5-15 cm. aguas abajo del extremo de aguas arriba de dicha zona de com-
 bustión, variando las anteriores proporciones de aire, gas e hidro-
 carburo de introducción para zonas de reacción de otro diámetro di-
 10 rectamente como la potencia 2,3 de la relación de los diámetros de
 las respectivas zonas de reacción.

15 2º.- El procedimiento del punto 1, caracterizado porque el
 refrigerante líquido comprende agua y se introduce en forma de pul-
 verización en volumen suficiente para rebajar súbitamente la tempera-
 tura de la mezcla resultante a menos de 1.093º C.

3º.- Un procedimiento para la producción de negro de humo de
 gran área superficial.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, repre-
 sentado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han
 especificado.

La presente Memoria consta de cuarenta y una hojas, escritas
 a máquina por una sola de sus caras.

MADRID, 22 DIC. 1962
 P. A.

Ministerio de Educación
 del Poder

280228

MCR

2,228

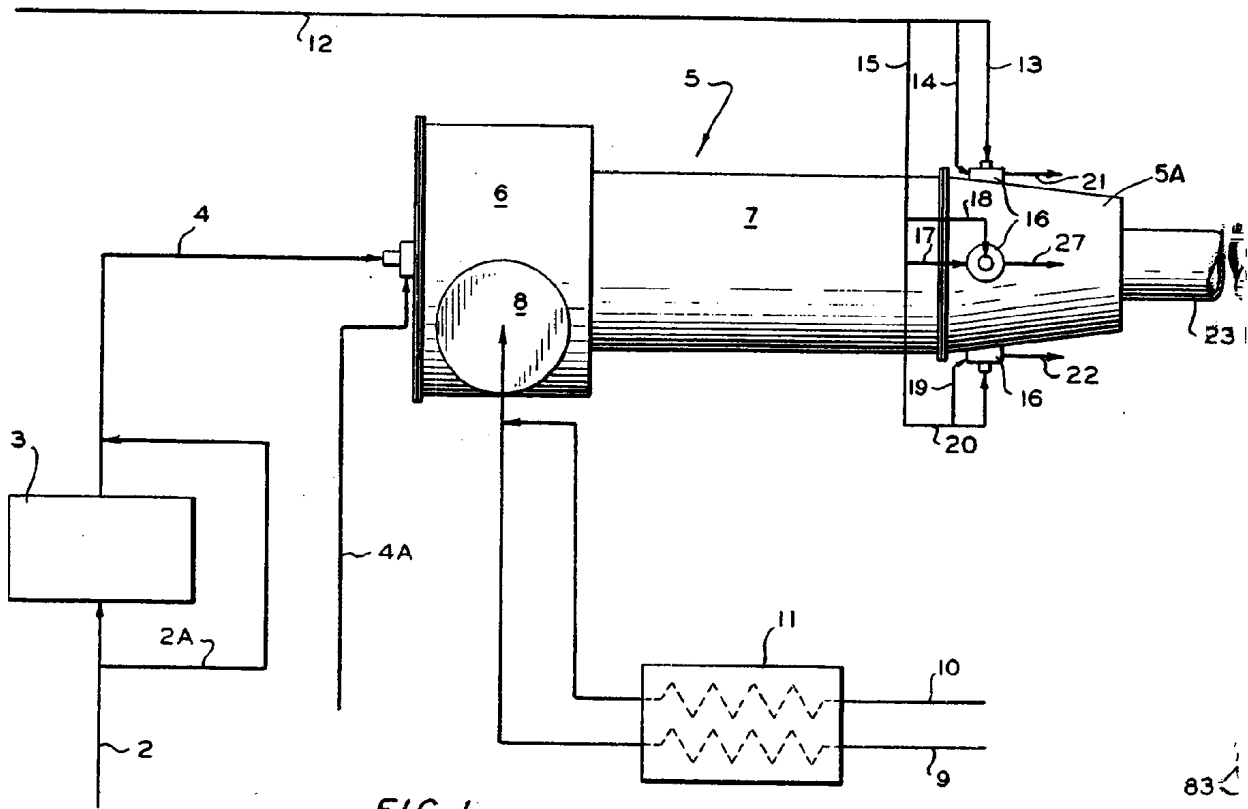


FIG. 1

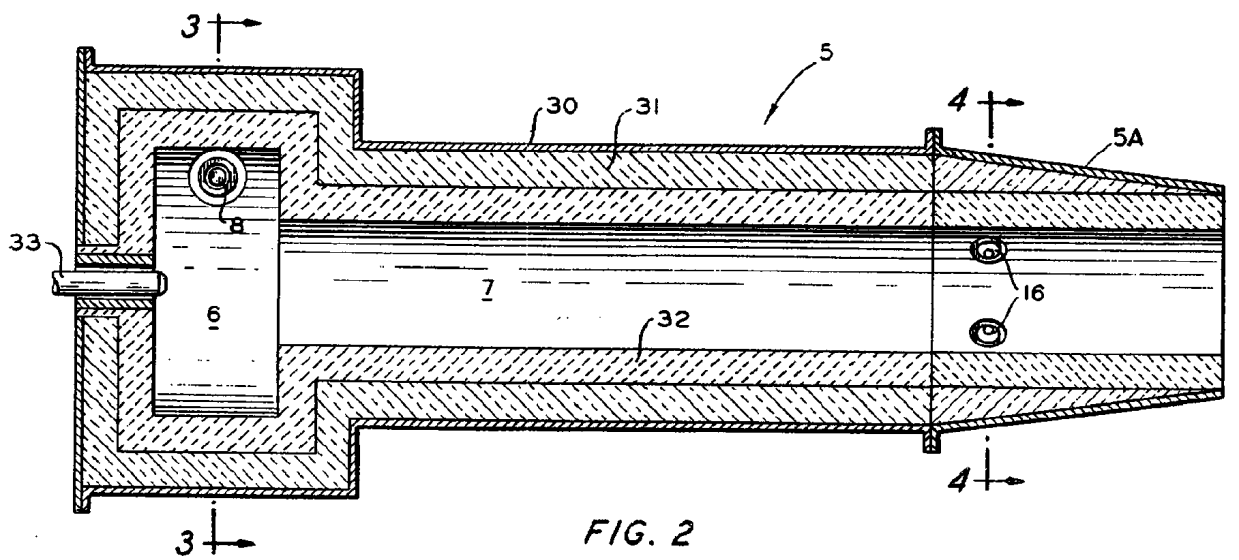


FIG. 2

2,802,228

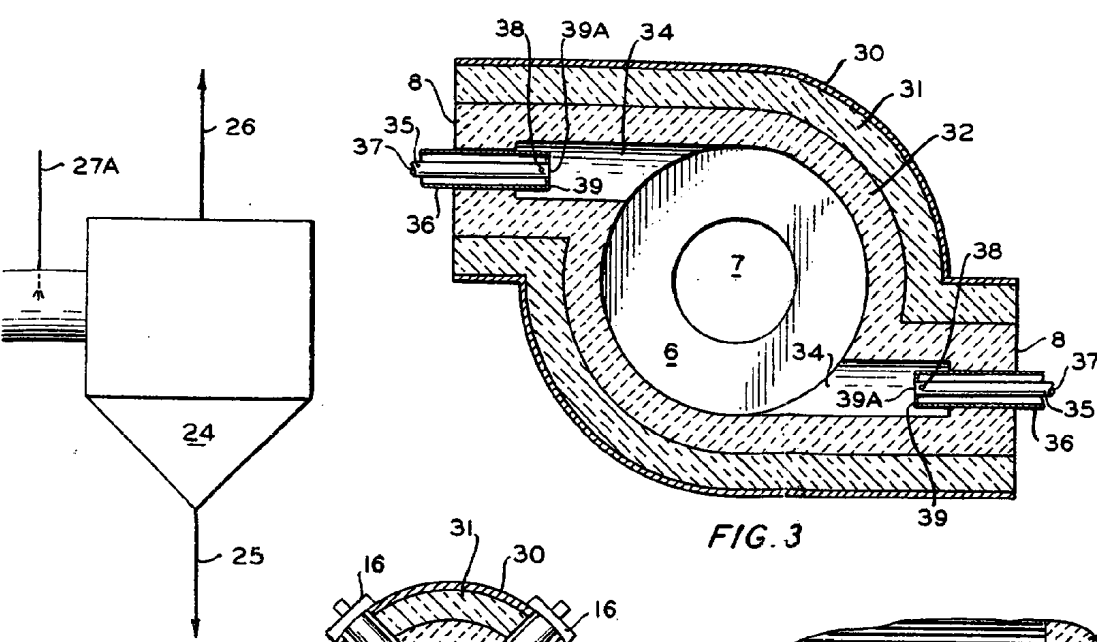
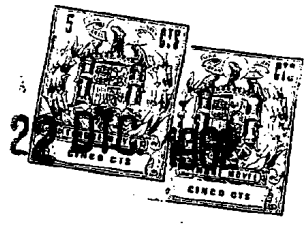


FIG. 3

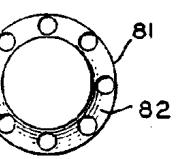


FIG. 6

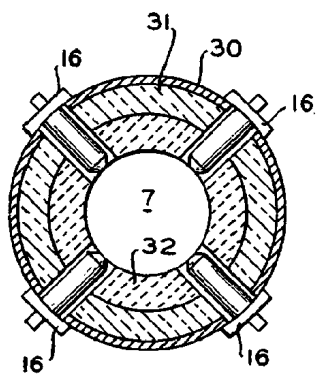


FIG. 4

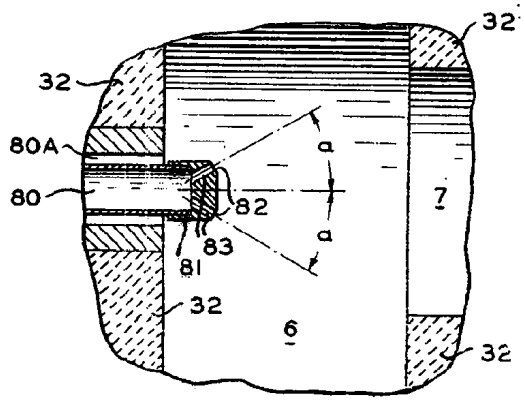


FIG. 5

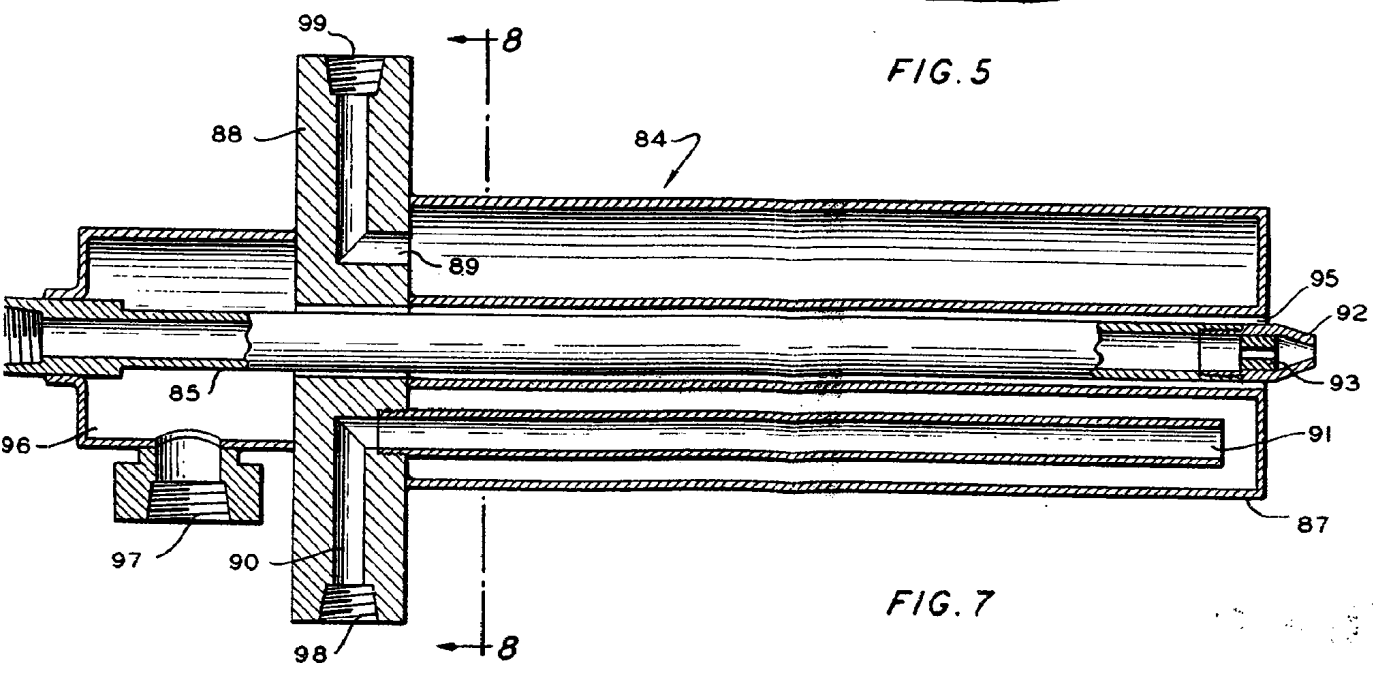


FIG. 7

Printed in U.S.A.
20 PPM

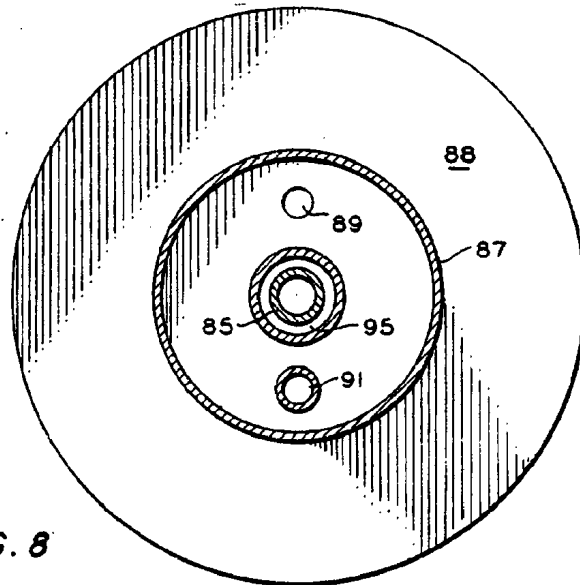


FIG. 8

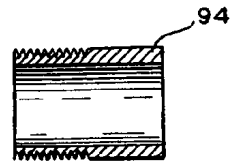


FIG. 9

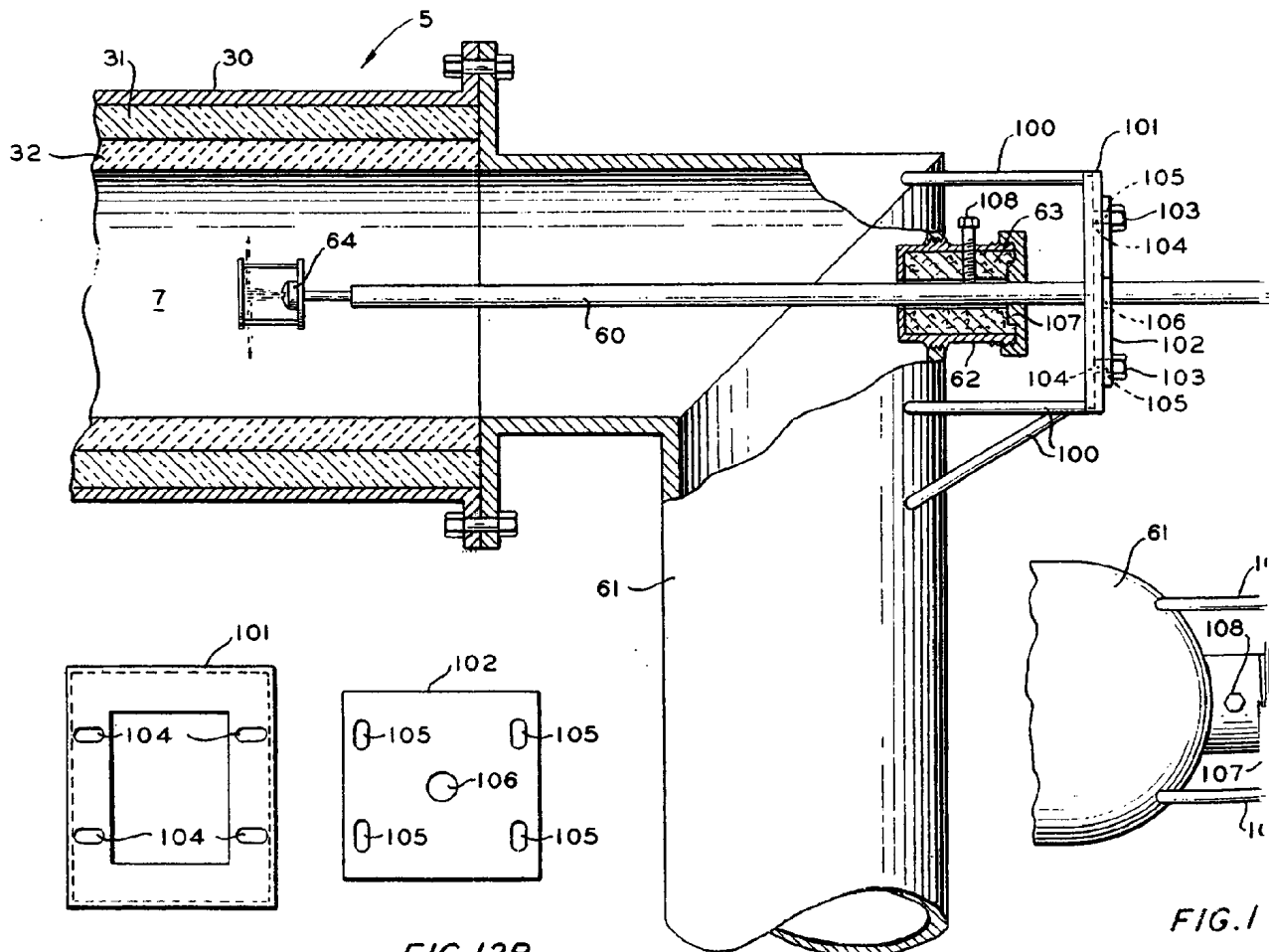


FIG. 12

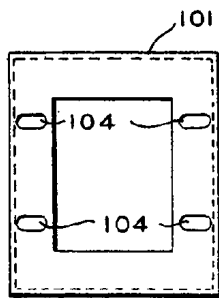


FIG. 12A

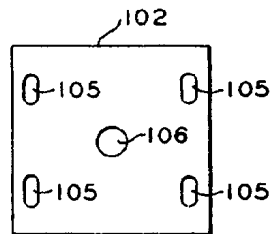


FIG. 12B

FIG. 1

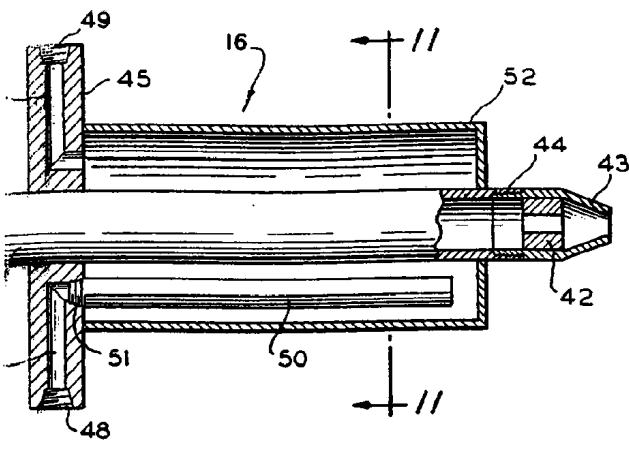
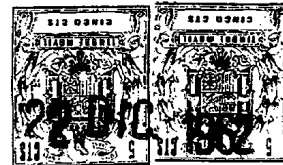


FIG. 10

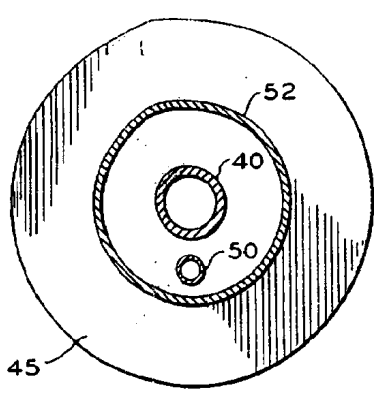


FIG. 11

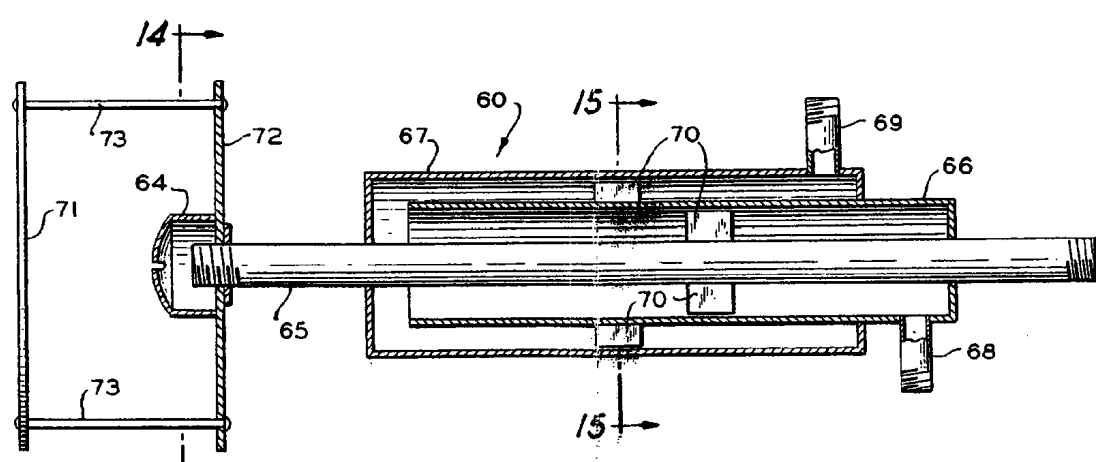


FIG. 13

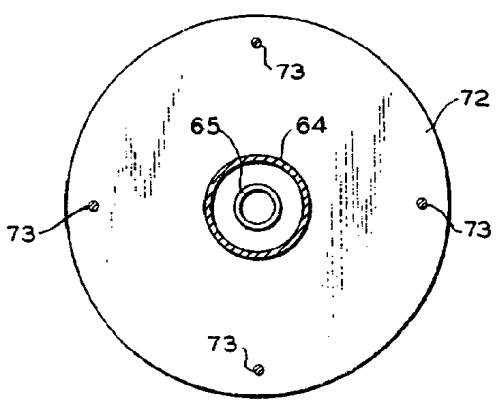
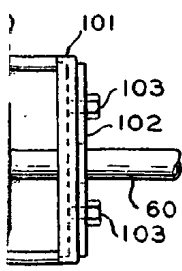


FIG. 14

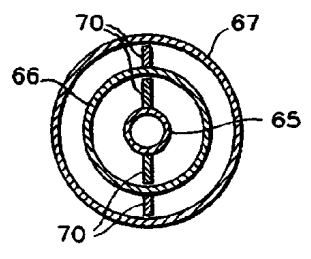


FIG. 15

40228

U.S. PATENT OFFICE